



ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ
ΠΑΤΡΩΝ
UNIVERSITY OF PATRAS

Σχολή Γεωπονικών Επιστημών

Τμήμα Γεωπονίας

Θέμα Εργασίας

«Επισκόπηση για τον προσδιορισμό του ολικού αζώτου
στο έδαφος με τη μέθοδο Kjeldahl»

Καλατζής Στέργιος

Επιβλέπων:

Μπαρούχας Παντελής, Αναπληρωτής Καθηγητής

2021

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Η μέθοδος Kjeldahl αποτελεί ίσως την πλέον αξιόπιστη μέθοδο για τον προσδιορισμό του ολικού αζώτου στο έδαφος. Μέσω της παρούσας εργασίας γίνεται μια προσπάθεια να κατανοήσουμε το πως λειτουργεί η μέθοδος αυτή, ποιες συνθήκες επηρεάζουν την αξιοπιστία της, πόσα και ποια στάδια έχει και που πλεονεκτεί και που όχι σε σχέση με άλλες μεθόδους προσδιορισμού αζώτου. Επιπλέον μελετάται η εξέλιξή της και το πως σύγχρονα όργανα όπως οι συσκευές πέψης της Velp Scientifica και η αυτόματη μονάδα απόσταξης / τιτλοδότησης UDK 152 αυξάνουν την απόδοση και αναπαραγωγικότητά της.

Στα πλαίσια της παρούσας εργασίας έγινε βιβλιογραφική μελέτη ώστε να απαντηθούν τα παραπάνω ερωτήματα. Όσον αφορά τη μονάδα UDK 152 και τη σειρά DK συσκευών πέψης οι πληροφορίες για τα χαρακτηριστικά και τη λειτουργία τους προήλθαν από τα εγχειρίδια οδηγιών χρήσης τους.

Αρχικά γίνεται μια μικρή αναφορά στο άζωτο και συγκεκριμένα στις κυριότερες μορφές που εμφανίζεται καθώς και για το ρόλο του στο έδαφος και τα φυτά. Στη συνέχεια παρατίθενται η βιογραφία του ανθρώπου που ανακάλυψε τη μέθοδο και η ιστορική αναδρομή της μαζί με κάποια εισαγωγικά στοιχεία. Στα επόμενα κεφάλαια αναλύθηκαν τα τρία στάδια της Kjeldahl, η πέψη, η απόσταξη και η τιτλοδότηση. Ακολούθως έγινε σύγκριση της μεθόδου με αυτή της Dumas. Τα επόμενα δυο κεφάλαια αφιερώθηκαν στις αυτοματοποιημένες συσκευές της Velp Scientifica, τη σειρά DK συσκευών πέψης και την αυτόματη μονάδα απόσταξης / τιτλοδότησης UDK 152. Γίνεται εκτενείς αναφορά στον τρόπο προγραμματισμού και λειτουργίας τους, των χαρακτηριστικών τους καθώς και της συντήρησης που χρειάζονται. Η εργασία ολοκληρώνεται με την καταγραφή μεθοδολογιών για τον προσδιορισμό ολικού αζώτου κατά Kjeldahl όπως αυτές αναγράφονται στο εγχειρίδιο της μονάδας UDK 152. Το

περιεχόμενο της παρούσης εργασίας δεν απηχεί απαραίτητα τις απόψεις του Τμήματος ή της επιτροπής που την ενέκρινε.

Λέξεις κλειδιά: Άζωτο, Μορφές αζώτου, Μέθοδος Kjeldahl, Πέψη, Απόσταξη, Τιτλοδότηση, Καταλύτες, Συσκευές πέψης, Μονάδα UDK 152, Μέθοδος Dumas.

ABSTRACT

The Kjeldahl method is perhaps the most reliable method for the determination of total nitrogen in the soil. Through this work, an attempt is made to understand how this method works, what factors affect its reliability, how many and which stages it has and where it has an advantage, and which does not in relation to other methods of nitrogen determination. In addition, its evolution is studied and how modern instruments such as the Velp Scientifica digestion apparatus and the automatic distillation / titration unit UDK 152 increase its efficiency and reproducibility.

In the context of the present work, a bibliographic study was conducted to answer the above questions. As far as the UDK 152 unit and the UDK series of digestion devices are concerned, the information of their characteristics and operation came from their instruction manuals.

Initially, a small reference is made to nitrogen and specifically to the main forms that appear as well as its role in soil and plants. The following is a biography of the man who discovered the method and its historical background along with some introductory information. The following chapters analyse the three stages of Kjeldahl digestion, distillation, and titration. The method was then compared with that of Dumas. The next two chapters are devoted to Velp Scientifica automated appliances, the DK series of digesters and the UDK 152 automatic distillation / titration unit. Extensive reference is made to the way they are

programmed and operated, their features as well as the maintenance they need. The work is completed by recording methodologies for the determination of total nitrogen according to Kjeldahl as they appear in the manual of the unit UDK 152. The content of this paper does not necessarily reflect the views of the section or committee which approved it.

Key words: Nitrogen, Nitrogen forms, Kjeldahl method, Digestion, Distillation, Titration, Catalysts, Digestion's unit, Unit UK

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

1. Άζωτο	8
1.1. Άζωτο στο έδαφος	8
1.2. Άζωτο στα φυτά	9
1.3. Μορφές που εμφανίζεται το άζωτο	10
1.3.1. N_2	10
1.3.2. NH_4	11
1.3.3. Νιτρικό άζωτο	12
1.3.4. Οργανικό άζωτο	13
1.3.5. Ολικό άζωτο και ολικό άζωτο κατά Kjeldahl	15
2. Μέθοδος Kjeldahl	15
2.1. Εισαγωγή	15
2.2. Johan Gustav Christoffer Thorsager Kjeldahl (1849 – 1900)	17
2.3. Ιστορική αναδρομή και εξέλιξη της μεθόδου Kjeldahl	19
3. Πέψη	21
3.1. Παράγοντες που επηρεάζουν την πέψη	23
3.1.1. Χρόνος πέψης	23
3.1.2. Θεικό οξύ	25
3.1.3. Καταλύτες	26
3.2. Τροποποιήσεις της μεθόδου πέψης κατά Kjeldahl	27
4. Απόσταξη και τιτλοδότηση	29
4.1. Απόσταξη	29
4.2. Τιτλοδότηση	31
5. Σύγκριση μεθόδου Kjeldahl	35
6. Συσκευή πέψης της Velp Scientifica	37
6.1. Εισαγωγή	37

6.2.	Περιγραφή οργάνου	38
6.3.	Εγκατάσταση οργάνου	40
6.4.	Έλεγχος λειτουργίας	41
6.5.	Έναρξη	53
6.6.	Επαλήθευση θερμοκρασίας αντιδραστήρα	54
6.7.	Χρησιμοποιούμενα χημικά στη φάση της πέψης και παραγόμενες ουσίες	55
6.8.	Συντήρηση	56
6.9.	Μονάδα εξουδετέρωσης καπνών τύπου SMS	56
6.9.1.	Περιγραφή οργάνου	58
6.9.2.	Συναρμολόγηση και εγκατάσταση	59
6.9.3.	Χρήση εξοπλισμού	59
6.9.4.	Προκαταρκτική αξιολόγηση της ζητούμενης ποσότητας αντιδραστηρίων για την εξουδετέρωση αερίων	60
6.9.5.	Εξάλειψη εξαντλημένων απορροφητών	62
6.9.6.	Συντήρηση	63
6.10.	Αντλία κενού κυκλοφορίας νερού	63
6.10.1.	Περιγραφή οργάνου	64
6.10.2.	Συναρμολόγηση οργάνου	65
6.10.3.	Αναρρόφηση	66
6.10.4.	Συντήρηση	67
7.	UDK 152 αυτόματη συσκευή απόσταξης και τιτλοδότησης της Velp Scientifica	68
7.1.	Εισαγωγή	68
7.2.	Χημικά που χρησιμοποιούνται κατά την απόσταξη και την τιτλοδότηση και ουσίες που παράγονται από αυτές τις διαδικασίες	76

7.3.	Συναρμολόγηση και εγκατάσταση	78
7.4.	Επιλογές μενού	86
7.5.	Εργασιακός κύκλος	128
7.6.	Έλεγχοι λειτουργίας	132
7.7.	Διαγράμματα σχετικά με την συσκευή UDK 152	137
7.8.	Διαδικασίες κατά την ολοκλήρωση του εργασιακού κύκλου και συντήρηση	140
8.	Μεθοδολογίες σύμφωνα με τη συσκευή UDK 152	150
8.1.	Γενική περιγραφή της μεθόδου Kjeldahl για την μέτρηση ολικού αζώτου	150
8.2.	ΑΟΑC, μέθοδος 950,52, μικροχημικός προσδιορισμός αζώτου με τη μέθοδο Micro – Kjeldahl	158
8.3.	Μέθοδος Kjeldahl για τον προσδιορισμό ολικού οργανικού αζώτου στο έδαφος	160
	Συμπέρασμα	162
	Βιβλιογραφία	163

1. Άζωτο

Αποτελεί το πλέον διαδεδομένο χημικό στοιχείο του ατμοσφαιρικού αέρα της Γης, καλύπτοντας το 79% του όγκου του και είναι απαραίτητο συστατικό όλων των ζωντανών οργανισμών. Στο σύμπαν κατέχει την πέμπτη θέση με τα πιο διαδεδομένα στοιχεία (David L. Heiserman, 1992). Παρά το γεγονός ότι η ατμόσφαιρα είναι πλούσια σε μοριακό άζωτο, εντούτοις δεν μπορεί αυτό να χρησιμοποιηθεί άμεσα, με τη μορφή αυτή από την πλειοψηφία των οργανισμών (Γεώργιος Μιχαήλ, 2013). Αυτό συμβαίνει, γιατί στο μοριακό άζωτο (N_2), τα δύο άτομα αζώτου ενώνονται με τριπλό ομοιοπολικό δεσμό, ο οποίος παρουσιάζει εξαιρετική σταθερότητα και δημιουργεί ένα αδρανές μόριο (Γεώργιος Μιχαήλ, 2013). Η διάσπαση του δεσμού αυτού, απαιτεί υψηλές θερμοκρασίες και πιέσεις, οι οποίες δεν απαντώνται *in vivo* (Δροσόπουλος Ι.Β. 1992). Τα συνολικά αποθέματα του αζώτου είναι διανεμημένα ανάμεσα σε τρεις βασικές δεξαμενές: την ατμόσφαιρα, το έδαφος και το οργανικό άζωτο της βιομάζας (Γεώργιος Μιχαήλ, 2013).

1.1. Άζωτο στο έδαφος

Το άζωτο βρίσκεται στο έδαφος σε ανόργανη και οργανική μορφή. Το ανόργανο άζωτο εντοπίζεται ως ιόντα νιτρώδη, νιτρικά και αμμωνιακά καθώς και ως μοριακό. Το 90% του εδαφικού αζώτου είναι οργανικής μορφής και προέρχεται από τα κατάλοιπα φυτικών και ζωικών ιστών και μικροοργανισμών, καθιστώντας έτσι την οργανική ουσία κύρια πηγή του (Κωσταντίνος Σινάνης, 2016). Το μεγαλύτερο μέρος αυτού υπάρχει στο επιφανειακό στρώμα με ποσοστό ολικού αζώτου από 0,05% έως 0,4%. Μεγάλο ρόλο σε αυτό το ποσοστό παίζει το κλίμα, η βλάστηση και οι συνθήκες στράγγισης (Κωσταντίνος Σινάνης, 2016). Επειδή όμως αυτό το οργανικό άζωτο είναι αδιάλυτο και τα φυτά και οι διάφοροι ζωντανοί οργανισμοί δε μπορούν να το προσλάβουν άμεσα

χρειάζεται να μετατραπεί σε κατάλληλες μορφές, υπό τις οποίες μπορεί να προσληφθεί (ΤΣΕΖΟΣ Μ., ΡΕΜΟΥΝΤΑΚΗ Ε., 2010).

Γενικά μόνο ένα μικρό ποσοστό (2%) του αζώτου στα εδάφη συναντάται σε ανόργανες μορφές, ωστόσο ορισμένα εδάφη περιέχουν σημαντικές ποσότητες σταθερού (μη μεταβαλλόμενου) αμμωνίου με ποσοστό που είναι σπάνια μεγαλύτερο του 8% στα επιφανειακά εδάφη, αλλά μπορεί να υπερβαίνει το 40% (J. M. BREMNER, 1965). Το ανόργανο άζωτο ευρίσκεται σε μορφή NO_3^- , NO_2^- και NH_4^+ ιόντων στο εδαφικό διάλυμα, τα τελευταία είναι μια ασταθής μορφή και αμέσως οξειδώνεται σε νιτρικά ιόντα (Κωσταντίνος Σινάνης, 2016). Μέρος των NH_4^+ υπάρχει ως ανταλλάξιμο στα κολλοειδή της αργίλου και μέρος τους υπάρχει δεσμευμένο στους διαστοιβαδικούς χώρους των ορυκτών της αργίλου του τύπου 2:1:1, π.χ ιλλίτης, βερμικουλίτης, μοντμοριλλονίτης (Κωσταντίνος Σινάνης, 2016).

1.2. Άζωτο στα φυτά

Το άζωτο αποτελεί στοιχείο που συμμετέχει στην πλειονότητα των φυτικών δομών. Το N απορροφάται σαν NO_3 (ή NH_4), ανάγεται και ενσωματώνεται σε διάφορα συστατικά του φυτού (Ιωάννης Ν. Θέριος, 2018). Για να επιτευχθεί η βελτιστοποίηση της χρήσης του αζώτου στο φυτό είναι απαραίτητη η κατανόηση των διαφορετικών μορφών που μπορεί να πάρει καθώς και η γνώση της αλληλεπίδρασης της κάθε μορφής αζώτου, τόσο με το φυτό όσο και με το αναπτυσσόμενο μέσον του, για παράδειγμα η αμμωνιακή μορφή μπορεί να προκαλέσει τοξικότητα ενώ το NO_3 αυξάνει τη δραστηριότητα του ενζύμου νιτρική αναγωγή (Ιωάννης Ν. Θέριος, 2018).

Όλα τα έμβια όντα στην Γη απαιτούν κάποια μορφή αζώτου για να εκτελούν τις βιολογικές τους διεργασίες. Το άζωτο είναι το στοιχείο που συμμετέχει σχεδόν σε κάθε φυτική δομή, από το N των φύλλων το 70% βρίσκεται στους

χλωροπλάστες (Ιωάννης Ν. Θέρσιος, 2018). Επιπλέον σαν στοιχείο διαδραματίζει βασικό ρόλο στην παραγωγή των αμινοξέων. Τα αμινοξέα με τη σειρά τους είναι τα δομικά στοιχεία των πρωτεϊνών και οι πρωτεΐνες αποτελούν μέρος κάθε κυττάρου που βρίσκεται στα φυτά και στα ζώα.

Το άζωτο επίσης αποτελεί βασικό παράγοντα της ανάπτυξης των νουκλεοτιδίων, πουρινών και πυριμιδών τα οποία με τη σειρά τους είναι δομικές μονάδες του DNA και RNA (φορείς γενετικών πληροφοριών), ενζύμων, συνενζύμων και της χλωροφύλλης (Ιωάννης Ν. Θέρσιος, 2018).

Ανάμεσα στα απαραίτητα στοιχεία για την κατάλληλη ανάπτυξη των φυτών, το άζωτο είναι το πιο σημαντικό και περιέχεται μέσα στο φυτό στις υψηλότερες συγκεντρώσεις (Ιωάννης Ν. Θέρσιος, 2018).

1.3. Μορφές που εμφανίζεται το άζωτο

Στην συνέχεια παρατίθενται οι μορφές αζώτου, καθώς και το πώς αυτές αλληλεπιδρούν τόσο μεταξύ τους όσο και με το φυτό άλλα και με το έδαφος ή οποιοδήποτε άλλο μέσο καλλιέργειας.

1.3.1. N_2 :

Συνήθως αναφέρεται ως ατμοσφαιρικό άζωτο, αποτελεί την πιο κοινή μορφή αζώτου στον πλανήτη, τα φυτά όμως δε μπορούν να το προσλάβουν. Αυτή η άφθονη πηγή αζώτου είναι πρακτικά ανεξάντλητη (David L. Heiserman, 1992). Χάρη της διαδικασίας της αζωτοδέσμευσης, ορισμένοι μικροοργανισμοί που ζουν στο έδαφος έχουν τη δυνατότητα να μετατρέπουν το ατμοσφαιρικό άζωτο σε αμμωνία με τη βοήθεια ειδικών ενζύμων. Η πλειονότητα των μικροοργανισμών που μπορούν και δεσμεύουν το άζωτο, ζουν ελεύθερα σε ολόκληρο το έδαφος, αλλά μερικοί από αυτούς είναι γνωστό ότι σχηματίζουν

ένα είδος συμβιωτικής σχέσης με τις ρίζες ορισμένων φυτών, τα πιο κοινά είναι τα ψυχανθή. Αζωτοδέσμευση μπορούν να πραγματοποιήσουν:

- Μικροοργανισμοί που ζουν συμβιωτικά στο ριζικό σύστημα ελόβιων και συγκεκριμένων μη ελόβιων φυτών (Schlesinger, W.H. 1997).
- Ελεύθεροι ή μη συμβιωτικοί μικροοργανισμοί που ζουν στο έδαφος. Ενδεικτικά είδη αζωτοδεσμευτικών οργανισμών είναι τα γένη των εξής βακτηρίων: Azotobacter, Azospirillum, Clostridium, Rhizobium, Vibrio, Thiobacillus, Bradyrhizobium κ.α. καθώς και τα κυανοβακτήρια Anabaena, Arhanizomenon, Nostoc, Tolypothrix (Γεώργιος Μιχαήλ, 2013).

Η δέσμευση του αζώτου πραγματοποιείται επίσης σε μικρές ποσότητες μέσω των αστραπών.

1.3.2. NH_4 :

Είναι η κύρια μορφή αζώτου που αφομοιώνουν τα φυτά και προκύπτει από την αποσύνθεση της οργανικής ουσίας. Το φυτό που λαμβάνει την αμμωνιακή μορφή του αζώτου τη μετατρέπει αυτομάτως σε πρωτεΐνες (Ιωάννης Ν. Θέριος, 2018). Λαμβάνει χώρα μια διαδικασία γνωστή ως ανοργανοποίηση. Αυτή η διεργασία περιλαμβάνει δύο αντιδράσεις, την αμινοποίηση (aminization) και την αμμωνιοποίηση (ammonification) η οποία λαμβάνει χώρα μέσω της δραστηριότητας των ετεροτροφικών μικροοργανισμών (Γεώργιος Μιχαήλ, 2013). Κατά τους θερινούς μήνες οι ρυθμοί της αυξάνονται σε εδάφη υγρά και ζεστά.

Το αμμώνιο υπάρχει στο έδαφος ως κατιόν, γεγονός που καθορίζει τον τρόπο με τον οποίο το αμμώνιο συμπεριφέρεται στο έδαφος, έτσι έλκονται από τα σωματίδια του εδάφους που έχουν αρνητικό φορτίο. Χάρη αυτήν την ελκτική δύναμη το έδαφος διατηρεί το αμμώνιο, επιτρέποντάς του να παραμείνει και να μην ξεπλυθεί κατά τη βροχή ή την άρδευση (Ιωάννης Ν. Θέριος, 2018).

Έρευνες έχουν δείξει πως η αμμωνιακή μορφή του αζώτου έχει ανεπιθύμητα αποτελέσματα όταν χρησιμοποιείται ως πρώτη πηγή αζώτου. Με την πάροδο του χρόνου, μπορεί να συμβούν συμπτώματα τοξικότητας αμμωνίου, ανωμαλίες στη φυσιολογική ωρίμανση των καρπών, αποσύνθεση των εσωτερικών αγγειακών ιστών, περιορισμός της πρόσληψης του νερού κ.α. (Ιωάννης Ν. Θέριος, 2018).

1.3.3. Νιτρικό άζωτο:

Κάποιες ποσότητες του NH_4 που απελευθερώνονται κατά τη διάρκεια της ανοργανοποίησης του οργανικού αζώτου μετατρέπονται σε NO_3 , αυτή η διεργασία ονομάζεται νιτροποίηση (Γεώργιος Μιχαήλ, 2013). Όπως το αμμωνιακό άζωτο, έτσι και το νιτρικό άζωτο είναι μια μορφή αζώτου που χρησιμοποιείται άμεσα από τα φυτά. Η νιτροποίηση είναι μια διαδικασία που πραγματοποιείται σε δύο στάδια, αρχικά η NH_4 μετατρέπεται σε NO_2^- σύμφωνα με την εξίσωση: $2NH_4 + 3O_2 \rightarrow 2NO_2^- + 2H_2O + 4H^+$ (παρουσία *Nitrosomonas*) και στην συνέχεια σε NO_3^- σύμφωνα με την εξίσωση: $NO_2^- + O_2 \rightarrow NO_3^-$ (παρουσία *Nitrobacter*) (Γεώργιος Μιχαήλ, 2013). Όπως η ανοργανοποίηση, η νιτροποίηση επίσης είναι μια βιολογική διαδικασία που λαμβάνει χώρα σε υψηλότερα ποσοστά όταν το έδαφος είναι ζεστό και υγρό.

Αυτή η μορφή αζώτου όταν συγκεντρώνεται στη ζώνη ριζοβολίας χρησιμοποιείται συχνότερα από τα φυτά και συμβάλλει στην άμεση παραγωγή νέων φύλλων και φυτικών στελεχών. Το νιτρικό άζωτο στα νέα φύλλα θα μετατραπεί σε αμινοξέα χάρις στη φωτοσύνθεση.

Ένα σημαντικό σημείο σχετικά με τα NO_3^- είναι ότι εκπλένονται, λόγω του αρνητικού τους φορτίου δεν μπορούν να δεσμευθούν από τα επίσης αρνητικά φορτισμένα σωματίδια του εδάφους. Είναι αυτό το αρνητικό φορτίο που

μπορεί να δημιουργήσει πιθανά προβλήματα με τα νιτρικά άλατα στο έδαφος (Ιωάννης Ν. Θέριος, 2018). Κατά το πότισμα ή τη βροχόπτωση, το νιτρικό άζωτο μπορεί εύκολα να ξεπλυθεί μέσω του εδάφους, με μεγάλη πιθανότητα να καταλήξει σε λίμνες, ποτάμια, ρέματα και υπόγεια ύδατα με ποικίλες περιβαλλοντικές συνέπειες. Από την άλλη πλευρά, το αρνητικά φορτισμένο νιτρικό άζωτο, είναι κατάλληλο στην περίπτωση των υδροπονικών καλλιεργειών. Αναμιγνύεται καλά με το νερό και ταξιδεύει εύκολα μέσα στο νερό και τείνει να ρέει ελεύθερα μέσα από ένα μέσο ρίζας ή υποστρώματος χωρίς τον κίνδυνο υπερβολικής συσσώρευσης (Ιωάννης Ν. Θέριος, 2018).

1.3.4. Οργανικό άζωτο:

Πρόκειται για το άζωτο που απαντάται στην οργανική ουσία. Μία από τις σημαντικότερες συνεισφορές της οργανικής ύλης του εδάφους στη γονιμότητα του εδάφους είναι ότι παρέχει σημαντική ποσότητα αζώτου για την ανάπτυξη των καλλιεργειών και ενεργεί ως φυσική αποθήκη για αυτό το σημαντικό θρεπτικό συστατικό των φυτών (J. M. BREMNER, 1965). Υπάρχει σε πολλαπλές μορφές συμπεριλαμβανομένων των ούρων, των κοπράνων και των αποσυντιθέμενων φυτικών και ζωικών πρωτεϊνών. Το οργανικό άζωτο είναι μέρος ενός πολύπλοκου μορίου οργανικού άνθρακα και δε μπορεί να προσληφθεί άμεσα από τις ρίζες των φυτών.

Το οργανικό άζωτο στο έδαφος εμφανίζεται με τη μορφή:

- Πρωτεϊνών. Οι πρωτεΐνες συνήθως συναντώνται σε συνδυασμό με οργανικά εδάφη, λιγνίνη και άλλα υλικά ανθεκτικά στην αποσύνθεση (Γεώργιος Μιχαήλ, 2013).
- Αμινοξέων. Στα περισσότερα επιφανειακά εδάφη το 20% έως 40% του συνολικού αζώτου έχει τη μορφή δεσμευμένων αμινοξέων (Kojima, 1947, Bremner, 1949, Stevenson, 1954, 1956, Sowden, 1956, Young και

Mortensen, 1958, Keeney and Bremner, 1964) και από αυτό το 5% έως 10% είναι σε μορφή συνδυασμένων εξαζαμινών (Bremner and Shaw, 1951, Stevenson, 1957, Sowden, 1959, Keeney και Bremner, 1964). Ανιχνεύονται επίσης πουρίνη και παράγωγα πυριμιδίνης σε ποσοστό κοντά στο 1% του συνολικού αζώτου σε επιφανειακά εδάφη (Adams et al., 1954, Anderson, 1958, 1961). Σε πολύ μικρές ποσότητες εντοπίζονται κι άλλες βιολογικές ενώσεις αζώτου όπως της χολίνης, της κρεατίνης και της αλλαντοΐνης δεν υπάρχουν όμως στοιχεία που να δείχνουν ότι αυτές οι ενώσεις μπορούν να θεωρηθούν σημαντική ποσότητα οργανικού αζώτου στα εδάφη (J. M. BREMNER, 1965).

- Αμινοσακχάρων. Τα πρώτα στοιχεία για την παρουσία αμινοσακχάρων στα εδάφη προέκυψαν όταν σε δοκιμές που έγιναν ανιχνεύτηκαν δύο αμινοσάκχαρα (εξωσαμίνες), η γλυκοζαμίνη και το γαλακτοζωικό οξύ με τη μέθοδο της χρωματογραφίας (Bremner, 1949, 1950). Σύμφωνα με εκτιμήσεις φαίνεται ότι το 5% έως 10% του αζώτου στα περισσότερα επιφανειακά εδάφη έχουν τη μορφή εξαζαμινών (Bremner and Shaw, 1954, Stevenson, 1957, Sowden, 1959, Singh και Singh, 1960, Τσενγκ και Kurtz, 1963, Keeney και Bremner, 1964). Οι οργανισμοί περιέχουν και άλλα αμινοσάκχαρα εκτός από τη γλυκοζαμίνη και το γαλακτοζωικό οξύ και μερικά από αυτά εμφανίζονται στα εδάφη (Stacey and Barker, 1960, 1962, Salton, 1960).
- Άλλων αναγνωρισμένων μορφών. Ακολούθως παρατίθενται κάποιες από αυτές:
 1. Τριμεθυλαμίνη (Shorey, 1913).
 2. Αιθανολαμίνη (Carles and Decau, 1960, Grov, 1963, Grov and Alvsaker, 1963, Hance and Anderson, 1963).
 3. Ισταμίνη (Carles and Decau, 1960).

4. Χολίνη (Aso, 1905, Shorey, 1913, Hance and Anderson, 1963).
5. Κρεατινίνη (Schreiner et al., 1911, Shorey, 1912).
6. Αλλαντοΐνη (Shorey, 1938).
7. Κυανουρικό οξύ (Walters and Wise, 1917, Wise and Walters, 1917, Ichikawa, 1936).
8. α -Picoline- γ -carboxylic acid (Shorey, 1907, Schreiner και Shorey, 1908, 1909).
9. Ουρία (Fosse, 1916).

Για το υπόλοιπο 50% που δεν περιλαμβάνεται σε αυτές τις ουσίες δεν υπάρχει μεγάλη γνώση για τη χημική του σύσταση (Γεώργιος Μιχαήλ, 2013).

1.3.5. Ολικό άζωτο και ολικό άζωτο κατά Kjeldahl

Ως ολικό άζωτο (TN) ορίζεται το άθροισμα νιτρικού-αζώτου (NO_3 -N), νιτρώδους-αζώτου (NO_2 -N), αμμωνίας-αζώτου (NH_3 -N) και οργανικά συνδεδεμένου αζώτου. Το ολικό άζωτο (TN) δεν πρέπει να συγχέεται με το TKN (Total Kjeldahl Nitrogen) που είναι το άθροισμα του αμμωνίου-αζώτου συν το οργανικά δεσμευμένο άζωτο αλλά δεν περιλαμβάνει νιτρικό-άζωτο ή νιτρώδες-άζωτο.

2. ΜΕΘΟΔΟΣ KJELDAH

2.1. Εισαγωγή

Στον τομέα της αναλυτικής χημείας έχουν γίνει αρκετές μελέτες ανά τα χρόνια για τον προσδιορισμό του αζώτου και έχουν παρουσιαστεί μέθοδοι για να επιτευχθεί αυτό. Μία από τις πλέον διαδεδομένες θεωρείται ή μέθοδος Kjeldahl, που παρουσιάστηκε για πρώτη φορά το 1883 από τον Δανό χημικό Johan Kjeldahl και αποτελεί μία από τις «παγκόσμιες σταθερές» όσον αφορά

τον προσδιορισμό του αζώτου και κατά επέκταση των πρωτεϊνών έως και τις μέρες μας (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός, Π.Ε. Μπαρούχας, 2017).

Ο Kjeldahl ανέπτυξε μια μέθοδο που περιλαμβάνει τη μετατροπή του οργανικού αζώτου σε αμμώνιο μετά από βρασμό με θειικό οξύ και απόσταξη με αλκάλι για απελευθέρωση αμμωνίας και ακολούθως τον τιτλομετρικό προσδιορισμό της (Mohammad Amin και Zarai Taraqiat, 2004). Η μέθοδος διακρίνεται για την ταχύτητα και την ακρίβειά της σε σύγκριση με οποιαδήποτε άλλη, απαιτεί σχετικά απλό εξοπλισμό και δίνει τη δυνατότητα να εφαρμοστεί από μη εξειδικευμένο προσωπικό (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός, Π. Ε. Μπαρούχας, 2017). Η διαδικασία με ορισμένες τροποποιήσεις έχει χρησιμοποιηθεί ευρέως στα τρόφιμα γεωργικά και βιομηχανικά, στην κλινική χημεία, στην ανάλυση του εδάφους,, στα λιπάσματα και στα λύματα (E.A. Sauer, A.B. Ersof, 2019). Οι διαδικασίες που χρησιμοποιούνται γενικά για τον προσδιορισμό του ολικού Ν κατά Kjeldahl περιλαμβάνουν δύο στάδια (Nelson και Sommers 1973):

- πέψη του δείγματος για τη μετατροπή οργανικών και ανόργανων μορφών του Ν σε αμμωνία.
- προσδιορισμός της αμμωνίας με τιτλοδότηση.

Το γεγονός ότι αποτυγχάνει να ανακτήσει μορφές αζώτου, όπως το άζωτο σε μερικές ετεροκυκλικές ενώσεις και ενώσεις που περιέχουν δεσμούς N-N και N-O εγείρει αμφιβολίες για την αξιοπιστία της (J. M. BREMNER, 1960). Αυτές οι μορφές αζώτου στο έδαφος δε μπορούν να θεωρηθούν αμελητέες γιατί η χημική φύση ενός σημαντικού κλάσματος αζώτου του εδάφους είναι ακόμη ασαφής (J. M. BREMNER, 1960). Όμως υπάρχουν εκδόσεις της μεθόδου Kjeldahl ικανές να προσδιορίσουν το άζωτο σε πυρίμαχες ενώσεις όπως το νικοτινικό οξύ, η πυριδίνη και η τρυπτοφάνη και τροποποιήσεις όπως προ επεξεργασία

με υδροϊωδικό οξύ και άλλα αντιδραστήρια για την ανάλυση δειγμάτων που περιέχουν δεσμούς N-N και N-O (J. M. BREMNER, 1960).

2.2. Johan Gustav Christoffer Thorsager Kjeldahl (1849-1900)

Ο Johan Gustav Christoffer Thorsager Kjeldahl (γεννήθηκε στις 16 Αυγούστου 1849 στο Jægerspris - απεβίωσε 18 Ιουλίου 1900 στο Tisvilde) ήταν Δανός χημικός που ασχολήθηκε κυρίως με το μεταβολισμό της ζάχαρης και των πρωτεϊνών στα φυτά και την ανάπτυξη και βελτίωση μεθόδων χημικής ανάλυσης (Hugh A. McKenzie, 1994). Από το 1876 μέχρι το θάνατό του, ηγήθηκε του τμήματος χημείας του εργαστηρίου Carlsberg στην Κοπεγχάγη και έγινε γνωστός για την ανάπτυξη μιας μεθόδου για τη μέτρηση της περιεκτικότητας σε άζωτο ή πρωτεΐνες οργανικών δειγμάτων (Louis Rosenfeld, 1999).

Ήταν γιος του γιατρού και αργότερα δικαστικού συμβούλου Jørgen Pedersen Kjeldahl (1805-1899) και της συζύγου του Johanne Georgine, née. Αποφοίτησε από το Κρατικό Γυμνάσιο του Ρόσκιλντ μέχρι το 1867, έπειτα άρχισε τις σπουδές του στο Πολυτεχνικό Σχολείο (Polyteknisk Lærestalt) στην Κοπεγχάγη, σήμερα γνωστό ως Τεχνικό Πανεπιστήμιο της Δανίας, από το οποίο αποφοίτησε το 1873 με την κρατική εξέταση ως υποψήφιος στην εφαρμοσμένη επιστήμη (John Daintith, Sarah Mitchell, Elizabeth Tootill, Derek Gjertsen, 1994). Για δύο χρόνια εργάστηκε ως βοηθός του Christen Thomsen Barfoed, στο χημικό εργαστήριο του Αγροτικού Κολλεγίου (Landbohøjskole) στο Frederiksberg που επικεντρώθηκε στη χημική ανάλυση και δημοσίευσε το δείγμα του Barfoed το 1873 για την διάκριση μεταξύ μονοσακχαριτών και δι-, ολίγο- ή πολυσακχαριτών (John Daintith, Sarah Mitchell, Elizabeth Tootill, Derek Gjertsen, 1994).

Τον Μάιο του 1875, ο Barfoed τον πρότεινε στον Jacob Christian Jacobsen, ιδρυτή του ζυθοποιείου Carlsberg, ο Johan Kjeldahl ανέλαβε την προεδρία του τμήματος χημείας στο εργαστήριο Carlsberg (εικόνα 1.2.2.), το οποίο ιδρύθηκε τον ίδιο χρόνο από τον Οκτώβριο του 1876 έως ότου πέθανε (John Daintith, Sarah Mitchell, Elizabeth Tootill, Derek Gjertsen, 1994). Αρχικά δούλεψε πάνω σε τεχνικές ως αναφορά εξετάσεις ελέγχου για την παραγωγή μπίρας, έπειτα όμως ασχολήθηκε με επιστημονικά θέματα (John Daintith, Sarah Mitchell, Elizabeth Tootill, Derek Gjertsen, 1994). Στην καριέρα του δημοσίευσε λίγα άρθρα, επειδή ήταν εξαιρετικά επικριτικός για τη δική του έρευνα και απαιτητικός με τον έλεγχο και την επικύρωση των αποτελεσμάτων του, κυρίως κατά τη μεταγενέστερη πορεία της καριέρας του. Κατά τα τελευταία χρόνια της ζωής του υπέφερε κατά καιρούς από κατάθλιψη, η οποία οδήγησε ως τη διακοπή της δουλειάς του λόγω των επαναλαμβανόμενων θεραπειών. Δεν παντρεύτηκε ποτέ και, σύμφωνα με τις ιστορικές παραδόσεις, θεωρήθηκε ντροπαλός και σεμνός, καθώς και φιλικός και εξυπηρετικός προς τους συναδέλφους του (John Daintith, Sarah Mitchell, Elizabeth Tootill, Derek Gjertsen, 1994). Ο Johan Kjeldahl πέθανε τον Ιούλιο του 1900 περίπου ένα μήνα πριν από τα 51α γενέθλιά του, ενώ έκανε μπάνιο στο Tisvilde, ένα σημείο διακοπών και αναψυχής στην ακτή Kattegat της Δανίας (Hugh A. McKenzie, 1994).



Εικόνα 1.2.2.Ο Johan Kjeldahl στο εργαστήριο Carlsberg.

https://c4.staticflickr.com/9/8354/28963868771_3ed0aebcd7_o.jpg

2.3. Ιστορική αναδρομή και εξέλιξη της μεθόδου Kjeldahl

Έχουν περάσει 138 χρόνια από τότε που ο Johan Kjeldahl έγραψε στην εισαγωγή της εργασίας του (εικόνα 1.2.3.) :«Ο προσδιορισμός του αζώτου καταλαμβάνει μια θέση ιδιαίτερης και μεγάλης σημασίας στην τελική ανάλυση των οργανικών υλικών ... Αν, ωστόσο, οι προσδιορισμοί αζώτου δεν γίνονται συχνότερα από ό,τι συμβαίνει τώρα, οι λόγοι δεν είναι πολύ εύκολο να αναζητηθούν. Αυτός ο προσδιορισμός είναι πάντα σχετικά κουραστικό έργο.", αναφερόμενος στις μεθόδους JB Dumas (1800 - 1884) και του F. Varrentrapp (1815 - 1877) και H. Will (1812 - 1890)(Hugh A. McKenzie, 1994).

History, Transcription and Translation from
Kemisk Forening Protokoll page 20 (for 1883):

*Onsdag den 7. Martz holdt Niels paa
Kjeldahls Laboratorium i
Kjeldahls Lektorat om
en Methode for Nitrogenbestemmelse
i organiske Stoffe*

[1] Onsdag den 7. Martz holdtes Møde paa hvilket Hr. Laboratorieforsstander J. Kjeldahl holdt Forelesing om en ny Methode for Nitrogenbestemmelse i organiske Stoffer.

[2] Wednesday the 7.th March was held a meeting in which P. Laboratory-head J. Kjeldahl gave a lecture about a new Method for Nitrogen-determination in organic compounds.

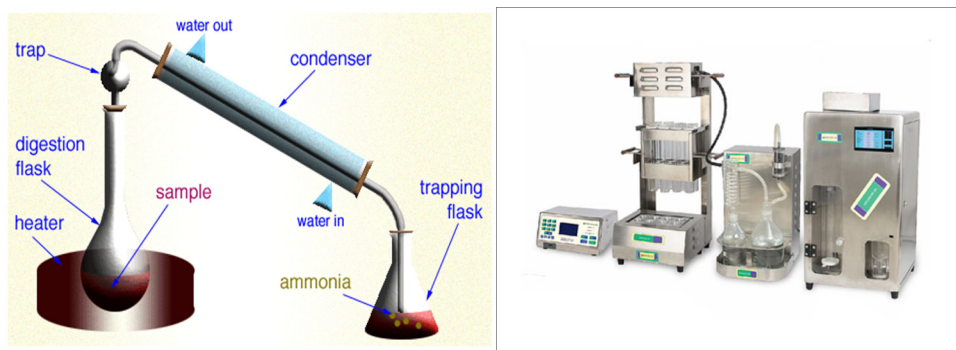
Εικόνα 1.2.3 Αντίγραφο των χειρόγραφων σημειώσεων (σελ. 20) στην συνάντηση του με την Kemisk Forening στις 7 Μαρτίου 1883(Danish Chemical Society) στην οποία ο Kjeldahl διάβασε την ιστορική του εργασία <https://pdf.sciencedirectassets.com/271490/1-s2.0-S0165993600X01872/1-s2.0-0165993694870284/main.pdf?>

Το πρώτο βήμα για τη βελτίωση της μεθόδου έγινε αρκετά σύντομα και ήταν η προσθήκη καταλύτη αυξάνοντας την ταχύτητα της διαδικασίας οξείδωσης(Hugh A. McKenzie, 1994). Αυτό επιτεύχθηκε μετά από δοκιμή αρκετών μεταλλικών καταλυτών όπου φάνηκε η υπεροχή του υδραργύρου που προστίθεται είτε ως οξείδιο του υδραργύρου ή ως μεταλλικός υδράργυρο (Wil-farth, 1885). Το δεύτερο βήμα ήταν η προσθήκη αλάτων, όπως θειικό κάλιο (O. Gunning 1889). Αυτές οι δυο προσεγγίσεις, μαζί με την προσθήκη βοηθητικών οξειδωτικών παραμένουν η βάση των περισσότερων προτάσεων για τροποποιήσεις της αρχικής διαδικασίας Kjeldahl (Hugh A. McKenzie, 1994).

Την δεκαετία του 1990 σημειώνεται μια κάποια πρόοδος με την κατασκευή και χρήση ημιαυτόματου εξοπλισμού Kjeldahl ο οποίος έχει τη δυνατότητα να καλύψει, όχι μόνο την πέψη, αλλά τόσο την απόσταξη της αμμωνίας μετά την απελευθέρωση της σε απορροφητικά μέσα, όσο και τον προσδιορισμό του αζώτου μέσω τιτλομετρίας ή φασματοφωτομετρίας μετά από αντίδραση με κατάλληλο χρωμογόνο (H.A. McKenzie, L.E. Smythe, 1988). Αρκετοί επιστήμονες έθεσαν ως απαραίτητο στοιχείο τον χρόνο πέψης του δείγματος. Σύμφωνα με τους Jonnard (1945) και Chibnall, Rees και Williams (1943) οι χρόνοι πέψης έως και 16 ώρες είναι απαραίτητοι για την πλήρη ανάκτηση του αζώτου σε

πρωτεΐνες και πυρίμαχα υλικά. Περαιτέρω εμβάθυνση ως αναφορά την πέψη γίνεται στο κεφάλαιο 3 της παρούσας εργασίας.

Στις μέρες μας η αρχική μέθοδος όπως παρουσιάστηκε από τον Kjeldahl βελτιώνεται συνεχώς. Η χρήση του υδραργύρου βρίσκεται σε παρακμή λόγω περιβαλλοντικών προβλημάτων, επιλέγονται το σελήνιο και ο χαλκός ως καταλύτες, αν και για ορισμένες εφαρμογές το τιτάνιο έχει βρει κάποια χρήση (Sáez-Plaza, Tadeusz Michałowski, Maria José Navas, Agustín García Asuero & Sławomir Wybraniec, 2013). Τα σημερινά πεπτικά συστήματα (εικόνα 2.2.3.) προσφέρουν ασφάλεια τόσο από προσωπική όσο και από περιβαλλοντική άποψη (Sáez-Plaza, Tadeusz Michałowski, María José Navas, Agustín García Asuero & Sławomir Wybraniec, 2013).



Εικόνα 2.2.3. Εξέλιξη της συσκευής που χρησιμοποιείται στην μέθοδο Kjeldahl

http://www.brooklyn.cuny.edu/bc/ahp/SDKC/Chem/SD_KjeldahlMethod.html (αριστερα) και <https://www.spectralabstruments.com/img/portfolio/nitrogen-analyzer.jpg> (δεξιά) .

3. ΠΕΨΗ

Το πρώτο στάδιο της μεθόδου Kjeldahl είναι η πέψη του δείγματος ή αλλιώς η ορυκτοποίηση του. Αυτή η διαδικασία έχει σκοπό τη διάσπαση του οργανικού υλικού και έπειτα τη μετατροπή σε ιόντα αμμωνίου σχεδόν όλων των μορφών αζώτου που υπάρχουν σε αυτό (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π.

Ε. Μπαρούχας, 2017). Αυτό επιτυγχάνεται με θέρμανση του δείγματος παρουσία πυκνού θειικού οξέος και κατάλληλου καταλύτη και σύμφωνα με την εξίσωση: **Οργανικό N** + $H_2SO_4 \rightarrow (NH_4)_2SO_2 + H_2O + CO_2 +$ **άλλα παραπροϊόντα της μήτρας του δείγματος** (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017).

Οι πρώτοι χωνευτές εμφανίστηκαν το 1970 και ήταν τύπου μπλοκ, κάτι που επέτρεψε τη μείωση της διάρκειας της διαδικασίας ορυκτοποίηση κατά σχεδόν δύο ώρες, μείωση της ενέργειας κατανάλωση κατά 95% και την κατανάλωση χημικών κατά 50% (αντί 25 cm^3 οξέος για κάθε γραμμάριο το δείγμα απαιτεί 12 cm^3 οξύ) (Persson J. A., Wennerholm M., O'Halloran S. Hand, 2008). Αρχικά είναι πιθανόν να παρατηρηθεί αφρισμός εξαιτίας της μεγάλης έντασης της αντίδρασης, έτσι πολλές φορές προστίθενται αντιαφριστικά, όπως μερικές σταγόνες υγρής παραφίνης και πέτρες βρασμού (J. M. BREMNER, 1960). Υπεύθυνο είναι το ρεύμα CO_2 που παράγεται και το οποίο όσο περνάει ο χρόνος εξασθενεί και γίνεται ηπιότερο (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017). Για να θεωρηθεί η πέψη πλήρης πρέπει το μείγμα να έχει καταστεί διαυγές, αν και υπάρχουν ορισμένες περιπτώσεις που μπορεί να χρωματιστεί από μεταλλικά ιόντα που τυχόν υπάρχουν στο αρχικό υλικό, κάτι που δε μπορεί να γίνει αποδεκτό εάν είναι θολό / νεφελώδες ή υπάρχουν μαύρα ανθρακούχα σωματίδια που αιωρούνται στο οξύ ή έχουν προσκολληθεί στα τοιχώματα της φιάλης της πέψης (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017).

Εκτός από τη μέθοδο πέψης κατά Kjeldahl που αναλύεται στην παρούσα εργασία υπάρχουν και άλλες από τις οποίες οι πιο δημοφιλείς σύμφωνα με τους Mohammad Amin και T. H. Flowers (2004) για αναλύσεις πολλαπλών στοιχείων είναι:

- Η μέθοδος ξηρής στάχτης (Ward και Johnston 1960) και (Varle, 1966).
- Το μικτό οξύ ($3HNO_3 - HClO_4 - H_2SO_4$) μέθοδος Jackson (Jackson, 1958).
- Η μέθοδος υπεροξειδίου του υδρογόνου (Lindner, 1944) και (Thomas et al. , 1967).
- Η μέθοδος H_2SO_4 -Se (O'Neill και Webb, 1970).
- Η μέθοδος $H_2SO_4, H_2, O_2, Li_2, SO_4$ και Se (Parkinson και Allen, 1975).

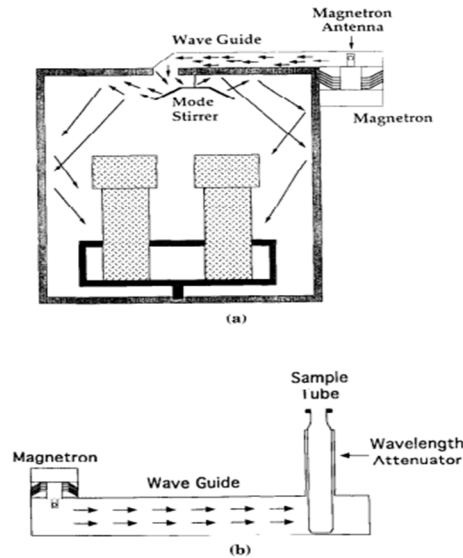
Σε πειράματα που έγιναν φάνηκε ότι το υπερχλωρικό οξύ ως οξειδωτικό μέσο σε θειικό οξύ υπερτερούσε μεταξύ της ξηρής στάχτης και των συμβατικών διαδικασιών πέψης κατά Kjeldahl για αναλύσεις πολλαπλών χρήσεων, όμως η ποσότητα αμμωνίου που ανακτήθηκε με την προτεινόμενη μέθοδο ήταν χαμηλότερη από ό, τι από την Kjeldahl (Van Lierop , 1976).

Η ταχύτητα της αντίδρασης και η ικανότητα διάσπασης καθορίζονται από μια σειρά συνθηκών στη διάρκεια της πέψης του οργανικού υλικού που η μία επηρεάζει την άλλη. Οι κυριότερες εξ αυτών είναι η ποσότητα του οξέος, η θερμότητα που παρέχεται στο μίγμα, η ποσότητα του ανόργανου άλατος που προστίθεται για την ανύψωση της θερμοκρασίας βρασμού του οξέος, ο ρυθμός επαναρροής του θειικού οξέος στο λαιμό της φιάλης της πέψης, η διάρκεια της πέψης και η προσθήκη καταλύτη (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017). Για να επιτευχθούν οι σωστές συνθήκες πέψης για μία δεδομένη ποσότητα δείγματος πρέπει να οριστεί μία ισορροπία μεταξύ αυτών των παραγόντων με ελεγχόμενο και επαναλαμβανόμενο τρόπο (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017).

3.1. Παράγοντες που επηρεάζουν την πέψη

3.1.1. Χρόνος πέψης

Η ανοργανοποίηση είναι ένα αρκετά μακρύ στάδιο στην ανάλυση του αζώτου τόσο με την κλασική μέθοδο Kjeldahl όσο και με τις παραλλαγές της και συνήθως απαιτεί αρκετές ώρες (E.A. Sauer, A.B Ersof, 2019). Η διάρκεια ανοργανοποίησης εξαρτάται από παράγοντες όπως ο τύπος του δείγματος, η ποσότητα οξέος (H_2SO_4), η ποσότητα άλατος (K_2SO_4) και η αναλογία τους, η θερμοκρασία της διαδικασίας αποσύνθεσης και οι καταλύτες που χρησιμοποιούνται (E.A. Sauer, A.B Ersof, 2019). Η συνιστάμενη περίοδος πέψης είναι οι 5 ώρες, χωρίς αυτό να μειώνει την αποτελεσματικότητα της μεθόδου όταν αυτή ξεπεραστεί (J. M. BREMNER, 1960). Όσο αναφορά τη θερμοκρασία όσο υψηλότερη είναι, τόσο λιγότερος χρόνος χρειάζεται για να αποσυντεθεί το δείγμα (E.A. Sauer, A.B. Ersof, 2019). Η θερμοκρασία ανοργανοποίησης θεικού οξέος είναι περιορισμένη κυρίως εξαιτίας του σημείου βρασμού του ($338\text{ }^\circ\text{C}$). Για να αυξηθεί το σημείο βρασμού και να διασφαλιστεί η πλήρης αποσύνθεση του δείγματος προστίθεται αλάτι, συνήθως θεικό κάλιο K_2SO_4 (E.A. Sauer, A.B. Ersof, 2019). Μια πολύ αποτελεσματική μέθοδος μείωσης του χρόνου αποσύνθεσης του δείγματος είναι η χρήση φούρνου μικροκυμάτων (εικόνα 1.3.1.1.), μια επιλογή συνάμα φιλική προς το περιβάλλον που μειώνει την ποσότητα αντιδραστηρίων, τη μόλυνση, ενώ είναι πλήρως αυτοματοποιημένη και προσφέρει μεγαλύτερη ασφάλεια ανάλυσης (H. Hilz et al., 2012). Ο συνδυασμός μικροκυμάτων και υπερήχων για τον προσδιορισμό ολικού αζώτου με τη μέθοδο Kjeldahl μείωσε το χρόνος αποσύνθεσης των δειγμάτων από 30 λεπτά με την κλασική μέθοδο Kjeldahl που τροποποιήθηκε από τον Hach (1985) έως και 7 λεπτά, όταν η κλασική τυπική μέθοδος πήρε πάνω από 3 ώρες (C. Domini et al. 2002) και (Chemat S., Lagha A., Ait Amar H., 2004).



Εικόνα 1.3.1.1. Σχηματική αναπαράσταση συσκευών μικροκυμάτων για εργαστηριακές εφαρμογές: (α) το σύστημα κοιλότητας μικροκυμάτων και (β) το εστιασμένης προσέγγισης μέσω κυματοδηγού

<https://pdf.sciencedirectassets.com/271490/1s-2.0-S0165993600X01872/1-s2.0-0165993694870284/main.pdf>

3.1.2. Θειικό Οξύ

Το θειικό οξύ διασπά τους δεσμούς του αζώτου στο δείγμα. Η ποσότητα του είναι άμεσα συνδεδεμένη με την ποσότητα και τη σύσταση του δείγματος καθώς και την παρεχόμενη προς το δείγμα θερμότητα (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017). Όπως έχει είδη προαναφερθεί το σημείο βρασμού του θειικού οξέος είναι 338°C, γεγονός που καθιστά τη διαδικασία της πέψης ιδιαίτερα αργή. Η θερμοκρασία πέψης αυξάνεται έως 371 °C όταν προστίθεται θειικό κάλιο στα 1 g /ml θειικό οξύ (Mohammad Amin και T. H. Flowers, 2004). Αρχικά προτάθηκε η χρήση ενός μέρους αλατιού σε δύο μέρη οξέος, δηλαδή 0,9 g αλάτι ανά 1,0 ml οξέος (Baker P. R. W., 1961). Πλέον το θειικό οξύ αναμιγνύεται με θειικό κάλιο με αναλογία 1,4:1 ή 2:1 (ml / g) με αποτέλεσμα η μεγαλύτερη ποσότητα του αλατιού να μπορεί να αυξήσει τη θερμοκρασία 420° C (V. Chromý et al. 2015). Συνήθως ένα

γραμμάριο στερεού δείγματος αναμιγνύεται με 10 - 12 ml θειικού οξέος και ~ 7 g K_2SO_4 (E.A. Sauer, A.B Ersof, 2019). Μπορεί να επιτευχθεί αύξηση του ρυθμού αποσύνθεσης των δειγμάτων με το συνδυασμό θειικού οξέος με άλλους οξειδωτικούς παράγοντες όπως υπερμαγγανικό κάλιο σε σκόνη, παρουσιάζει σημαντικές απώλειες αζώτου (Burns D.T., Stephen W.I., 1984). Σήμερα κατά κύριο λόγο οι οξειδωτικοί παράγοντες που χρησιμοποιούνται είναι υπερθειικό υπεροξείδιο του καλίου και του υδρογόνου (E.A. Sauer, A.B. Ersof, 2019).

3.1.3. Καταλύτες

Όπως έχει αναφερθεί και σε προηγούμενο κεφάλαιο η μελέτη για την εύρεση καταλυτών ξεκίνησε από πολύ νωρίς, μόλις δύο χρονιά από τη δημοσίευση της μεθόδου με σκοπό την αύξηση της ταχύτητας και της αποτελεσματικότητας της πέψης. Την αρχή έκανε ο Wilfarth ο οποίος κατέταξε τα οξείδια επτά μετάλλων κατά σειρά σχετικής αποδοτικότητας ως εξής: υδράργυρος, χαλκός, σίδηρος, κασσίτερος, μαγγάνιο, βισμούθιο και μόλυβδος, αποδεικνύοντας έτσι ότι ο καλύτερος καταλύτης είναι ο υδράργυρος και ακολούθως ο χαλκός (E.A. Sauer, A.B Ersof, 2019). Ο Άστον ανακάλυψε ότι μη πτητικές αμίνες μπορούν εύκολα να καταστραφούν με την προσθήκη θειικού νατρίου ή θειοθειικού νατρίου πριν από την απόσταξη (Ashton F.L., 1936).

Το 1935 οι Osborne και Wilkie μελέτησαν 39 στοιχεία σαν πιθανούς καταλύτες (E.A. Sauer, A.B. Ersof, 2019). Τα δέκα μεταλλικά οξείδια με τη μεγαλύτερη αποτελεσματικότητα ήταν: Hg > Se > Te > Ti > Mo > Fe > Cu > V > W > Ag, επιβεβαιώνοντας την υπεροχή του υδραργύρου για ακόμα μια φορά (Osborne R.A., Wilkie J.B., 1935). Την δεκαετία του 1990, με οδηγό τη σχεδόν ολοκληρωτική απόρριψη του εξαιτίας, του υψηλού κόστους, των προβλημάτων αφαίρεσης του, την εμφάνιση τοξικότητας κ.α., απαγορεύτηκε η χρήση

υδραργύρου και προτάθηκε η αντικατάσταση του με άλλους καταλύτες (Persson J. A., Wennerholm M., O'Halloran S., 2008).

Το 1931 προτάθηκε η χρήση σεληνίου (Lauro, M. F., 1931). Ως καταλυτής το σελήνιο είναι αμφιλεγόμενος, καθώς προκαλεί πολλές φορές ατελή ανάκτηση αζώτου (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017). Για την ορυκτοποίηση ουσιών ανθεκτικών στην αποσύνθεση, όπως πυριδίνη, κινολίνη, νικοτινικό οξύ χρησιμοποιούνται καταλύτες σεληνίου (σε στοιχειακή μορφή, υπό τη μορφή διοξειδίου του σεληνίου SeO_2 , οξυχλωριούχο σελήνιο $SeOCl_2$, σεληνιακό νάτριο Na_2SeO_4 , κλπ.) (Middleton G., Stuckey R.E., 1951). Σε σύγκριση καταλυτικής αποτελεσματικότητας ανάμεσα σε σελήνιο και θειικό χαλκό έδειξε ότι κάτω από ίδιες συνθήκες επιτεύχθηκε ανάλυση αζώτου με σελήνιο περίπου 90 λεπτά νωρίτερα από ό, τι με θειικό χαλκό (Ashton F.L., 1936).

Ο θειικός χαλκός θεωρείται η πλέον αποτελεσματική και φιλική προς το περιβάλλον ένωση μεταξύ των καταλυτών χαλκού (Kane P.F., 1986). Σήμερα χρησιμοποιείται σε περισσότερες από 90% των περιπτώσεων στο στάδιο της πέψης παγκοσμίως (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017). Αν και έχουν δοκιμαστεί μίγματα διαφόρων καταλυτών κατά την πέψη δεν έχει αναφερθεί κάποιο σημαντικό πλεονέκτημα έναντι της χρήσης του χαλκού με μοναδική εξαίρεση μίγμα 1 / 1 χαλκού και οξειδίου του τιτανίου (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017).

3.2. Τροποποιήσεις της μεθόδου πέψης κατά Kjeldahl

Τρεις είναι οι κυριότερες τροποποιήσεις της μεθόδου πέψης κατά Kjeldahl:

- Η τροποποίηση σιδήρου με μειωμένο υπερμαγγανικό άλας στην οποία το υπερμαγγανικό κάλιο χρησιμοποιείται για την οξείδωση του νιτρώδους

σε νιτρικό άζωτο το οποίο στη συνέχεια ανάγεται σε αμμώνιο με μειωμένο σίδηρο (Olsen, 1929).

- Η αλκαλική τροποποίηση μείωσης που το κράμα και τα αλκάλια της Devarda χρησιμοποιούνται για τη μείωση των νιτρικών και νιτρωδών σε αμμωνία που στη συνέχεια συλλέγεται σε θειικό οξύ και προστίθεται στο σύνολο (Davisson and Parsons, 1919).
- Η τροποποίηση του σαλικυλικού οξέος, όπου το δείγμα προθερμαίνεται με σαλικυλικό οξύ και θειοθειικό νάτριο (Core, 1916).

Η δημοφιλέστερη τροποποίηση που χρησιμοποιείται είναι αυτή του σαλικυλικού οξέος κατά την οποία το δείγμα περνά κατεργασία με σαλικυλικό οξύ διαλυμένο σε πυκνό θειικό οξύ, οι ενώσεις αζώτου που σχηματίζονται από την αντίδραση σαλικυλικού οξέος με νιτρικό άλας σε όξινο μέσο ανάγεται στις αντίστοιχες ενώσεις αμμωνίου κατά τη θέρμανση του μείγματος με θειοθειικό νάτριο ή σκόνη Zn πριν από την πέψη (Mohammad Amin και T. H. Flowers, 2004). Το κύριο προϊόν είναι το 5-νιτροσαλικυλικό οξύ και σε μικρότερες ποσότητες το 3-νιτροσαλικυλικό οξύ (Stalcup και William, 1955). Αν και αυτή η μέθοδος έχει χρησιμοποιηθεί εκτενώς για ανάλυση ολικού N εδαφών που περιέχουν νιτρικά υπήρξαν σοβαρές αμφιβολίες σχετικά με την ποσοτική ανάκτηση νιτρικών αλάτων και τη δυνατότητα εφαρμογής του σε άγνωστα εδάφη (Bremner, 1965). Η μέθοδος του σαλικυλικού οξέος δε μπορεί να εφαρμοστεί με επιτυχία σε αποξηραμένα δείγματα εδάφους (Piper, 1947). Ωστόσο μπορεί να επιτευχθεί καλή ανάκτηση νιτρικών και νιτρωδών με τη συγκεκριμένη μέθοδο σε εδάφη που περιέχουν 0,6 ml νερό ανά γραμμάριο εδάφους (Bremner και Mulvaney, 1982). Στον πίνακα 1.3.2. παρουσιάζονται οι τιμές ολικού αζώτου σε εδάφη με την κλασική μέθοδο πέψης κατά Kjeldahl και με την τροποποίηση του σαλικυλικού οξέος.

Catalyst Mixture		Total Nitrogen Content (mg g ⁻¹)	
Salt/ Catalyst	weight (g)	Standard Method	Salicylic Modification
Na ₂ SO ₄ /CuSO ₄	1.0	7.07 a ¹	7.05 abc
Na ₂ SO ₄ /CuSO ₄	2.5	7.24 c	6.95 ab
K ₂ SO ₄ /CuSO ₄ /Se	2.5	7.15 bc	6.85 a

Πίνακας 1.3.2. Σύγκριση τιμών ολικού αζώτου σε εδάφη με την κλασική μέθοδο πέψης και την τροποποίηση του σαλικυλικού οξέος για διαφορετικά μείγματα καταλυτών. Οι τιμές με το ίδιο γράμμα δεν εμφανίζουν σημαντική διαφορά σε επίπεδο 5% κατά Fisher LSD Test.

[file:///C:/Users/hp/OneDrive/Υπολογιστής/πτυχιακη/evaluation%20of%20kjendahl/2004%20Evaluation of Kjeldahl digestion method.pdf](file:///C:/Users/hp/OneDrive/Υπολογιστής/πτυχιακη/evaluation%20of%20kjendahl/2004%20Evaluation%20of%20Kjeldahl%20digestion%20method.pdf)

4. Απόσταξη και τιτλοδότηση

Τα επόμενα στάδια κατά σειρά είναι η απόσταξη και η τιτλοδότηση.

4.1. Απόσταξη

Το μείγμα του οξέος που έχει υποστεί πέψη αραιώνεται με νερό και καθίσταται ισχυρά αλκαλικό με την προσθήκη NaOH σε ποσοστό συνήθως 30% - 40% με σκοπό να απελευθερωθεί η αμμωνία σύμφωνα με την αντίδραση $(NH_4)_2SO_4 + 2 NaOH \rightarrow 2 NH_3 \uparrow + Na_2SO_4 + 2 H_2O$ (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017). Η θερμότητα αντίδρασης μεταξύ θειικού οξέος και υδροξειδίου το νάτριο αυξάνεται σε τέτοιο σημείο που δύναται να προκαλέσει απώλεια αμμωνίας (Ε.Α. Sauer, Α.Β Ersof, 2019). Η θερμοκρασία σχετίζεται με την ταχύτητα απόσταξης αλλά και με χαμηλή θέρμανση το μεγαλύτερο μέρος της αμμωνίας αποστάζεται στα πρώτα 5 - 10 λεπτά (Bradstreet R. B., 1965). Η αναλογία πυκνού θειικού και υδροξειδίου του νατρίου κατά την απόσταξη είναι 20 ml NaOH για κάθε 5 ml πυκνού θειικού οξέος που χρησιμοποιήθηκαν στη διάρκεια της πέψης και έχει ως στόχο η τιμή pH του μείγματος να είναι μεγαλύτερη του 11 (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017).

Στην συνέχεια ακολουθεί απόσταξη του μίγματος και το απόσταγμα συλλέγεται σε φιάλη που περιέχει όξινο διάλυμα (διάλυμα υποδοχής) το οποίο παγιδεύει την αμμωνία, στην κλασική έκδοση της μεθόδου Kjeldahl η απόσταξη γίνεται σε ισχυρό οξύ, όμως τα τελευταία χρόνια, η αμμωνία συλλέγεται με διάλυμα ασθενούς βορικού οξέος 4% το οποίο δεν απαιτεί ακριβή προετοιμασία (Beljkaš B., Matic J., Milovanović I., Jovanov P., Mišan A., Šarić L., 2010). Με αύξηση της συγκέντρωσης βορικού οξέος παρόλο που αυξάνεται η οξύτητα με συνακόλουθη αύξηση της ρυθμιστικής του ικανότητας απαιτείται μεγαλύτερη ποσότητα υδροχλωρικού οξέος για να μειωθεί το PH έως το τελικό σημείο (YUEN POLLARD, 1953). Η υψηλή τιμή των τυφλών δοκιμών (blank tests) επιβεβαίωσε την ψηλή ρυθμιστική ικανότητα του βορικού οξέος που χρησιμοποιείται και εδραιώνεται η πρόταση ότι η προτιμότερη λύση για την απόσταξη είναι το αραιό βορικό οξύ (YUEN POLLARD, 1953). Στην περίπτωση χρήσης του θειικού οξέος ως διάλυμα υποδοχής, η αντίδραση δέσμευσης της αμμωνίας έχει την ακόλουθη μορφή: $2NH_3 + 2H_2SO_4 \rightarrow (NH_4)_2SO_4 + H_2SO_4$ (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017).

Κατά την απόσταξη ισχύουν οι ακόλουθες συνθήκες (Ν. Καλογερόπουλος, 2019):

- συνθήκη βρασμού: για να βράσει ένα υγρό πρέπει η τάση ατμών του να γίνει ίση με την εξωτερική.
- νόμος μερικών πιέσεων του Dalton: η ολική πίεση (P) ενός αέριου μίγματος, σε ορισμένη θερμοκρασία, είναι ίση με το άθροισμα των μερικών πιέσεων των συστατικών του: $P = p_A + p_B + \dots p_n$.
- Στην απόσταξη με υδρατμούς διαβιβάζεται υδρατμός στο προς απόσταξη μίγμα, ο ατμός το θερμαίνει και αρχίζει απόσταξη σε θερμοκρασία χαμηλότερη από τα σημεία ζέσεως των συστατικών του. Έτσι, η αμμωνία

θα αποσταχθεί όταν γίνει $pNH_3 + pH_2O = 1\text{atm}$, άρα $pNH_3 = 1\text{atm} - pH_2O$, δηλαδή η αμμωνία αποστάζεται υπό ελαττωμένη πίεση σε θερμοκρασία χαμηλότερη από το σημείο ζέσης της.

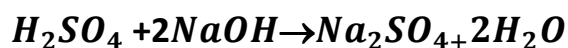
Σύμφωνα με τους Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνη, Β. Δ. Κουλό και Π. Ε. Μπαρούχα (2017) ένας ρυθμός απόσταξης 7,5 ml/min αναφέρεται πιο συχνά στις περισσότερες αποδεκτές μεθόδους και επηρεάζεται από:

- ικανότητα ψύξη
- θερμοκρασία του νερού (ψύξης)
- και κυρίως θερμότητα που παρέχεται στο μείγμα. Το διάλυμα αυτό θα πρέπει να παραμένει σε θερμοκρασίες κάτω των 45 °C ώστε να μην υπάρξουν απώλειες αμμωνίας κατά την απόσταξη.

Για να θεωρηθεί ποιοτική η διαδικασία απόσταξης ο βαθμός απόσταξης πρέπει να είναι περισσότερο από 99,5% (E.A. Sauer, A.B Ersof, 2019).

4.2. Τιτλοδότηση

Μετά την απομάκρυνση της αμμωνίας σε ισχυρό οξύ η περίσσεια του τελευταίου μπορεί να οριστεί με τη μέθοδο της ιωδομετρικής τιτλοδότησης χρησιμοποιώντας άμυλο ως δείκτη, αλλά η μέθοδος αυτή χρησιμοποιείται σπάνια επειδή χρήζει ανάγκης προ-βρασμού (Burns D.T., Stephen W.I., 1984). Κατά κανόνα, εάν ο δέκτης περιέχει ισχυρό οξύ (HCl ή H_2SO_4), η περίσσεια του ογκομετρείται από ισχυρή βάση (διάλυμα NaOH), στην περίπτωση αυτή η τιτλοδότηση που γίνεται σύμφωνα με τον τύπο:



καλείται έμμεση και η αλλαγή του χρώματος που παρατηρείται μετά την προσθήκη του εν λόγω αντιδραστηρίου αποτελεί το τελικό σημείο της ογκομέτρησης (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας,

2017). Για την αποφυγή απωλειών αμμωνίας, η τιτλοδότηση πραγματοποιείται αμέσως μετά την ολοκλήρωση της απόσταξης και σε θερμοκρασία αποστάγματος που δεν υπερβαίνει τους 25 °C (Martin J., Fernández Sarria L., Asuero A.G. 2017). Εάν μέσα ο δέκτης περιέχει ένα ασθενές οξύ όπως H_3BO_3 η τιτλοδότηση πραγματοποιείται με ισχυρό οξύ για παράδειγμα θειικό ή υδροχλωρικό (E.A. Sauer, A.B Ersof, 2019). Σε αυτή την περίπτωση, σχηματίζεται σύμπλοκο αμμωνίας-βορικού οξέος: $NH_3+H_3BO_3 \rightarrow NH_4^+ : H_2BO_3^-$ και η τιτλοδότηση γίνεται σύμφωνα με την εξίσωση: $2NH_4^+ : H_2BO_3^- + H_2SO_4 \rightarrow (NH_4)_2SO_4 + 2H_3BO_3$ και ονομάζεται άμεση (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017).

Η τιτλοδότηση του τετραβορικού αμμωνίου κατά την απόσταξη της αμμωνίας σε ασθενές βορικό οξύ βασίστηκε στο γεγονός ότι η προκύπτουσα $(NH_4)_2B_4O_7$ κατά τη διάρκεια της υδρόλυσης δίνει αλκαλική αντίδραση (Winkler, 1913). Οι χαμηλές συγκεντρώσεις βορικού οξέος αυξάνουν την ευαισθητοποίηση της τιτλοδότησης, ενώ αντίθετα με υψηλότερες συγκεντρώσεις του βορικού οξέος υπάρχει μια ασυνήθιστα μεγάλη μεταβατική περίοδος έως το τελικό σημείο (YUEN POLLARD, 1953). Κατά την απόσταξη αμμωνίας σε διάλυμα βορικού οξέος προτιμώνται κυρίως μικτοί δείκτες, οι οποίοι, κατά κανόνα, παρουσιάζουν απότομη αλλαγή χρώματος σε στενό εύρος pH (Bradstreet R. B., 1965). Συνιστώνται διάφοροι μεικτοί δείκτες όπως μπλε τετραβρωμοφαινόλης-ερυθρό του μεθυλίου, κυανό του μεθυλενίου-methyl red¹² * L3 και πράσινο βρωμοκρεσόλης-ερυθρό του μεθυλίου και υπερτερούν από τους δείκτες που χρησιμοποιούνται, όπως το κόκκινο του Κογκό και το κόκκινο μεθύλιο, που έχουν αόριστο τελικό σημείο πράγμα που δυσκολεύει την διαδικασία (YUEN POLLARD, 1953). Σήμερα την μερίδα του λέοντος καταλαμβάνει το μείγμα πράσινου βρωμοκρεσόλης με κόκκινο μεθύλιο, που πρότειναν οι Ma T.S. και

Zuazaga G (1942), λόγω της αντίθεσης και του σαφώς ορατού τελικού σημείου τιτλοδότησης (Chromý V., Vinklářková B., Šprongl L., Bittová M., 2015).

Εκτός από την κλασική μέθοδο τιτλοδότησης η αμμωνία που απελευθερώνεται προσδιορίζεται με χρήση οργανικών μεθόδων που προσφέρουν δυνατότητα αυτοματισμού, ταχύτητας, ακρίβειας και ανάλυσης μεγάλου αριθμού δειγμάτων (E.A. Sauer, A.B Ersof, 2019). Αυτές οι μέθοδοι είναι οι ακόλουθες:

1. Φασματοφωτομετρία: Πραγματοποιείται χρησιμοποιώντας το αντιδραστήριο Nessler, ινδοφαινόλη, αντιδραστήριο ακετυλοακετόνης, νινυδρίνη και ο-φθαλαλδεΐδη (E.A. Sauer, A.B Ersof, 2019).
 - Το αντιδραστήριο Nessler προτάθηκε το 1856 και είναι ένα αλκαλικό διάλυμα διένυδρου τετραϊωδουδραρικού καλίου το οποίο με μια μικρή ποσότητα αμμωνίας δίνει ένα κολλοειδές κίτρινο μείγμα του οποίου η ένταση χρώματος είναι ανάλογη του περιεχόμενου αμμωνίας στο διάλυμα (E.A. Sauer, A.B Ersof, 2019).
 - Ο ορισμός με βάση την ινδοφαινόλη συνίσταται σε οξείδωση των ενώσεων φαινόλη και αμμωνία (Bolleter W.T., Bushman C.J., Tidwell P.W., 1961). Ως οξειδωτικά χρησιμοποιούνται υποχλωριώδες νάτριο (NaOCl), χλώριο ή νερό βρωμίου, υπεροξείδιο του υδρογόνου με τα οποία η αμμωνία αντιδρά και σχηματίζονται ιόντα υποχλωριώδους (OCl^-) μονοχλωραμίνης η οποία, αντιδρά με δύο μόρια φαινόλης για να σχηματίσουν ινδοφαινόλη που χρωματίζει έντονα το διάλυμα με μπλε χρώμα από την οπτική πυκνότητα της οποίας προσδιορίζεται περιεκτικότητα σε αμμωνία (Marczenko Z., Balcerzak M., 2000). Το κυριότερο μειονεκτήματα αυτής της μεθόδου είναι η χρήση της

φαινόλη ως αντιδραστήριο, γιατί η ουσία αυτή είναι καρκινογόνος (E.A. Sauer, A.B Ersof, 2019).

- Η αμμωνία μπορεί να μετρηθεί και με τη χρήση αντιδραστηρίου ακετυλοακετόνης, αντίδραση Hantz κατά την οποία η αμμωνία αντιδρά παρουσία αντιδραστηρίου λακετόνης - φορμαλδεΐδης οξικού νατρίου για να δώσει ένα κίτρινο προϊόν (3,5-διακετυλο-1,4 διυδρολουτιδίνη) (E.A. Sauer, A.B Ersof, 2019). Η μέθοδος είναι απλή, γρήγορη, ακριβής, δεν απαιτεί αλκαλοποίηση του ορυκτού, τα αντιδραστήρια που χρησιμοποιούνται είναι σταθερά, φθηνά και είναι διαθέσιμα (Devani M.B., Shishoo C.J., Shah S.A., Suhagia B.N., 1989).
- Η νινυδρίνη, ένυδρη τρικετοϋδρίδη, και βάσει τη διεθνή ονοματολογία η 2,2-διυδροξυ-αμινοδιόνη-1,3 αντιδρά με αμίνες, αμινοξέα, πεπτίδια, πρωτεΐνες και αμμωνία (Friedman M., 2004). Παρουσία νινυδρίνης τα περισσότερα ελεύθερα αμινοξέα οξειδώνονται και μετατρέπονται σε υδροδανθίνη και στη συνέχεια η αμμωνία και η υδροδανθίνη αντιδρούν με το αντιδραστήριο diketohydrindine lidene-diketohydrindamine (DIDA, βιολετί Ρούμαν) (Quinn J.R., Boisvert J.G., Wood I., 1974).
- το αντιδραστήριο που τείνει στις μέρες μας να κυριαρχήσει για τον προσδιορισμό ιόντων αμμωνίου και αμινοξέων είναι η ο-φθαλαλδεΐδη (ο-φθαλική αλδεΐδη) παρουσία 2-μερκαπτοαιθανόλης (Danielson N.D., Conroy C. M., 1982) και (Kitamaki Y., Jin J.-Y., Takeuchi T., 2003). Το προϊόν της αντίδρασης φθορίζει (470 nm) κάτω από την επίδραση της ακτινοβολίας με μήκος κύματος 410 nm. (E.A. Sauer, A.B Ersof, 2019).

2. Ποτενσιομετρία με εκλεκτικά ηλεκτρόδια ιόντων (ISE): Για τον προσδιορισμό των ιόντων αμμωνίου χρησιμοποιείται η ISE σε συνδυασμό με ευαίσθητο αέριο ή μια μεμβράνη μήτρας (E.A. Sauer, A.B Ersof, 2019). Στα ηλεκτρόδια, ανιχνεύεται ισχυρή αμμωνία, η οποία διαχέεται στη διαπερατή από αέριο μεμβράνη και αντιδρά με εσωτερική λύση προκαλώντας μια αλλαγή στο pH του, το οποίο μετράται από το γυάλινο ηλεκτρόδιο (Ross J.W., Riseman J.H., Krueger J. A., 1973) και (Meyerhoff M.E., Fraticelli Y.M., 1982).
3. Ανάλυση με έγχυση σε συνεχή ροή (FIA): Η ανάλυση με έγχυση του δείγματος σε συνεχή ροή (flow injection analysis, FIA) βασίζεται στην έγχυση ενός υγρού δείγματος μέσα σε ένα κινούμενο ρεύμα υγρού μεταφορέα (carrier) (Δ.Γ. Θεμελή, 1998). Προτάθηκε το 1974 από τους Ruzicka και Hansen. Η ζώνη του δείγματος μεταφέρεται από το ρεύμα του μεταφορέα σε έναν ανιχνευτή που καταγράφει τη μεταβολή κάποιας φυσικής ή χημικής παραμέτρου στα αντιδραστήρια αντίδρασης (Δ.Γ. Θεμελή, 1998).
4. Χρωματογραφία ιόντων(IC): Για τον προσδιορισμό του ιόντος αμμωνίου μετά την αποσύνθεση κατά Kjeldahl είναι η συχνότερα χρησιμοποιούμενη μέθοδος επειδή επιτρέπει την ραγδαία αύξηση της ταχύτητας της ανάλυσης σε σύγκριση με την παραδοσιακή μέθοδο (E.A. Sauer, A.B Ersof, 2019).

5. Σύγκριση μεθόδου Kjeldahl με την μέθοδο της Dumas

Η Dumas είναι μια παλαιότερη μέθοδος προσδιορισμού του αζώτου που αναπτύχθηκε το 1831, η οποία είναι ταχύτερη και ασφαλέστερη της μεθόδου Kjeldahl (E. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017). Την μέθοδο ανακάλυψε ο Γάλλος χημικός Jean Baptiste Andre Dumas.

Ο προσδιορισμός του αζώτου με τη μέθοδο Dumas γίνεται με βάση την ποσοτική πέψη της καύσης του δείγματος σε θάλαμο υψηλής θερμοκρασίας περίπου στους 900°C σε περίσσεια οξυγόνου (A. Mihaljević, Sandra M. Jakšić, Nadežda B. Prica, Željko N. Čurić, Milica M. Mivković-Baloš, 2015). Το δείγμα καίγεται και τα οργανικά στοιχεία οξειδώνονται, τα αέρια καύσης (O_2 , CO_2 , H_2O , N_2 και οξείδια του αζώτου NO_x) διέρχονται από ειδικές στήλες που απορροφούν το οξείδιο του άνθρακα και το νερό (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017). Το δεσμευμένο άζωτο μετατρέπεται σε μοριακό άζωτο και νιτρικά οξείδια (Thierry Saint-Denis, Jacques Goury, 2004). Τα αέρια ανάλυσης μεταφέρονται με CO_2 ως φέρον αέριο μέσω καταλυτικής ζώνης μετά την καύση σε μια ζώνη μείωσης, σε αυτό το σημείο, η μετατροπή των οξειδίων του αζώτου σε άζωτο λαμβάνει χώρα σε ζεστό βολφράμιο και η περίσσεια οξυγόνου είναι δεσμευμένη (A. Mihaljević, Sandra M. Jakšić, Nadežda B. Prica, Željko N. Čurić, Milica M. Mivković-Baloš, 2015). Αφού ακολουθήσουν δύο φάσεις ξήρανσης, το μείγμα αερίου ρέει σε ανιχνευτή θερμικής αγωγιμότητας μέσω ελεγκτή ηλεκτρονικής ροής και ένας συνδεδεμένος υπολογιστής υπολογίζει τη συγκέντρωση του αζώτου στο δείγμα από το σήμα TCD του N_2 στο CO_2 και από το βάρος του δείγματος (AOAC Official Method, 2012).

Η κλασική μέθοδος Dumas θεωρείται μια μάλλον περίπλοκη διαδικασία και έτσι σπάνια χρησιμοποιήθηκε για τον προσδιορισμό του ολικού αζώτου στα εδάφη (J. M. BREMNER, 1960). Σήμερα χάρις τα τεχνολογικά βήματα που έχουν πραγματοποιηθεί, η μέθοδος Dumas αρχίζει να αναπτύσσεται περισσότερο (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017). Σε πείραμα που έγινε αναλύθηκαν 26 οργανικά εδάφη με τις μεθόδους Dumas και Kjeldahl και διαπιστώθηκε ότι με κάθε δείγμα που δοκιμάστηκε η Dumas έδωσε σημαντικά υψηλότερη τιμή αζώτου (Dyck, McKibbin, 1935). Αυτό συμβαίνει

γιατί η Dumas μπορεί να προσδιορίσει ετεροκυκλικές ενώσεις και ενώσεις αζώτου όπως νιτρώδη και νιτρικά ενώ αντίθετα στη μέθοδο Kjeldahl μετατρέπονται μόνο μερικώς ή καθόλου σε ιόντα αμμωνίου (Ε. Χ. Ναζίρη, Α. Θ. Ζαμάνης, Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 2017). Σε συγκριτική εργασία των Bremner and Shaw (1958) προέκυψαν τα ίδια αποτελέσματα, αλλά διαπίστωσαν ότι οι μέθοδοι Dumas και Kjeldahl έδωσαν πρακτικά πανομοιότυπα αποτελέσματα με ορυκτά εδάφη. Η διαδικασία είναι ικανοποιητική για εδάφη που περιέχουν μέχρι 0,3% άζωτο, αλλά δίνει λανθασμένα υψηλές τιμές κάτι που οφείλεται στον σχηματισμό μεθανίου κατά τη διάρκεια της καύσης Dumas.

Συμπερασματικά μπορούμε να πούμε ότι η μέθοδος Dumas για το ποσοτικό προσδιορισμός του οργανικού αζώτου εμφανίζει σχεδόν την ίδια ακρίβεια με τη μέθοδο Kjeldahl, αλλά είναι σημαντικά γρηγορότερα (κάτω από 4 λεπτά ανά μέτρηση, σε σύγκριση με αρκετές ώρες για το Kjeldahl), δε χρειάζεται τοξικές χημικές ουσίες ή καταλύτες, πολλά δείγματα μπορούν να μετρηθούν αυτόματα και είναι εύκολο στη χρήση (A. Mihaljević, Sandra M. Jakšić, Nadežda B. Prica, Željko N. Čurić, Milica M. Mivković-Baloš, 2015). Το βασικό μειονέκτημα της μεθόδου Dumas είναι το υψηλό αρχικό κόστος και ότι το μικρό μέγεθος δείγματος του κάνουν δύσκολο να ληφθεί ένα αντιπροσωπευτικό δείγμα.

6. ΣΥΣΚΕΥΗ ΠΕΨΗΣ ΤΗΣ VELP SCIENTIFICA

Οι πληροφορίες που αναγράφονται στο παρόν κεφάλαιο προέρχονται από το εγχειρίδιο της συσκευής πέψης της Velp Scientifica.

6.1. Εισαγωγή

Οι Velp Scientifica θερμοαντιδραστήρες είναι σχεδιασμένοι για υγρή πέψη υγρών ή στερεών δειγμάτων. Η συνήθης ποσότητα δείγματος είναι μέχρι και 15

ml ή 5 gr. Τα μοντέλα DK6 και DK20 μπορούν να συγκρατήσουν μέχρι και 6 και 20 σωλήνες \varnothing 42 mm αντίστοιχα. Το DK6/48 μοντέλο μπορεί να συγκρατήσει μέχρι και 6 δοκιμαστικούς σωλήνες \varnothing 48 mm, ενώ τα μοντέλα DK20/26 και DK42/26 μπορούν να συγκρατήσουν 20 και 42 δοκιμαστικούς σωλήνες \varnothing 26 mm αντίστοιχα. Τα DK8S και DK20S είναι συμπαγή μοντέλα και συγκρατούν μέχρι και 8 και 20 δοκιμαστικούς σωλήνες \varnothing 42 mm.

Η διάρκεια πέψης σχετίζεται με την φύση του δείγματος και τη μέθοδο που χρησιμοποιείται. Το εύρος θερμοκρασιών κυμαίνεται από την θερμοκρασία δωματίου έως 450°C. Με τις συνθήκες εργασίας της συσκευής χώνεψης Velp Scientifica να είναι τελείως αναπαραγωγίσιμες και ασφαλείς καθώς μειώνεται η κατανάλωση αντιδραστηρίων και εξοικονομείται χώρος.

6.2. Περιγραφή οργάνου

Είναι κατασκευασμένη από ανοξείδωτο ατσάλι και προστατεύεται από ρητίνες και μπογιές μελετημένες και ελεγμένες να παρέχουν ισχυρή προστασία σε χημικές και μηχανικές καταπονήσεις. Ο θερμοαντιδραστήρας είναι κατασκευασμένος από ένα κράμα αλουμινίου που επιτρέπει μια βασική θερμοκρασιακή ομοιομορφία σε όλες τις επιλέξιμες θερμοκρασίες.

Η θερμοκρασία του θερμοαντιδραστήρα ελέγχεται από ένα μικροεπεξεργαστή με λογική PID (Proportional – Intergal – Derivative controller). Ο αισθητήρας θερμοκρασίας είναι ένας Pt100 πλατινένιος αισθητήρας ο οποίος δεν απαιτεί βαθμονόμηση επειδή σε κάθε ενεργοποίηση των ηλεκτρονικών κάνει αυτή τη βαθμονόμηση. Όλα αυτά επιτρέπουν ακρίβεια και αναπαραγωγικότητα στα τεστ που εκτελέστηκαν. Το όργανο έχει εξοπλιστεί με εκλεπτυσμένα ηλεκτρονικά συστήματα που στοχεύουν να απλοποιήσουν όσο είναι δυνατόν τη χρήση του αξιοποιώντας πλήρως τη δύναμη του λογισμικού.

Η χρήση του εξοπλισμού ελέγχεται μόνο από 4 πλήκτρα τα οποία επιτρέπουν εύκολη είσοδο σε όλες τις λειτουργίες κατά τη διάρκεια του προγραμματισμού ή της κανονικής χρήσης. Κάθε παράθυρο που εμφανίζεται στην οθόνη που δίνει την περιγραφή των χειριστηρίων που θα αναπτυχθούν όταν θα πατηθεί το πλήκτρο που εμφανίζεται στην αντίστοιχη γραμμή. Αυτό επιτρέπει να επιλέξεις την είσοδο σε 4 βασικά μενού.

Το Program Menu επιτρέπει να επιλέξεις μέσα από 20 εργασιακά προγράμματα. Για κάθε πρόγραμμα είναι δυνατόν να επιλεγούν 4 θερμοκρασίες και το σχετικό χρόνο μονιμότητας. Όταν ένα πρόγραμμα εκκινηθεί η καθορισμένη θερμοκρασία θα αναπτυχθεί διαδοχικά. Η επιλεγμένη θερμοκρασία εκτείνεται από τη θερμοκρασία δωματίου στους 450°C. Ο χρόνος μονιμότητας σε μια επιλεγμένη θερμοκρασία εκτείνεται από 001 σε 999 min. Εάν ο χρόνος ρυθμιστεί στο 000 η αντίστοιχη θερμοκρασία δε θα αναπτυχθεί. Είναι πιθανό να επιλεγεί συνεχής λειτουργία.

Το PRINT MENU επιτρέπει να συλλεχθούν τα δεδομένα που σχετίζονται με τις δοκιμές που πραγματοποιήθηκαν και μετά στέλνονται σε υπολογιστή ώστε να αποθηκευτούν σύμφωνα με το GLP (Good Laboratory Practice). Μετά την αποθήκευση τα δεδομένα μπορούν να εκτυπωθούν.

Το LANGUAGE MENU επιτρέπει να επιλεχθεί η γλώσσα με την οποία οι πληροφορίες εμφανίζονται στην οθόνη. Είναι δυνατόν να επιλεχθεί μία από τις παρακάτω γλώσσες:

Ιταλικά, Αγγλικά, Γερμανικά, Γαλλικά, Ισπανικά και Τούρκικα.

Το SYSTEM MENU επιτρέπει να επιλεχθεί η μονάδα θερμοκρασίας που εμφανίζεται στην οθόνη (°C ή °F). Είναι δυνατόν να τροποποιήσουμε τα δεδομένα (ημέρα) και χρόνο (ώρα) και να επιλέξουμε τη μορφή δεδομένων που θα αναφέρονται στο αρχείο μετάδοσης δεδομένων.

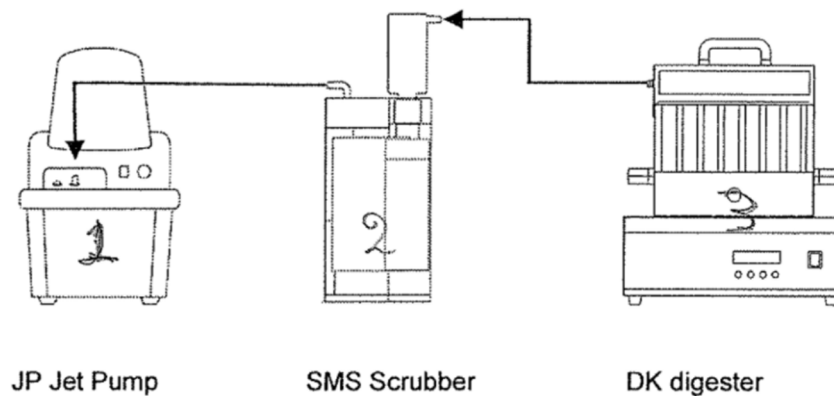
Το όργανο είναι εφοδιασμένο με σύστημα προστασίας από υπερθέρμανση με έναν θερμοστάτη με χειροκίνητη επαναφορά. Το ευαίσθητο σημείο εντοπίζεται στους θερμοαντιδραστήρες και διακόπτει την ροή της ενέργειας όταν η θερμοκρασία υπερβεί τους 500°C. Η χειροκίνητη επαναφορά εντοπίζεται στο οπίσθιο πάνελ πιέζοντας το μικρό άξονα. Σε περίπτωση δυσλειτουργίας καλέστε την τεχνική υπηρεσία.

6.3. ΕΓΚΑΤΑΣΤΑΣΗ ΟΡΓΑΝΟΥ

Συνδέστε τη μονάδα σε ηλεκτρική πηγή σύμφωνα με τις τιμές που αναφέρονται στο εργαστήριο. Για εφαρμογές όπου κατά την πέψη παράγονται καπνοί, όξινα αέρια, διαβρωτικές ουσίες (όπως στη μέθοδο Kjeldahl) συγκεκριμένα εργαλεία χρειάζονται, όπως αναρροφητήρες καπνού και πλυντηρίδες (εικόνα 1.6.3.).

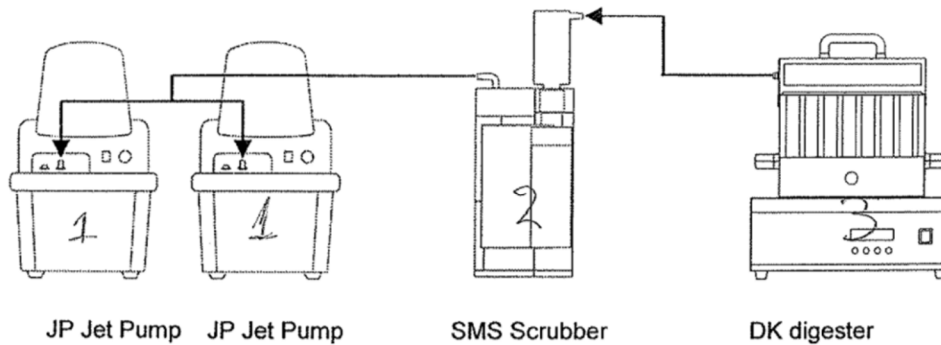
Η Velp Scientifica προσφέρει τα ακόλουθα συστήματα:

- JP (αντλία πίδακα) αντλία ανακυκλοφορούμενου νερού για αναρρόφηση καπνού.
- SMS πλυντηρίδα.



Εικόνα 1.6.3: Συνδεσμολογία για την σύνδεση της συσκευής πέψης με πλυντηρίδα και αντλία αναρρόφησης καπνού.

Όταν χρησιμοποιείται ο DK42/26, η Velp προτείνει την χρήση 2 JP (για τη σύνδεση όπως φαίνεται στην εικόνα 2.6.3.) ώστε να διασφαλιστεί απομάκρυνση καπνών.



Εικόνα 2.6.3: Προτεινόμενη συνδεσμολογία όταν χρησιμοποιείται η συσκευή πέψης DK42/26.

6.4. ΕΛΕΓΧΟΣ ΛΕΙΤΟΥΡΓΕΙΑΣ

Ο πίνακας ελέγχου αποτελείται από ένα κεντρικό διακόπτη, μία οθόνη με 32 χαρακτήρες σε 2 γραμμές και 4 πλήκτρα. Ο κεντρικός διακόπτης ενεργοποιεί τη μονάδα. Το πλήκτρο Esc εκτός του εργασιακού κύκλου επιστρέφει στο προηγούμενο παράθυρο ή στο μενού, κατά τη διάρκεια εργασιακού κύκλου σταματά τον κύκλο. Το πλήκτρο ↑ εκτός κύκλου εργασιών δείχνει διαδοχικά τα παράθυρα του επιλεγμένου μενού. Στο παράθυρο ρυθμίσεων αυξάνει την εμφανιζόμενη τιμή. Κατά τη διάρκεια κύκλου εργασίας δεν έχει επίδραση. Το πλήκτρο ↓ εκτός εργασιακού κύκλου δείχνει διαδοχικά τα παράθυρα του επιλεγμένου μενού. Στα παράθυρα ρυθμίσεων μειώνει την εμφανιζόμενη τιμή. Κατά τη διάρκεια εργασιακού κύκλου δεν έχει καμία επίδραση. Το πλήκτρο ↵ στο κεντρικό παράθυρο ξεκινά το εμφανιζόμενο πρόγραμμα. Εκτός εργασιακού κύκλου μπαίνει στο μενού ή τα επιλεγμένα παράθυρα ρυθμίσεων. Στα

παράθυρα ρυθμίσεων επιβεβαιώνει τις εμφανιζόμενες τιμές. Κατά την μέτρηση του χρόνου ενός κύκλου εργασίας αλλάζει τη λειτουργία σε συνεχής.

Όταν το όργανο ενεργοποιείται από τον κύριο διακόπτη για λίγα δευτερόλεπτα η οθόνη εμφανίζει τον τύπο του οργάνου και την έκδοση του εγκατεστημένου λειτουργικού συστήματος (εικόνα 1.6.4.). Μετά η οθόνη δείχνει το κυρίως παράθυρο (εικόνα 2.6.4.). Η πρώτη γραμμή δείχνει τον αριθμό του προγράμματος που χρησιμοποιείται (τελευταία χρήση). Η αρχή ενός νέου εργασιακού κύκλου επιτυγχάνεται πατώντας το πλήκτρο ↵. Η δεύτερη γραμμή δείχνει ότι εάν πατήσεις το πλήκτρο ↓ μπαίνεις στο κυρίως μενού. Το κυρίως μενού περιέχει τα ακόλουθα παράθυρα (θέματα) τα οποία επιλέγονται με τα πλήκτρα ↓ και ↑ (εικόνα 3.6.4.). Πιέζοντας το πλήκτρο Esc επιστρέφεις στο προηγούμενο παράθυρο ή στο μενού.

		D	i	g	e	s	t	e	r				
		V	e	r	s	i	o	n		1	.	0	

Εικόνα 1.6.4.: Η οθόνη του οργάνου λίγα δευτερόλεπτα μετά την ενεργοποίηση.

1	0	0	°	C		S	t	a	r	t		P	0	1	↵
M	a	i	n		M	e	n	u							↓

Εικόνα 2.6.4.: Το κυρίως παράθυρο.

	P	R	O	G	R	A	M	S							↵
<															>
	P	R	I	N	T										↵
<															>
	L	A	N	G	U	A	G	E							↵
<															>
	S	Y	S	T	E	M									↵
<															>

Εικόνα 3.6.4.: Τα παράθυρα που περιέχει το κυρίως μενού.

Το μενού προγραμματισμού επιτρέπει να επιλέξεις το επιθυμητό πρόγραμμα ή να ρυθμίσεις 4 διαφορετικές θερμοκρασίες και χρονικές τιμές για κάθε πρόγραμμα. Θα εκτελεστούν διαδοχικά από το 1 έως το 4. Εάν το προηγούμενο παράθυρο προγράμματος επιβεβαιωθεί με το πλήκτρο ↵ στην οθόνη θα εμφανιστεί η εικόνα 4.6.4.. 20 διαθέσιμα προγράμματα μπορούν να επιλεγούν με το πλήκτρα ↓ και ↑. Όταν το επιθυμητό πρόγραμμα επιβεβαιωθεί με το πλήκτρο ↵ στην οθόνη εμφανίζεται η εικόνα 5.6.4.. Τώρα είναι δυνατό να επιβεβαιωθούν οι παράμετροι του οπτικοποιημένου προγράμματος και να επιτρέψεις στο κυρίως παράθυρο ώστε να αρχίσει ο κύκλος ή να μπεις στην οπτικοποίηση και ρύθμιση των παραμέτρων με το πλήκτρο ↓.

	P	r	o	g	r	a	m			0	1		↵
<													>

Εικόνα 4.6.4: Εικονίδιο επιλογής προγράμματος.

A	c	e	p	t						P	0	1	↵
S	e	t								P	0	1	↓

Εικόνα 5.6.4: Επιβεβαίωση παραμέτρων.

Όταν το πλήκτρο ↓ πατηθεί 4 παράθυρα εμφανίζονται διαδοχικά και σε κάθε παράθυρο είναι δυνατό να προγραμματιστούν οι παράμετροι εργασίας, π.χ θερμοκρασία και απαιτούμενος χρόνος παραμονής(εικόνα 6.6.4.). Οι 4 εργασιακοί κύκλοι θα εκτελεστούν διαδοχικά όταν το αντίστοιχο πρόγραμμα αρχίσει. Εάν ο χρόνος ρυθμιστεί στο 000 ο κύκλος δεν θα ενεργοποιηθεί.

S	e	t	P	.		1		4	2	0°	C	↵
T	i	m	e			1		0	3	0'	m	↓

Εικόνα 6.6.4: Προγραμματισμός παραμέτρων.

Εάν η θερμοκρασία και ο χρόνος των 4 εργασιακών κύκλων πρέπει να μεταβληθεί θα εμφανισθεί το αντίστοιχο παράθυρο και πρέπει να πατηθεί το κουμπί ↵. Η τιμή της θερμοκρασίας θα αναβοσβήνει και θα μπορεί να τροποποιηθεί με τα πλήκτρα ↑ και ↓ (εικόνα 7.6.4.). Επιβεβαιώνεις την επιθυμητή τιμή με το πλήκτρο ↵. Η οθόνη θα δείχνει την εικόνα 8.6.4. Η τιμή του χρόνου θα αναβοσβήνει και μπορεί να τροποποιηθεί από τα πλήκτρα ↑ και ↓. Επιβεβαιώνεται η επιθυμητή τιμή με το πλήκτρο ↵. Οι διάφοροι εργασιακοί κύκλοι θα αναπτυχθούν διαδοχικά από το $n^o 1$ έως το $n^o 4$. Κατά συνέπεια είναι κατάλληλο να προγραμματίζουμε την αύξηση των τιμών θερμοκρασίας αυξάνοντας από το $n^o 1$ έως το $n^o 4$. Εάν αυτό το κριτήριο δεν τηρείται κατά τον προγραμματισμό στην οθόνη εμφανίζεται η εικόνα 9.6.4.

S	e	t			1		↓	4	2	0	↑	C	↵
T	i	m	e		1			0	3	0	'	m	

Εικόνα 7.6.4.: Παράθυρο τροποποίησης θερμοκρασίας.

S	e	t			1			4	2	0°	C	↵
T	i	m	e		1		↓	0	3	0	↑	m

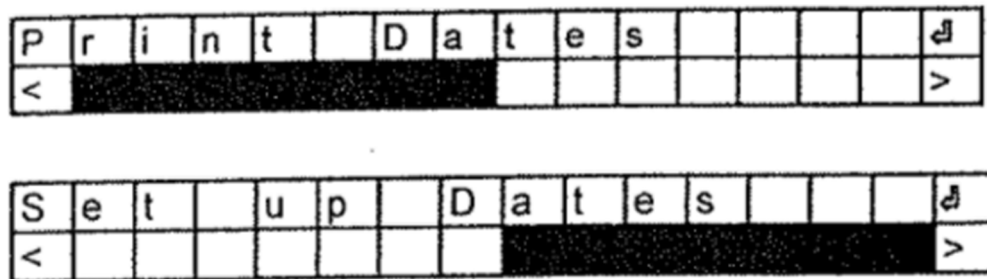
Εικόνα 8.6.4.: Παράθυρο τροποποίησης χρόνου.

E	R	R	O	R		S	e	t		n	o	t		
s	e	q	u	e	n	t	i	a	l					

Εικόνα 9.6.4.: Παράθυρο σφάλματος.

Το όργανο μπορεί να συνδεθεί με σειριακή σύνδεση RS232, από την υποδοχή που εντοπίζεται στον οπίσθιο πίνακα, για εκτύπωση ή αποθήκευση δεδομένων σύμφωνα με το G.L.P (Good Laboratory Practice). Το μενού επιτρέπει να επιλέξεις την αποστολή δεδομένων για κάθε εκτελούμενο πρόγραμμα ή μόνο μετά από ένα συγκεκριμένο αίτημα. Είναι επίσης δυνατό να ρυθμίσεις τα

σχετικά δεδομένα με τα εξεταζόμενα προϊόντα και τις παραμέτρους που χρησιμοποιήθηκαν σε κάθε τεστ. Το μενού εκτύπωσης αποτελείται από τα ακόλουθα υπομενού που φαίνονται στην εικόνα 10.6.4.:

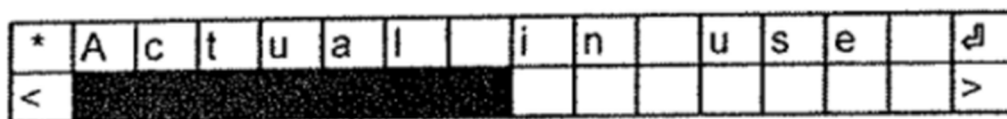


Εικόνα 10.6.4.: Τα υπομενού του Print Menu.

Τα δεδομένα μπορούν να εκτυπωθούν ή να αποθηκευτούν σε έναν φάκελο με δύο διαφορετικούς τρόπους:

- Εκτύπωση ή αποθήκευση δεδομένων κατόπιν αίτησης.
- Εκτύπωση ή αποθήκευση δεδομένων στο τέλος κάθε εργασιακού κύκλου.

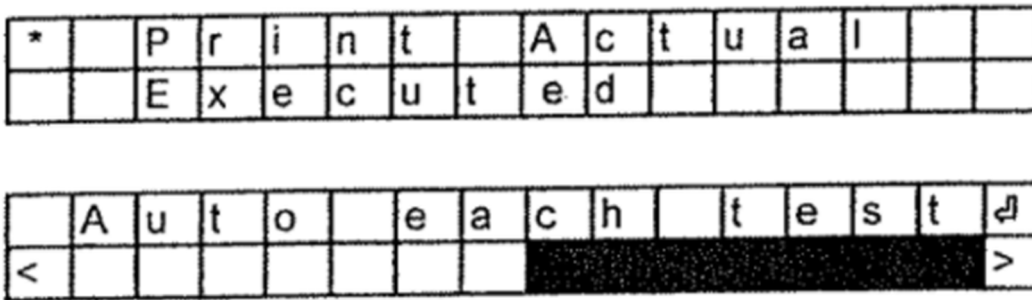
Εάν το παράθυρο επιβεβαιωθεί μπαίνεις σε ένα άλλο μενού το οποίο ορίζει τότε ο φάκελος θα μεταφερθεί (εικόνα 11.6.4.):



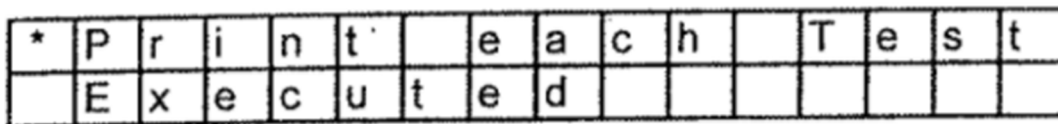
Εικόνα 11.6.4.: Παράθυρο που ορίζει πότε θα γίνει η μεταφορά του φακέλου.

Πατώντας το πλήκτρο ↵ σε αυτό το παράθυρο η οθόνη δείχνει το ακόλουθο μήνυμα (εικόνα 12.6.4.) για μερικά δευτερόλεπτα και ταυτόχρονα ο φάκελος αποστέλλεται στον υπολογιστή. Εάν το παράθυρο " all the tests" επιλεγεί και επιβεβαιωθεί με το πλήκτρο ↵ ο φάκελος προς εκτύπωση θα αποστέλλεται κάθε φορά που ένα εργασιακό πρόγραμμα ολοκληρωθεί όταν στην οθόνη

εμφανιστεί για λίγα δευτερόλεπτα η εικόνα 13.6.4. Πιέζοντας το πλήκτρο Esc επιστρέφεις στο προηγούμενο παράθυρο ή στο μενού.

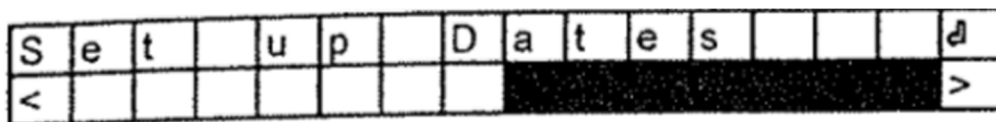


Εικόνα 12.6.4.: Παράθυρο που ενημερώνει για τη μεταφορά φακέλου στον υπολογιστή.



Εικόνα 13.6.4.: Παράθυρο που εμφανίζεται μετά την επιλογή του παραθύρου all the tests.

Επιβεβαιώνοντας το παράθυρο της εικόνας 14.6.4. είναι δυνατό να μπει στις ρυθμίσεις των σχετικών παραμέτρων με τις υπό ανάπτυξη δοκιμές.



Εικόνα 13.6.4.: Παράθυρο ρύθμισης δεδομένων.

Πατάς το πλήκτρο ↵ για τη ρύθμιση ή τροποποίηση του περιεχόμενου του παραθύρου της εικόνας 14.6.4. Ένα μαύρο τετράγωνο αντιστοιχεί στο πρώτο γράμμα του κειμένου. Τα πλήκτρα ↑ και ↓ επιτρέπουν αλλαγές στο περιεχόμενο. Κάθε γράμμα ή αριθμός επιβεβαιώνεται με το πλήκτρο ↵. Μπορούμε να προσθέσουμε 16 χαρακτήρες στην κάτω γραμμή. Η ίδια διαδικασία γίνεται και στα ακόλουθα παράθυρα όπως εμφανίζονται στην εικόνα 15.6.4.

L	a	b	o	r	a	t	o	r	y		N	a	m	e	↵
															↓

Εικόνα 14.6.4.: Παράθυρο για τη συμπλήρωση του ονόματος του εργαστηρίου.

N	°	O	p	e	r	a	t	o	r		N	a	m	e	↵
															↓

S	a	m	p	l	e		N	a	m	e					↵
															↓

L	o	t		N	u	m	b	e	r						↵
															↓

Εικόνα 15.6.4.: Παράθυρα για τη συμπλήρωση του ονόματος του χειριστή, του ονόματος του δείγματος και του αριθμού Lot Number.

Όταν οι ρυθμίσεις σε όλα τα παράθυρα ολοκληρωθούν πατάμε το Esc για επιστροφή σε προηγούμενο παράθυρο ή στο μενού.

Είναι δυνατό να αποθηκευτούν οι πληροφορίες σχετιζόμενες με τις δοκιμές που πραγματοποιήθηκαν συνδέοντας έναν εκτυπωτή ή υπολογιστή με τη σειριακή υποδοχή 9 ακίδων που εντοπίζεται στην πίσω μεριά. Εάν συνδεθεί σε έναν υπολογιστή μπορεί να χρησιμοποιηθεί το υπέρ – τερματικό πρόγραμμα εγκατεστημένο στο λογισμικό Microsoft Windows 95-98-2000. Οι ρυθμίσεις στον υπολογιστή με σειριακή σύνδεση είναι η ακόλουθη:

- ✓ Baud rate 4.800
- ✓ Data 8
- ✓ Parity None
- ✓ Bit of stop 1
- ✓ Handshaking None – Xon/Xoff

Σύνδεση σε υπολογιστή:

Για τη σύνδεση σε υπολογιστή χρησιμοποιείται το πρότυπο καλώδιο RS232 με 9 ακίδες αρσενική - θηλυκή σύνδεση.

Σύνδεση σε εκτυπωτή:

Για σύνδεση σε εκτυπωτή χρησιμοποιείται το σειριακό καλώδιο RS232 με 9 ακίδες σύνδεσης αρσενικού θηλυκού αναστρέφοντας τα καλώδια των ακίδων 2 και 3 σε ένα μόνο σύνδεσμο.

Αρχείο μετάδοσης:

Ο φάκελος περιέχει τις ακόλουθες πληροφορίες:

DIGESTER VERSION 1.0 → Επικεφαλίδα προεπιλεγμένης αναφοράς.

Program N^o 01 → Χρησιμοποιούμενο πρόγραμμα.

Day (dd/mm/yy) = 19/12/00 → Δεδομένα ρυθμιζόμενα στο μενού (System/Date Settings).

Laboratory name Velp Scientifica

Παράμετροι

ρυθμιζόμενοι

χρησιμοποιούμενο

Operator's to n^o and name 012 Mario Rossi

πρόγραμμα.

Sample name Milk

Lot number 00125

Set 1 420°C Time 1

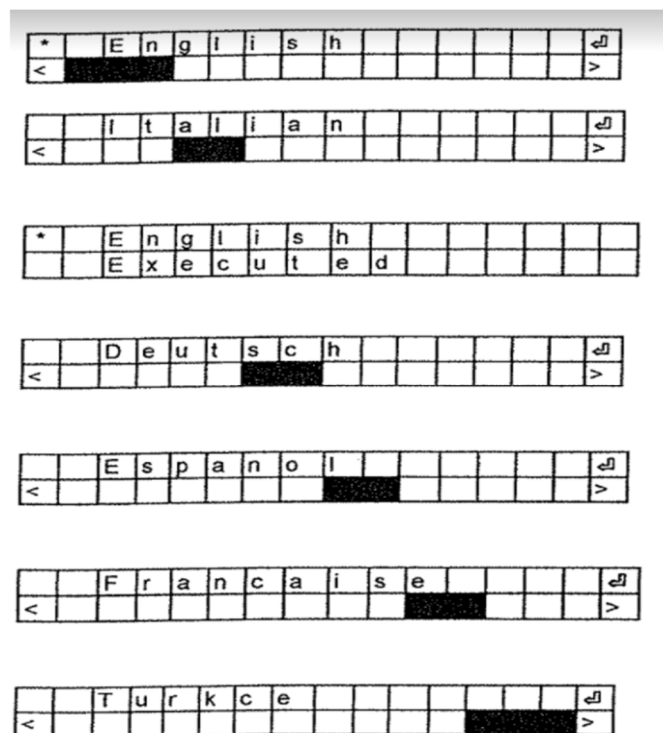
Set 2 000°C Time 2

Set 3 000°C Time 3

Παράμετροι ρυθμιζόμενοι

στο χρησιμοποιούμενο

Το όργανο επιτρέπει την επιλογή της γλώσσας που χρησιμοποιείται στην οθόνη για τις διάφορες πληροφορίες. Είναι δυνατόν να επιλέξεις 5 γλώσσες: Ιταλικά, Αγγλικά, Γερμανικά, Γαλλικά, Ισπανικά και Τούρκικα (εικόνα 16.6.4.). Επιλέγουμε την επιθυμητή γλώσσα με το πλήκτρο ↵. Για επιστροφή σε προηγούμενο παράθυρο χρησιμοποιούμε το πλήκτρο Esc.

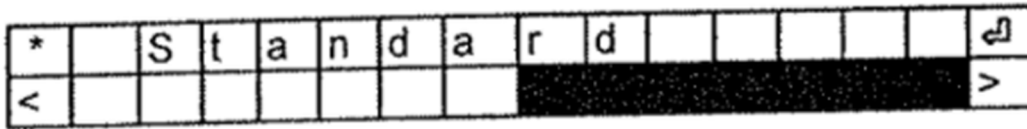


Εικόνα 16.6.4.: Επιλογή γλώσσας.

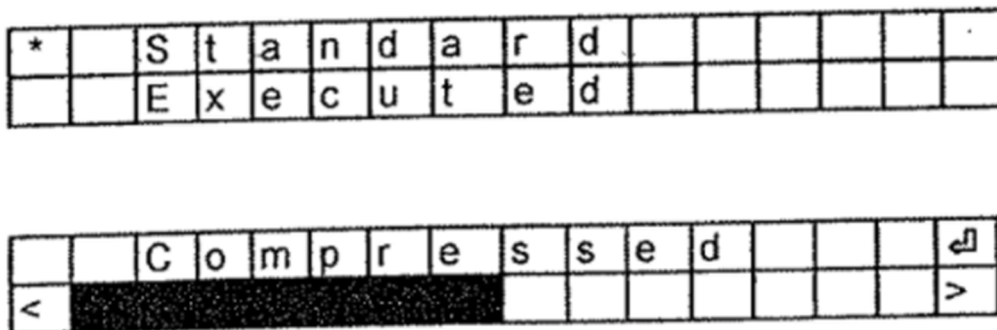
Το μενού system επιτρέπει την επιλογή μονάδας θερμοκρασίας που εμφανίζεται στην οθόνη (°C και °F). Είναι δυνατό να ρυθμιστούν η μέρα και η ώρα και να επιλεγεί η μορφή των δεδομένων που θα αναφερθούν στον φάκελο με τα αρχεία μετάδοσης.

Είναι δυνατό να ρυθμίσουμε τη μορφή των δεδομένων που θα εκτυπωθούν στο φάκελο με τα αρχεία μετάδοσης. Εάν το παράθυρο (εικόνα 17.6.4.)

επιβεβαιωθεί με το πλήκτρο ↵, η οθόνη θα εμφανίσει για λίγα δευτερόλεπτα το ακόλουθο μήνυμα και το όργανο είναι έτοιμο να στείλει δεδομένα στη σειριακή διεπαφή (εικόνα 18.6.4.).

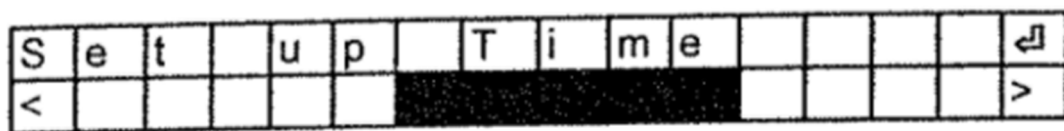


Εικόνα 17.6.4.: Παράθυρο standards.



Εικόνα 18.6.4.: Μήνυμα πριν την αποστολή δεδομένων προς εκτύπωση.

Ρύθμιση ημερομηνίας και ώρας: Επιτρέπει τη ρύθμιση της τρέχουσας ημέρας και ώρας (εικόνα 19.6.4.). Εάν επιβεβαιωθεί με το πλήκτρο ↵ το ακόλουθο παράθυρο θα εμφανιστεί (εικόνα 20.6.4.). Εάν πρόκειται να τροποποιηθούν τα δεδομένα πρέπει να ξαναπατηθεί το πλήκτρο ↵. Έτσι η πρώτη τιμή θα αρχίσει να αναβοσβήνει. Μπορεί να γίνει τροποποίηση με τα πλήκτρα ↑ και ↓. Για επιστροφή στο προηγούμενο παράθυρο πιάστε το πλήκτρο Για επιστροφή στο προηγούμενο παράθυρο πιάστε το πλήκτρο Esc.



Εικόνα 19.6.4.: Παράθυρο για την ρύθμιση ημερομηνίας και ώρας.

	D	a	t	e						T	i	m	e	↵
2	4	/	1	0	/	2	0	0	0	1	4	:	1	6

Εικόνα 20.6.4.: Ρυθμισμένη ημερομηνία και ώρα.

Ρύθμιση μονάδων: Επιλέγοντας αυτός το παράθυρο(εικόνα 21.6.4.) είναι δυνατό να αλλάξει η μονάδα θερμοκρασίας που εμφανίζεται στην οθόνη, επιλέγοντας °C (Κελσίου) ή °F (Φαρενάιτ). Η επιλογή επιβεβαιώνεται με το πλήκτρο ↵ (εικόνα 22.6.4.). Πιέζοντας το πλήκτρο ↵ στην οθόνη θα εμφανιστεί για μερικά δευτερόλεπτα το επιβεβαιωμένο παράθυρο. Το αριθμητικό εύρος για τη ρύθμιση της θερμοκρασίας ποικίλουν ανάλογα τη χρησιμοποιούμενη μονάδα.

Αριθμητικό εύρος °C: Από 10°C έως 450°C.

Αριθμητικό εύρος °F: Από 51°F έως 842°F.

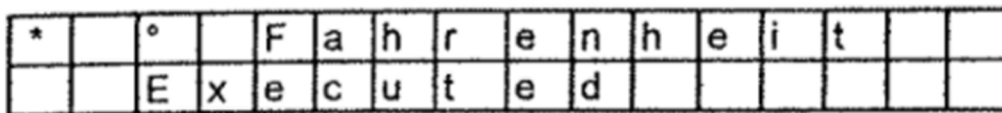
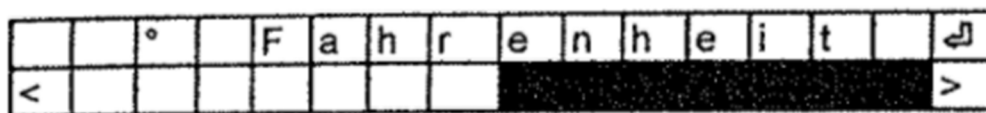
Όταν αλλάζει η μονάδα θερμοκρασίας διενεργείται αλλαγή αυτόματα στα διάφορα προγράμματα τα καθορισμένα θερμοκρασιακά σημεία στις νέες μονάδες.

S	e	t		u	p		U	n	i	t				↵
<						.								>

Εικόνα 21.6.4.: Παράθυρο ρύθμισης μονάδας.

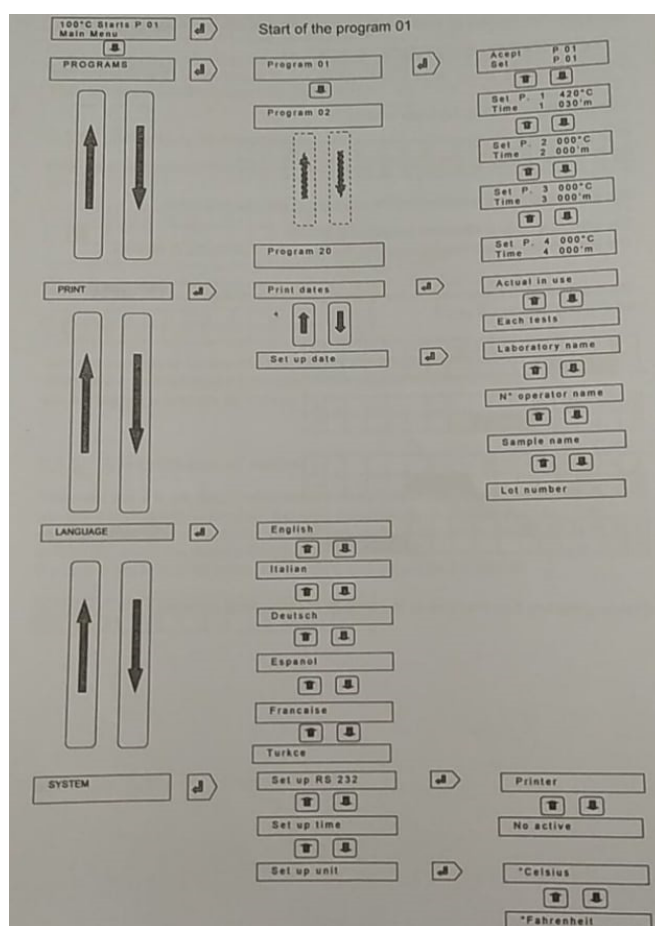
*		°		C	e	l	s	i	u	s				↵
<														>

*		°		C	e	l	s	i	u	s				
		E	x	e	c	u	t	e	d					



Εικόνα 21.6.4.: Επιλογή μονάδας θερμοκρασίας.

Στην εικόνα 22.6.4 παρουσιάζεται ο γρήγορος για τον έλεγχο των λειτουργιών:



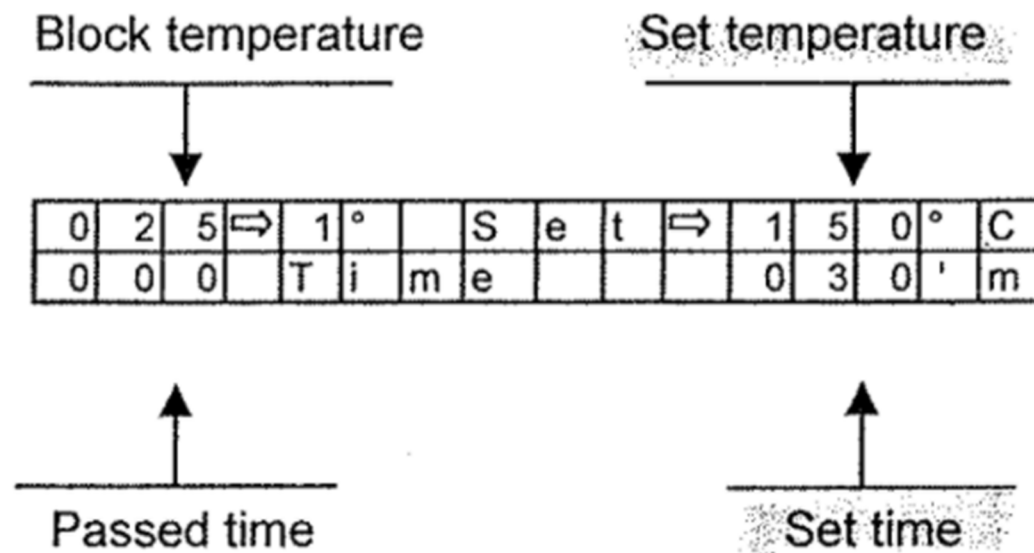
Εικόνα 22.6.4.: Γρήγορος οδηγός ελέγχου λειτουργιών

6.5. Έναρξη

Για να αρχίσει ένας εργασιακός κύκλος επιλέξτε το επιθυμητό πρόγραμμα πατήστε το πλήκτρο \downarrow στο κυρίως παράθυρο. Το όργανο απομνημονεύει το τελευταίο χρησιμοποιούμενο πρόγραμμα και όταν ανοίξει το κυρίως παράθυρο δείχνει τον αριθμό του τελευταίου προγράμματος που χρησιμοποιήθηκε (εικόνα 1.6.5.). Εάν πατηθεί το πλήκτρο \downarrow το πρόγραμμα $n^{\circ} 1$ (PO1) αρχίζει και στην οθόνη εμφανίζεται η εικόνα 2.6.5. Όταν η θερμοκρασία του θερμοαντιδραστήρα φτάσει την τιμή της πρώτης ενεργοποιημένης ρύθμισης (ρυθμισμένος χρόνος διάφορος του 000) ένα ηχητικό σήμα προειδοποιεί την επίτευξη της θερμοκρασίας και ο χρόνος αρχίζει να μετρά. Στο τέλος του ρυθμισμένου χρόνου το όργανο αρχίζει τον εργασιακό κύκλο. Εάν κανείς άλλος ενεργός εργασιακός κύκλος δεν παρουσιαστεί στο εργασιακό πρόγραμμα το όργανο σταματά τη θέρμανση και προειδοποιεί με ακουστικό σήμα. Στο τέλος εμφανίζεται στην οθόνη για μερικά δευτερόλεπτα η εικόνα 3.6.5. Εάν κατά την διάρκεια της αντίστροφης μέτρησης σε οποιονδήποτε κύκλο πατηθεί το πλήκτρο \downarrow η μονάδα θα λειτουργεί συνεχώς στην ρυθμισμένη θερμοκρασία και εάν πατηθεί το πλήκτρο Esc ο εργασιακός κύκλος διακόπτεται. Όταν ένα νέο πρόγραμμα αρχίσει, εάν η θερμοκρασία του θερμοαντιδραστήρα είναι υψηλότερη από την προηγούμενη ρύθμιση ο εργασιακός κύκλος δε θα αρχίσει και θα εμφανιστεί στην οθόνη η εικόνα 4.6.5. Σε αυτήν την περίπτωση η αρχή του νέου εργασιακού κύκλου είναι δυνατή μόνο αφού παγώσει ο θερμοαντιδραστήρας κάτω από την προηγούμενη ενεργή τιμή. Όταν συμβεί κάποια διακοπή ρεύματος το όργανο διατηρεί τις τρέχουσες ρυθμίσεις. Όταν αποκατασταθεί η ενέργεια ο εργασιακός κύκλος αρχίζει από το σημείο που διακόπηκε.

0	2	0	°	C	S	t	a	r	t	P	0	1	↵
M	a	i	n		M	e	n	u					⏴

Εικόνα 1.6.5: Χρησιμοποιούμενο πρόγραμμα.



Εικόνα 2.6.5: Στην εικόνα φαίνονται η θερμοκρασία του αντιδραστήρα, η ρυθμισμένη θερμοκρασία, ο χρόνος που πέρασε και ο ρυθμισμένος χρόνος.

	E	N	D		O	P	E	R	A	T	I	N	G		
					C	Y	C	L	E						

Εικόνα 3.6.5: Οπτικό σήμα για το τέλος του εργασιακού προγράμματος.

		N	O	T		R	E	A	D	Y					
T	e	m	p	e	r	a	t	u	r	e	>	S	e	t	

Εικόνα 4.6.5: Οπτικό σήμα για υψηλότερη από την ρυθμισμένη θερμοκρασία.

6.6 ΕΠΑΛΗΘΕΥΣΗ ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑΣ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΑ

Ο ηλεκτρονικός έλεγχος της θερμοκρασίας επιτρέπει καλή σταθερότητα χωρίς υπερθερμάνσεις ή ταλαντώσεις γύρω από το καθορισμένο σημείο. Ο καθετήρας

που χρησιμοποιείται για την μέτρηση της θερμοκρασίας είναι ένας Pt100 ο οποίος επιτρέπει υψηλή ακρίβεια. Ο καθετήρας δεν απαιτεί βαθμονόμηση επειδή κάθε φορά που το όργανο ενεργοποιείται το εσωτερικό λογισμικό του μικροεπεξεργαστή εκτελεί αυτόματη βαθμονόμηση. Τέλος πάντων εάν απαιτείται έλεγχος είναι δυνατό να μετρηθεί η θερμοκρασία του θερμοαντιδραστήρα τοποθετώντας το αυθεντικό θερμόμετρο Velp Scientifica στην τρύπα που εντοπίζεται στο πάνω μέρος του θερμοαντιδραστήρα (Code Art: 10000282 υδραργυρικό θερμόμετρο 0 ÷ 250°C.

6.7 ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΟΥΜΕΝΑ ΧΗΜΙΚΑ ΣΤΗΝ ΦΑΣΗ ΤΗΣ ΠΕΨΗΣ ΚΑΙ ΠΑΡΑΓΟΜΕΝΕΣ ΟΥΣΙΕΣ

Χρησιμοποιούμενα χημικά:

- 1) Θειικό οξύ (H_2SO_4): Συμπυκνωμένο (96 – 98%). Διαβρωτικό σε όλους τους ιστούς του σώματος. Επαφή με το δέρμα μπορεί να προκαλέσει νέκρωση. Προστατέψτε το δέρμα και τα μάτια. Όταν αραιώνεται, το οξύ πρέπει να προστεθεί στο αραιωτικό εξαιτίας της θερμότητας που παράγεται και του κινδύνου από πιτσιλίσματα. Εξουδετερώστε τις διαρροές με βιοκαρβονικό νάτριο ή ανθρακικό ασβέστιο σε σκόνη.
- 2) Υπεροξείδιο του υδρογόνου (H_2O_2): 30% w/w. Μπορεί να προκαλέσει σοβαρά εγκαύματα. Φορέστε γυαλιά και λαστιχένια γάντια. Αποφύγετε επαφή με καυστικά υλικά: στέγνωμα συμπυκνωμένου διαλύματος σε χαρτί, ρούχα και ούτω καθεξής, μπορούν να προκαλέσουν ανάφλεξη. Βαρέα μέταλλα και τα άλατά τους, σκόνη, ακανόνιστες επιφάνειες, μπορούν να προκαλέσουν ταχεία αποσύνθεση με ανάπτυξη οξυγόνου και πίεσης. Το αποθηκευμένο διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου αποσυντίθεται αργά: Οι φιάλες πρέπει να καλύπτονται με καπάκια

εξαερισμού. Οι άδειες φιάλες πρέπει να ξεπλυθούν με καθαρό νερό. Σε περίπτωση επαφής, ξεπλύνετε άμεσα με άφθονο νερό.

Ουσίες που παράγονται από την πέψη:

- 1) Διοξείδιο του θείου και τριοξείδιο του θείου. Κατά τη διάρκεια της πέψης με θειικό οξύ αναπτύσσονται αναθυμιάσεις οι οποίες περιέχουν κυρίως διοξείδιο του θείου και μικρότερες ποσότητες τριοξειδίου του θείου. Τα δύο αυτά αέρια είναι έντονα ερεθιστικά στα μάτια και το αναπνευστικό σύστημα, προκαλώντας βήχα και δυσφορία. Οι αναθυμιάσεις πρέπει να απομακρυνθούν με αποτελεσματικές συσκευές.

6.8 Συντήρηση

Το όργανο δε χρήζει ιδιαίτερης συντήρησης παρά μόνο ένα τακτικό καθάρισμα. Το όργανο είναι εφοδιασμένο με δύο ασφάλειες κάτω στην εσοχή που βρίσκεται στο οπίσθιο μέρος. Για να αντικατασταθεί μια ασφάλεια πρώτα αποσυνδέστε την μονάδα και έπειτα ανοίξτε το κουτί των ασφαλειών ανασηκώνοντας το κάλυμμα με ένα κατσαβίδι.

6.9 Μονάδα εξουδετέρωσης καπνών τύπου SMS

Πολλές αναλυτικές διαδικασίες, π.χ ορυκτοποίηση από ισχυρά ανόργανα οξέα, οδηγεί στην ανάπτυξη τοξικών και επιθετικών αερίων και καπνών με υγειονομικά προβλήματα στους χειριστές και προβλήματα διάβρωσης στον εργαστηριακό εξοπλισμό. Ένα κλασικό παράδειγμα είναι η ορυκτοποίηση δειγμάτων για προσδιορισμό πρωτεϊνικού αζώτου σύμφωνα με τη μέθοδο Kjeldahl. Κατά τη διάρκεια της διαδικασίας δημιουργούνται ατμοί και αέρια θειικού οξέος και SO_2 προερχόμενο από την αναγωγή του θειικού οξέος από τον άνθρακα των οργανικών ουσιών. Και τα δύο αέρια είναι ιδιαίτερα ερεθιστικά για τα μάτια και το ανώτερο αναπνευστικό για 1ppm ($1cm^2/m^3$ αέρα), προκαλώντας βήχα και δυσφορία. Είναι απαραίτητο να αποφεύγεται

αυτούς τους ατμούς και τα διαχεόμενα αέρια μέσα στο εργαστήριο τοποθετώντας τον θερμοαντιδραστήρα με τα δείγματα να ορυκτοποιηθούν κάτω από απαγωγό. Μια διαφορετική λύση απομάκρυνσης της ρύπανσης είναι ένας εξουδετερωτής καπνών όπως ο Velp SMS συνδεδεμένος με μια αντλία κενού. Το σύστημα απομακρύνει την ρύπανση σε δύο στάδια:

- **Συμπύκνωση:** Η ψύξη των αναθυμιάσεων που λαμβάνονται από έναν υδρόψυκτο συμπυκνωτή διαχωρίζει το νερό και τα οξέα που αποστάχθηκαν κατά την ορυκτοποίηση. Το συμπύκνωμα συλλέγεται σε ένα ευκόλως αφαιρούμενο μπουκάλι.
- **Εξουδετέρωση:** Στο δεύτερο στάδιο οι καπνοί διοχετεύονται σε διάλυμα εξουδετέρωσης. Στις περισσότερες περιπτώσεις τα αέρια προς εξουδετέρωση είναι οξέα και απομακρύνονται σε συμπυκνωμένα αλκαλικά διαλύματα (π.χ υδροξείδιο του νατρίου 20% με 30% κατά βάρος) και διοχετευτή φυσσαλίδων αερίου για βέλτιστη ανταλλαγή των χημικών ουσιών.

Το όργανο έχει προδιάθεση να κρατήσει ένα ακόμα στάδιο, χρήσιμο όταν είναι αδύνατο να εξαεριστούν στην εξωτερική ατμόσφαιρα τα τελευταία ίχνη διοξειδίου του θείου που δεν απορροφώνται από το διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου (πρωτεΐνες Kjeldahl).

- **Απορρόφηση:** Το τρίτο στάδιο αφαιρεί τα τελευταία ίχνη διοξειδίου του θείου μέσω ενός φίλτρου με κοκκοποιημένο ενεργό φίλτρο, εμποτισμένο με αλκαλικό ή με άλλο κατάλληλο απορροφητικό.

Η χρήση του εξοπλισμού για την εξουδετέρωση των καπνών που δημιουργούνται στις ορυκτοποιήσεις της Kjeldahl παράγει:

- I. στην πρώτη φάση της συμπύκνωσης από έναν υδρόψυκτο συμπυκνωτή ένα έντονα όξινο διάλυμα συλλέγεται και περιέχει θειικό οξύ

αποσταγμένο ή προερχόμενο από την αντίδραση SO_3 με νερό που περιέχεται στα διαλύματα ή παράγεται από την αντίδραση της Kjeldahl:



- II. στη δεύτερη φάση της εξουδετέρωσης από ένα συμπυκνωμένο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου, ένα συμπυκνωμένο διάλυμα θειώδους νατρίου δημιουργείται, το οποίο δίνει μια αλκαλική αντίδραση και κρυσταλοποιείται κατά την ψύξη.
- III. στην τρίτη φάση της προσρόφηση των υπολειμμάτων των αερίων, που δε διατηρούνται πλήρως στα προηγούμενα στάδια, υπάρχει μια προοδευτική εξάντληση του ενεργού άνθρακα, εμποτισμένο με ανθρακικό κάλιο (3% w/w K_2CO_3).

6.9.1 ΠΕΡΙΓΡΑΦΗ ΟΡΓΑΝΟΥ

Το όργανο συνοδεύεται με:

- 1 σωλήνα σύνδεσης για ψύξη νερού από δίχτυ.
- 1 σωλήνα για αποστολή νερού ψύξης στην αποστράγγιση.
- 2 σωλήνες νίτον για αναθυμιάσεις σε είσοδο και έξοδο.

Δεν υπάρχουν ηλεκτρικές συνδέσεις παρά μόνο υδραυλικές για την είσοδο και έξοδο των αναθυμιάσεων και για το νερό ψύξης για το πρώτο στάδιο. Στο οπίσθιο μέρος του οργάνου εντοπίζονται:

- Η είσοδος για το νερό για το πρώτο στάδιο της συμπύκνωσης.
- Η έξοδος του νερού ψύξης.

Είσοδος αναθυμιάσεων: Η θήκη του σωλήνα που εντοπίζεται στον γυάλινο συμπυκνωτή είναι για να συνδεθεί ο σωλήνας που μεταφέρει τις αναθυμιάσεις που παράγονται από την αναλυτική διαδικασία.

Έξοδος αναθυμιάσεων: Η θήκη του σωλήνα που εντοπίζεται στον μονάδα είναι για να συνδεθεί ο σωλήνας αναρρόφησης των αναθυμιάσεων στην αντλία κενού

6.9.2 ΣΥΝΑΡΜΟΛΟΓΗΣΗ ΚΑΙ ΕΓΚΑΤΑΣΤΑΣΗ

Συνδέστε το όργανο στο δίκτυο που εφοδιάζει με νερό ψύξης για το πρώτο στάδιο. Συνδέστε στην είσοδο των αναθυμιάσεων τον αντίστοιχο σωλήνα στη θήρα που εντοπίζεται στη μονάδα την αντλία κενού χρησιμοποιώντας τη μαύρη σωλήνωση Viton. Το Viton είναι ένα συμπολυμερές φθοριούχου βινυλιδενίου και εξαφθοπροπυλενίου με αντοχή σε θερμοκρασίες άνω των 200°C και υψηλή αντίσταση σε χημικά (έλαια, διαλυτικά μέσα, οξειδωτικά μέσα, ισχυρά αλκάλια και οξέα) με κατάλληλες μηχανικές ιδιότητες μακροπρόθεσμα (καιρικές συνθήκες). Σηκώστε το σωλήνα ανάφλεξης αερίου που εντοπίζεται μέσα στο μπουκάλι του σταδίου εξουδετέρωσης και ξεβιδώστε τη φιάλη πολυαιθυλενίου. Εισάγετε έναν επαρκή όγκο διαλύματος εξουδετέρωσης, γενικά κάτω από 500 ml. Βιδώστε την φιάλη και σπρώξτε προς τα κάτω το σωλήνα ανάφλεξης.

6.9.3 ΧΡΗΣΗ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ

Πριν την έναρξη αναλυτικής διαδικασίας που περιλαμβάνει επιβλαβή αέρια, βεβαιωθείτε ότι η φιάλη που συλλέγει το συμπύκνωμα, εντοπίζεται κάτω από το συμπυκνωτή, είναι βιδωμένη καλά. Ανοίξτε την βρύση του νερού ψύξης με ροή τουλάχιστον 2 lt/min. Ο έλεγχος της ροής του νερού ψύξης πρέπει να εκτελείται στο σημείο εξόδου. Πολλές αναλυτικές διαδικασίες αναπτύσσουν μεγάλες ποσότητες αερίων κατά την διάρκεια των πρώτων λεπτών και ακολουθεί σταδιακή μείωση. Εάν η αντλία κενού που χρησιμοποιείται διαθέτει έλεγχο της ροής του αέρα, όπως η αντλία κενού νεροπήδακα (Veip JP), στην αρχή της διαδικασίας, όταν η ανάπτυξη των αερίων είναι μεγάλη, ο έλεγχος θα

πρέπει να τοποθετηθεί στην υψηλότερη τιμή ροής. Μετά από μερικά λεπτά οι αναθυμιάσεις αρχίζουν να μειώνονται. Προτείνεται η μείωση ροής αέρα. Στο τέλος κάθε αναλυτικής διαδικασίας είναι απαραίτητο:

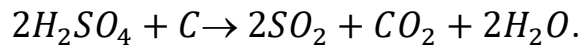
- Να αδειάσετε και να ξεπλύνετε τη φιάλη που συλλέγει τα συμπυκνώματα του πρώτου σταδίου.
- Να αδειάσετε και να ξεπλύνετε τη φιάλη εξουδετέρωσης (δεύτερο στάδιο).
- Να ξεβιδώσετε και να πλύνετε με τρεχούμενο νερό το διανομέα του δεύτερου σταδίου.

Προαιρετική εγκατάσταση τρίτου σταδίου

Είναι εύκολο να εγκαταστήσεις το τρίτο στάδιο προσθέτοντας ένα φίλτρο με εμποτισμένο ενεργό άνθρακα. Η υποδοχή του σωλήνα με μεταλλικό κρίκο εντοπίζεται κάτω από την έξοδο των αναθυμιάσεων πρέπει να ξεβιδωθεί. Το φίλτρο πρόκειται να εισαχθεί βιδώνοντας στον πάτο στο καπάκι με το σπείρωμα, τοποθετώντας στη θέση του το παρέμβυσμα. Γεμίστε το διαφανές δοχείο, με ενεργό άνθρακα και τα δύο πλέγματα: το κάτω και το πάνω. Βιδώστε το δοχείο στο καπάκι και μετά βιδώστε στην βρύση του φίλτρου τον σωλήνα με το μεταλλικό κρίκο. Για την αντικατάσταση του ενεργού άνθρακα ξεβιδώστε την κάτω υποδοχή σωλήνα με το μεταλλικό κρίκο και μετά ξεβιδώστε και το διάφανο δοχείο που περιέχει ενεργό άνθρακα.

6.9.4 ΠΡΟΚΑΤΑΡΚΤΙΚΗ ΑΞΙΟΛΟΓΗΣΗ ΤΗΣ ΖΗΤΟΥΜΕΝΗΣ ΠΟΣΟΤΗΤΑΣ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΩΝ ΓΙΑ ΕΞΟΥΔΕΤΕΡΩΣΗ ΑΕΡΙΩΝ

Στις περισσότερες περιπτώσεις είναι δυνατό να αξιολογήσετε τη ζητούμενη ποσότητα αερίων κατά τη διάρκεια μιας συγκεκριμένης αναλυτικής διαδικασίας και συνεπώς την ποσότητα των αντιδραστηρίων για την εξουδετέρωση. Ένα κλασσικό παράδειγμα είναι η μέθοδος Kjeldahl. Η βασική αντίδραση έχει ήδη παρουσιαστεί σε προηγούμενο κεφάλαιο και είναι:



$$98,08 * 2 + 12,01 \rightarrow 64,06 * 2 + 44,01 + 18,016 * 2.$$

Από αυτό προκύπτει ότι 1 gr άνθρακα μειώνει κατά 16,33 gr θειικού οξέος που αντιστοιχεί σε 8,9 ml του 96% του συμπυκνωμένου οξέος. Με βάση την περιεκτικότητα σε άνθρακα των διαφόρων οργανικών συστατικών μιας ουσίας, είναι δυνατό να υπολογίσετε τις ακόλουθες τιμές κατανάλωσης:

Υδατάνθρακες με 42% C: 3,75 ml H_2SO_4 /g.

Πρωτεΐνες με 50% C: 4,45 ml H_2SO_4 / g.

Λύπη με 76% C: 6,76 ml H_2SO_4 / g.

Στην πιθανή σύνθεση ενός προϊόντος προς ανάλυση είναι γνωστή, είναι δυνατό να υπολογίσετε πόσο θειικό οξύ θα χρειαστεί για να εξουδετερωθεί το παραγόμενο διοξείδιο του θείου. Για παράδειγμα σκεφτείτε 1 gr από μη απολιπανμένο αλεύρι από φασόλια σόγιας, με 8% υγρασία όσον αφορά τον άνθρακα περιέχει:

Υδατάνθρακες με 30,2% με 42% C = 127 mg/g.

Πρωτεΐνες 36,7% με 50% C = 138mg/g.

Λύπη 20,3% με 76% C = 154 mg/g.

Συνολικά 464 mg άνθρακα μειώνουν 7,68 gr θειικού οξέος = 0,15 gr διοξειδίου του θείου. Η αντίδραση εξουδετέρωσης: $SO_2 + 2NaOH \rightarrow Na_2SO_3 + 2H_2O$ επιτρέπει να υπολογιστεί ότι 0,15 ισοδυναμεί με το υδροξείδιο του νατρίου που αντιστοιχεί σε 15 ml συμπυκνωμένου διαλύματος 30% κατά βάρος.

Η χρήση τεχνητού βαθμού υδροξειδίου του νατρίου, d.1.33, 10.04 ισοδυναμεί ανά λίτρο, επιτρέπει την μείωση του κόστους. Συμπερασματικά, η αφαίρεση ποσότητας διοξειδίου του θείου που δημιουργείται κατά τη διάρκεια της

ορυκτοποίησης, την ίδια στιγμή, για 20 1 gr δείγματα μη απολιπανμένου σογιάλευρου απαιτείται θεωρητική κατανάλωση 300 ml 30% κατά βάρος διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου.

Σαν προφύλαξη στον όγκο μπορεί να αυξηθεί στο 350 – 400 ml.

Εάν διάλυμα 20% χρησιμοποιηθεί η θεωρητική τιμή είναι 500 ml.

Σημειώστε ότι τα διαλύματα υδροξειδίου του νατρίου αφρίζουν έντονα εάν αέριο διοχετευτεί σε αυτά. Είναι δυνατό να μειωθεί το άφρισμα, με περιορισμένη επίδραση χρόνου, προσθέτοντας σταγόνες αντιαφριστικών ουσιών όπως πολυμερές σιλικόνης 30%. Μην υπερβείτε τον αριθμό και το βάρος των δειγμάτων των οποίων η δημιουργία αερίων μπορεί να υποστεί επεξεργασία με υπολογισμένους όγκους υδροξειδίου του νατρίου: 1 ορυκτοποίηση 20 δειγμάτων μέγιστου ξηρού βάρους 20 δειγμάτων οργανικής ουσίας (θερμοαντιδραστήρας DK20), ή 3 ορυκτοποιήσεις 6 δειγμάτων 1 gr, ή αναλόγως χαμηλότερος αριθμός δειγμάτων με υψηλότερο βάρος του 1 gr (θερμοαντιδραστήρας Velp DK6)

6.9.5 ΕΞΑΛΕΙΨΗ ΕΞΑΝΤΗΜΕΝΩΝ ΑΠΟΡΡΟΦΗΤΩΝ

Πρώτο στάδιο: Στο τέλος κάθε ορυκτοποίησης ελέγξτε το επίπεδο του συμπυκνώματος που συλλέχθηκε στη φιάλη που εντοπίζεται κάτω από το γυάλινο συμπυκνωτή. Η τελική διαδρομή αυτού του διαλύματος επιλέγεται βάσει της χημικής τους σύστασης, π.χ για την Kjeldahl το διάλυμα είναι ισχυρό οξύ θειικού οξέος.

Δεύτερο στάδιο: Εάν οι αναθυμιάσεις που δημιουργούνται κατά την ορυκτοποίηση της Kjeldahl αντιμετωπίζεται με υδροξείδιο του νατρίου το τελικό διάλυμα θα περιέχει υψηλή συγκέντρωση θειώδους νατρίου το οποίο είναι πολύ τοξικό για την θαλάσσια ζωή. Προτείνεται η συλλογή του εξαντλημένου

διαλύματος σε ειδικό βάζο και στέλνεται σε χωματερή σύμφωνα με την ισχύουσα νομοθεσία για τοξικά απόβλητα. Η περιεχόμενη συγκέντρωση είναι τόσο υψηλή ώστε το διάλυμα κρυσταλοποιείται κατά την ψύξη. Συνιστάται η απομάκρυνση του διαλύματος από τον εξοπλισμό μέχρι να ζεσταθεί. Για να αποφευχθεί το βούλωμα του διοχετευτή του αερίου συνιστάται η αφαίρεση του ξεβιδώνοντας το και πλένοντας το κάτω από τρεχούμενο νερό.

6.9.6 ΣΥΝΤΗΡΗΣΗ

Σύμφωνα με τον νόμο της εγγύησης προϊόντων το όργανο πρέπει να επισκευαστεί στο εργοστάσιό της εταιρείας. Κατά την εξειδικευμένη συντήρηση γίνονται οι ακόλουθες ενέργειες:

- Πλύνετε το γυάλινο συμπυκνωτή. Αφαιρέστε τους σωλήνες από τις υποδοχές. Κρατήστε τον συμπυκνωτή προς τα πάνω και πλύντε τον σε τρεχούμενο νερό. Εάν χρειαστεί προσθέστε σταγόνες αλκαλικού διαλύματος με απορρυπαντικό για μερικές ώρες.
- Καθαρίστε το φίλτρο της βρύσης για την ψύξη. Αφαιρέστε το σωλήνα του νερού ψύξης ξεβιδώνοντας τον από την βρύση. Αφήστε το σωλήνα άδειο πάνω από μια αποχέτευση και μετά τραβήξτε έξω το φίλτρο χρησιμοποιώντας μια μικρή πένσα. Καθαρίστε το φίλτρο κάτω από τρεχούμενο νερό.

Εξωτερικός καθαρισμός: Χρησιμοποιείτε υγρό ύφασμα εμποτισμένο, με απορρυπαντικά που δεν είναι σκληρά ή εύφλεκτα.

6.10 ΑΝΤΛΙΑ ΚΕΝΟΥ ΚΥΚΛΟΦΟΡΙΑΣ ΝΕΡΟΥ

Η χρήση αντλιών εκτόξευσης νερού που συνδέονται στη βρύση συνήθως εμποδίζεται από έλλειψη πίεσης ή από την κατανάλωση τους η οποία κυμαίνεται μεταξύ 200 και 400 lt νερού την ώρα. Η αντλία εκτόξευσης Velp

απαρτίζεται από μια πλαστική δεξαμενή νερού στο οποίο ένα εμφύτευμα που οδηγείται από έναν ηλεκτρικό κινητήρα αναγκάζει το νερό να κινηθεί σε τέσσερις πίδακες νερού ώστε να αναπτυχθεί αναρρόφηση. Το νερό ανακυκλώνεται συνεχώς.

6.10.1 ΠΕΡΙΓΡΑΦΗ ΟΡΓΑΝΟΥ

Το όργανο περιέχει:

- 1 καλώδιο σύνδεσης για ηλεκτρική ενέργεια.
- 1 από το παρόν εγχειρίδιο.

Για την μετακίνηση του εξοπλισμού χρησιμοποιείτε τις δύο λαβές που εντοπίζονται μπροστά και πίσω από τη δεξαμενή. Για τη μετακίνηση του κινητήρα από τη δεξαμενή χρησιμοποιείτε τις δύο πλευρικές λαβές που εντοπίζονται στο πλαστικό κάλυμμα. Εάν η απομάκρυνση συμβεί κατά τη διάρκεια της διαδικασίας η αντλία θα σταματήσει άμεσα. Στο άνω τμήμα του οργάνου μια υποδοχή συνδέει τους εσωτερικούς εγχυτές Βεντούρι οι οποίοι παράγουν μέγιστη ροή αέρα 35 l/min. Η ροή αέρα μπορεί να ρυθμιστεί από 0 σε 35 l/min από την κατάλληλη λαβή. Η πλευρική υποδοχή σωλήνα μπορεί να συνδεθεί σε πλαστικό σωλήνα για να στέλνει υπολειπόμενα ίχνη μη εξουδετερωμένων αερίων σε απαγωγό ή στο εξωτερικό περιβάλλον. Η αντλία είναι εξοπλισμένη με μία πρακτική πόρτα για την εισαγωγή του νερού και έναν δείκτη επιπέδου για το μέγιστο και το ελάχιστο. Μία κάνουλα εντοπίζεται στο οπίσθιο μέρος της δεξαμενής και επιτρέπει την προτεινόμενη περιοδική αποστράγγιση. Συστήνεται για την απομάκρυνση και εξουδετέρωση των διαβρωτικών ατμών και αερίων που αναπτύσσονται κατά τη διάρκεια των υψηλών θερμοκρασιών κατά την ορυκτοποίηση (Kjeldahl, πέψη με νιτρικά, θειικό ή υπερχλωρικό οξύ). Για αυτήν την εφαρμογή συνιστάται η χρήση της πλυντηρίδας Velp τύπου SMS. Σαν πηγή κενού μπορεί να συνδεθεί στον εργαστηριακό εξοπλισμό όπως περιστρεφόμενους εξατμιστές, Buchner, Gooch

ή φίλτρα μεμβράνης, στεγνωτήρια τζέλ, κ.τ.λ. Η αντλία κενού JP παράγει στους σωλήνες αναρρόφησης μια υπολειμματική πίεση 35 mm Hg με θερμοκρασία νερού 15°C.

6.10.2 ΣΥΝΑΡΜΟΛΟΓΗΣΗ ΚΑΙ ΕΓΚΑΤΑΣΤΑΣΗ

Ο εξοπλισμός πρέπει να συνδεθεί στη σωστή ηλεκτρική πηγή (230 V/ 50 Hz ή 115 V/ 60Hz) με το καλώδιο που συνδέεται στο οπίσθιο μέρος στο πάνω κομμάτι σε μια πρίζα με ασφάλειες. Βεβαιωθείτε ότι το ηλεκτρικό παραμένει γειωμένο και η κύρια πρίζα είναι εύκολο να την φτάσετε. Γεμίστε τη δεξαμενή με νερό βρύσης από το μπροστινό πορτάκι στο μέγιστο επίπεδο όπως φαίνεται από τον εξωτερικό δείκτη. Ανάψτε το όργανο από το κέντρο διακόπτη ενεργοποίησης. Η ροή αέρα και το επίπεδο κενού ρυθμίζονται από την κατάλληλη λαβή.

Ροή αέρα: Από 0 έως 35 l/min.

Κενό: Από πίεση δωματίου (1 bar) έως 0,04 bar.

Εάν ο εξοπλισμός δεν ξεκινήσει μετά τη σύνδεση με το καλώδιο και το άνοιγμα από τον κεντρικό διακόπτη βεβαιωθείτε για τη σωστή τοποθέτηση του κινητήρα στη δεξαμενή στη σωστή θέση βάσει διακόπτη ασφαλείας. Εάν η μονάδα χρησιμοποιείται για αναρρόφηση διαβρωτικών αερίων, αναθυμιάσεων ή υγρών ή για την εξουδετέρωση όξινων αερίων κατά την διάρκεια της κατά Kjeldahl ορυκτοποίησης ακολουθήστε της εξής οδηγίες:

- Χρησιμοποιείτε την πλυντηρίδα αναθυμιάσεων Velp τύπου SMS.
- Για την σύνδεση της πλυντηρίδας και το καπάκι αναθυμιάσεων χρησιμοποιείτε των σωλήνα Viton.

Το Viton είναι ένα συμπολυμερές φθοριούχου βινυλιδενίου και εξαφθοπροπυλενίου, που αντέχει θερμοκρασίες άνω των 200°C και έχει υψηλή

αντοχή σε χημικά (έλαια, διαλύτες, οξειδωτικούς παράγοντες, ισχυρά αλκάλια και οξέα) με κατάλληλες μηχανικές ιδιότητες (καιρικές συνθήκες).

6.10.3 ΑΝΑΡΡΟΦΗΣΗ

Κατά την διάρκεια της ορυκτοποίησης διαβρωτικά τοξικά αέρια όπως SO_2 και SO_3 αναπτύσσονται. Η αντλία κενού Velp είναι ικανή να ρουφήξει τα αέρια και τους ατμούς που αναπτύσσονται από τους 20 σωλήνες πέψης της Kjeldahl. Η αντλία μπορεί να συνδεθεί με εξουδετερωτή αναθυμιάσεων Velp Scrubber SMS το οποίο απομακρύνει όξινα αέρια σε τρία βήματα (συμπύκνωση, εξουδετέρωση, απορρόφηση) επιτρέποντας τη σωστή απόρριψη χωρίς εκπομπές τοξικών ουσιών στο περιβάλλον (αέρας ή νερό αποστράγγισης).

Προγράμματα που σχετίζονται με τον χρόνο για DK6 και DK20:

Η αποτελεσματικότητα του εξοπλισμού της αφαίρεσης των αναθυμιάσεων SMS σχετίζεται με τον χρόνο παραμονής των αναθυμιάσεων που προέρχονται από την πέψη στα διάφορα στάδια.

Εάν οι δοκιμαστικοί σωλήνες πέψης με τα δείγματα και τα αντιδραστήρια όταν εισαχθούν σε θερμοαντιδραστήρα όταν είναι ζεστός (συνήθως $420^{\circ}C$) μία μεγάλη ποσότητα όξινων αναθυμιάσεων αναπτύσσεται τα πρώτα λεπτά. Στα επόμενα λεπτά η ένταση των αναθυμιάσεων μειώνεται. Αυτό στην πρώτη φάση της πέψης είναι απαραίτητο να διαθέτουμε μια μεγάλη χωρητικότητα για την απομάκρυνση αερίου η οποία μπορεί να μειώνεται αργότερα για καλύτερη απόδοση παραγωγής του συστήματος για μείωση αερίων. Αυτός είναι ο λόγος της δυνατότητας επιλογής μιας βέλτιστης ισχύος απορρόφησης στην αντλία εκτόξευσης που σχετίζεται με τις διάφορες φάσεις της πέψης και τον αριθμό των δειγμάτων προς πέψη (DK6 και DK20). Είναι δυνατό να επιλεχθεί ένα εργασιακό πρόγραμμα στην αντλία εκτόξευσης το οποίο αλλάζει αυτόματα την ροή αέρα κατά την διάρκεια της πέψης σε σχέση με τον χρησιμοποιούμενο

θερμοαντιδραστήρα Velp. Όταν η αντλία ανάψει από τον κεντρικό διακόπτη μια συνεχής λειτουργία είναι δυνατή με ικανότητα απορρόφησης η οποία επιλέγεται από το κατάλληλο κουτί. Το σετ κουμπιών εντοπίζεται στον μπροστινό πίνακα, επιτρέπει την επιλογή μεταξύ δύο διαφορετικών προγραμμάτων σχετικά με το χρόνο (DK6 και DK20) με προγραμματισμένη ροή αέρα. Η λειτουργία ενός εκ των δύο προγραμμάτων εμφανίζεται με τον φωτισμό ενός led.

Πρόγραμμα που σχετίζεται με τον χρόνο για DK6.

Κατά την διάρκεια των πρώτων 10 λεπτών της λειτουργίας η ροή αέρα είναι στο 50% του μέγιστου και μετά χαμηλώνει στο 25%.

Πρόγραμμα που σχετίζεται με τον χρόνο για DK20.

Κατά την διάρκεια των πρώτων 10 λεπτών της λειτουργίας η ροή αέρα είναι στο 100% του μέγιστου και μετά χαμηλώνει στο 50%.

Οι χρόνοι και οι ροές αέρα ορίζονται με βάση τα δείγματα και η ποσότητα των αντιδραστηρίων περιγράφεται στις μεθόδους στα εγχειρίδια της Velp Scientifica και για την εισαγωγή των δοκιμαστικών σωλήνων προς πέψη στον θερμοαντιδραστήρα όταν η θερμοκρασία πέψης σχεδόν φτάνει.

6.10.4. ΣΥΝΤΗΡΗΣΗ

- Αλλάξτε, περιοδικά το νερό βρύσης στην δεξαμενή.
- Κατά την διάρκεια της λειτουργίας, εάν είναι αναγκαίο, αυξήστε το επίπεδο του νερού στο μέγιστο επίπεδο και όχι παραπάνω για την αποφυγή πιτσιλίσματος. Επίπεδο νερού χαμηλότερο από το ελάχιστο μπορεί να προκαλέσει δυσλειτουργίες στην αντλία.
- Κατά την διάρκεια μεγάλων περιόδων αδράνειας συστήνεται το άδειασμα της δεξαμενής τελείως και το πλύσιμο με νερό βρύσης όπως επίσης και τα βυθισμένα περιστρεφόμενα μέρη. Στην περίπτωση χρήσης

για αναρρόφηση αναθυμιάσεων που προέρχονται από την κατά Kjeldahl ορυκτοποίηση με σύνδεση σε πλυντηρίδα SMS προτείνεται να γίνεται απλή συντήρηση στο τέλος κάθε εργασιακής ημέρας.

Καθάρισμα: Αποσυνδέστε πάντα την μονάδα πριν το καθάρισμα. Χρησιμοποιήστε ένα υγρό πανί και ένα όχι ισχυρό και μη εύφλεκτο απορρυπαντικό

Κανόνες ασφαλείας:

- 1) Μην σηκώνετε την ομάδα κινητήρων κατά την διάρκεια της λειτουργίας επειδή το υγρό που βρίσκεται στο εσωτερικό μπορεί να πιτσιλίσει.
- 2) Αποσυνδέστε την μονάδα πριν καθαρίσετε το εσωτερικό της δεξαμενής.
- 3) Αποσυνδέστε πάντα τον εξοπλισμό πριν αλλάξετε ασφάλεια.

7. UDK152 Αυτόματη συσκευή απόσταξης και τιτλοδότησης της VELP SCIENTIFICA.

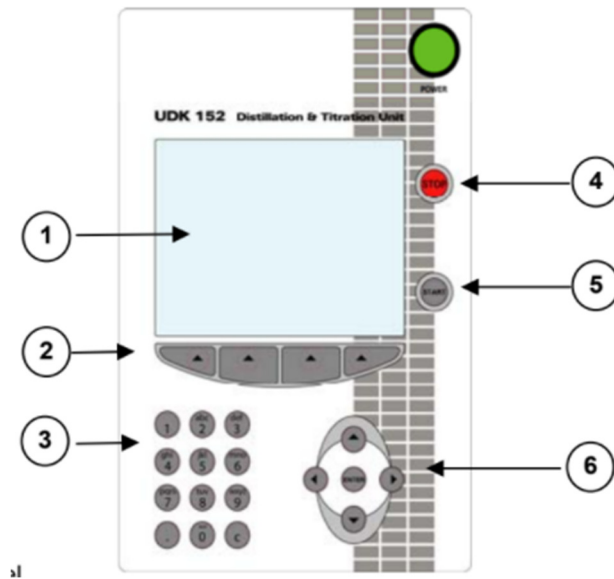
Στα πλαίσια της παρούσας εργασίας αναλύεται η συσκευή UDK 152 και όλες οι πληροφορίες για αυτή αντλήθηκαν από το εγχειρίδιο της εταιρείας.

7.1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Απόσταξη ατμού εφαρμόζεται στο εργαστήριο για κλασμάτωση αδιάλυτων στο νερό υγρών ή στερεών σύμφωνα με το νόμο του Ντάλτον για τις μερικές πιέσεις σε μείγμα αερίου. Χρησιμοποιείται επίσης στον διαχωρισμό χημικών από μείγματα ή διαλύματα μετά από μετατόπιση της ιοντικής ισορροπίας, προσθέτοντας οξέα ή βάσεις, όπως και στη μέθοδο Kjeldahl για προσδιορισμό ολικού αζώτου. Όπως έχει αναφερθεί σε προηγούμενα κεφάλαια η μέθοδος Kjeldahl είναι ακόμα η πλέον χρησιμοποιούμενη για τον προσδιορισμό ολικού αζώτου και περιεκτικότητα πρωτεϊνών σε τρόφιμα (επίσημη μέθοδος). Αυτό οφείλεται απλά στην ακρίβεια και την αναπαραγωγιμότητά του. Από τα

προηγούμενα μοντέλα της εταιρείας, πραγματοποιήθηκαν πολλές βελτιώσεις με στόχο τη μείωση της κατανάλωσης ενέργειας, του χώρου που καταλαμβάνει και την ποσότητα δειγμάτων που αναλύει. Η μονάδα απόσταξης και τιτλοδότησης UDK152 κατασκευασμένη από την Velp Scientifica είναι ένα πλήρες αυτοματοποιημένο σύστημα κατασκευασμένο για τις πιο απαιτητικές ανάγκες για κάθε εργαστηριακή άσκηση σε συνεχή λειτουργία και προσανατολισμένο στην υψηλή παραγωγικότητα και στα υψηλά πρότυπα ασφαλείας. Η UDK152 διαχειρίζεται αυτόματα όλες τις διαδικασίες μετά την φάση της πέψης του δείγματος: Απόσταξη και παράλληλα τιτλοδότηση συμπεριλαμβανομένου του υπολογισμού και της απομνημόνευσης του τελικού αποτελέσματος.

Όπως φαίνεται και στην εικόνα 1.7.1. η UDK152 είναι εφοδιασμένη με έναν πίνακα ελέγχου, η οποία δίνει την δυνατότητα επιλογής στην οθόνη LCD όλων των παραμέτρων που χρειάζεται να πραγματοποιήσει τις προαναφερθείσες φάσεις. Τα 4 πλήκτρα πολλαπλών εργασιών, επιτρέπουν την είσοδο σε διαφορετικά μενού και την περιήγηση και την επιλογή όλων των επιλογών προγραμματισμού. Χάρης το αλφαριθμητικό πληκτρολόγιο είναι δυνατό να γράψετε σε διάφορα μενού. Το πλήκτρο START επιτρέπει την έναρξη απόσταξης και τιτλοδότησης, το πλήκτρο STOP μπορεί να πατηθεί από τον χειριστή ώστε να σταματήσει όλες τις λειτουργίες και να επιστρέψει στο παράθυρο ρυθμίσεων.



Εικόνα 1.7.1.: Πίνακας ελέγχου. 1. Οθόνη LCD, 2. Πλήκτρα πολλαπλών εργασιών, 3. Αλφαριθμητικό μενού, 4. Πλήκτρο STOP, 5. Πλήκτρο START, 6. Πλοηγός.

Στη συσκευασία περιέχεται ο ακόλουθος εξοπλισμός:

1. Μονάδα απόσταξης και τιτλοδότησης
2. Δοκιμαστικός σωλήνας \varnothing 42 mm * 300 mm
3. Μία φιάλη Erlenmeyer, 250 ml, για συλλογή αποστάγματος
4. Λαβίδα για την αφαίρεση των καυτών δοκιμαστικών σωλήνων από τον αποστακτή
5. Σωλήνας για την σύνδεση με την βρύση.
6. Σωλήνες με αισθητήρες επιπέδου για τα αντιδραστήρια και την απόρριψη κατάλοιπων
7. Σωλήνες για τα κατάλοιπα
8. Σωλήνα για απόσταξη
9. Πληκτρολόγιο
10. Εγχειρίδιο χρήσης.

Η μονάδα απόσταξης και τιτλοδότησης UDK152, εικόνα 2.7.1., δημιουργήθηκε χάρις τις επαναστατικές τεχνολογίες και τα προηγμένα ηλεκτρονικά τα οποία επιτρέπουν τον απόλυτο αυτοματισμό των διάφορων φάσεων με τα υψηλότερα πρότυπα με αξιοπιστία και ασφάλεια. Η UDK152 διευθύνει αυτόματα όλες τις φάσεις της απόσταξης, όπως η προσθήκη αντιδραστηρίων μόνη της, η φάση τιτλοδότησης, η μέτρηση του τελικού αποτελέσματος και η αναρρόφηση υπολειμμάτων από την απόσταξη / τιτλοδότηση.

Η UDK152 εξοπλίζεται ειδικά με επαναστατικές συσκευές, υλικά και εξελιγμένη τεχνολογία.

- Η πατενταρισμένη γεννήτρια ατμών Velp Scientifica, χρησιμοποιείται για ιονισμό και απόσταξη νερού, μπορεί να παρέχει συνεχή παραγωγή ατμού με επακόλουθη αναπαραγωγιμότητα της ανάλυσης, χωρίς καμία συνήθη συντήρηση. Η ροή του ατμού είναι ελεγχόμενη από ένα λογισμικό το οποίο επιτρέπει την επιλογή μεταξύ γρήγορης ή αργής απόσταξης αναλόγως το προϊόν που αναλύεται.
- Ο πρωτοποριακός συμπυκνωτής τιτανίου χάρις στην βελτιστοποιημένη ανταλλαγή θερμότητας (μεταξύ αποστάγματος και νερού ψύξης) εξασφαλίζει δραστική εξοικονόμηση του νερού βρύσης.
- Η νέα κεφαλή εκκίνησης από τεχνοπολυμερές εξασφαλίζει τη βέλτιστη αντίσταση σε υψηλές θερμοκρασίες και διαβρωτικά χημικά που συμμετέχουν κατά την διάρκεια της απόσταξης.
- Η καινοτόμος εσωτερική χρωμομετρική μονάδα τιτλοδότησης κάνει χρωμομετρική τιτλοδότηση. Φτάνει στο τελικό σημείο χάρις σε ένα αυτόματο διάβασμα της αλλαγής χρώματος μέσα στο δοχείο τιτλοδότησης. Η παρουσία μίας προχοϊδας τιτλοδότησης, με ακρίβεια 2

μικρολίτρων τιτλοδοτούμενου διαλύματος ανά βήμα, εξασφαλίζει την καλύτερη ακρίβεια της ανάλυσης.

Άλλα χαρακτηριστικά του προϊόντος:

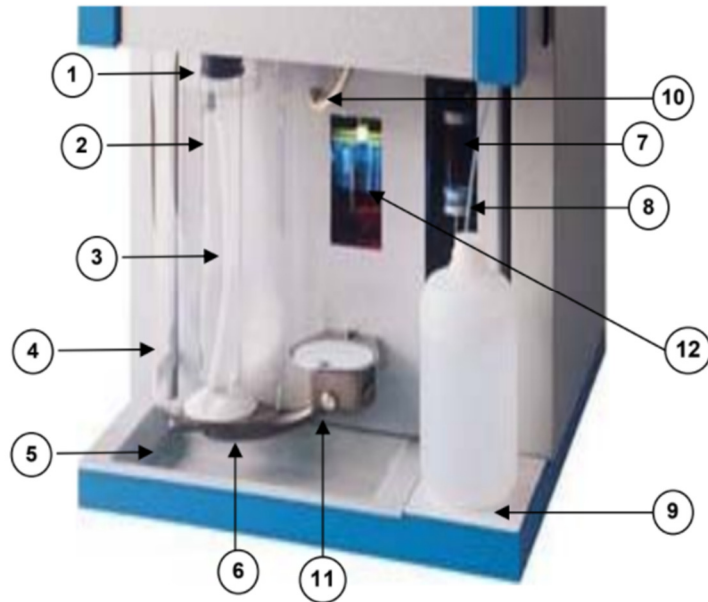
Διεπαφή: Η οθόνη επιτρέπει στον χειριστή να οπτικοποιήσει εύκολα και με ασφάλεια τις διάφορες φάσεις της ανάλυσης και να διαχειριστεί τον πλήρη έλεγχο του οργάνου. Τα 4 πλήκτρα πολλαπλών εργασιών και η κύλιση 4 κατευθύνσεων επιτρέπει την είσοδο σε διάφορα μενού και την επιλογή όλων των προγραμματισμένων επιλογών με έναν πολύ εύκολο τρόπο.

Προσαρμοστικότητα: Είναι δυνατή η επιλογή μεταξύ 7 διαφορετικών γλωσσών για την αλληλεπίδραση με την μονάδα και την οπτικοποίηση στην οθόνη των παραμέτρων.

Συνδεσιμότητα: Η UDK152 μπορεί να συνδεθεί σε εκτυπωτή ή PC έτσι ώστε να εκτυπωθούν και να απομνημονευθούν σε ηλεκτρονική μορφή τα δεδομένα της ανάλυσης, σύμφωνα με το G.L.P. Είναι δυνατή η σύνδεση του οργάνου με εξωτερικό πληκτρολόγιο για την είσοδο όλων των δεδομένων. Επιπλέον η UDK152 μπορεί να συνδεθεί σε διάφορους τύπους αναλυτικών ζυγών με σκοπό να αποφευχθούν σφάλματα μεταγραφής στο βάρος του δείγματος.

Εργονομία και ασφάλεια: Μια καινοτόμος τοποθέτηση συστήματος επιτρέπει γρήγορη και ασφαλή αλλαγή του σωλήνα απόσταξης, επιτρέποντας στον χρήστη την τοποθέτηση σωλήνων σε διαφορετικά ύψη. Η UDK152 θωρακίζεται με έναν μεγάλο αριθμό από συσκευές ασφάλειας ικανές να ανιχνεύσουν πότε τα αντιδραστήρια κοντεύουν να εξαντληθούν, αν οι σωλήνες λείπουν ή έχουν τοποθετηθεί λάθος, αν η μπροστινή πόρτα ασφαλείας δεν έχει κλείσει σωστά, εάν το νερό ψύξης δεν επαρκεί για την διασφάλιση της απόλυτης ασφάλειας του χρήστη και την αναπαραγωγικότητα της ανάλυσης.

Περιβάλλον: Το νερό ψύξης σταματά όταν σταματά η ανάλυση, με σκοπό την μείωση κατανάλωσης νερού.



Εικόνα 2.7.1.: Εξαρτήματα της μονάδας απόσταξης / τιτλοδότησης. 1. Ένωση σωλήνων με πλαστικό προστατευτικό, 2. Δοκιμαστικός σωλήνας, 3. Σωλήνας φόρτωσης H_2O τεφλόν, 4. Ασπίδας ασφαλείας, 5. Δίσκος στάγδην, 6. Δοκιμαστικός σωλήνας πίεσης, 7. Προχοΐδα, 8. Σωλήνας φόρτωσης τιτλοδότησης, 9. Υποστηρικτής για το διάλυμα τιτλοδότησης, 10. Είσοδο σωλήνα απόσταξης, 11. Υποστηρικτικό δοχείο, 12. Δοχείο

Στην εικόνα 3.7.1. φαίνεται το πλήκτρο πολλαπλών εργασιών. Πατώντας ένα από τα 4 πλήκτρα, ο χειριστής μπαίνει στα ξεχωριστά μενού και υπομενού του συστήματος. Η λειτουργία του κάθε πλήκτρου αλλάζει σύμφωνα με το περιεχόμενο που εμφανίζεται στην οθόνη.



Εικόνα 3.7.1.: Πλήκτρο πολλαπλών εργασιών.

Στην εικόνα 4.7.1. παρουσιάζεται το πλήκτρο START. Το γκρι πλήκτρο START, βρίσκεται στην δεξιά μεριά της οθόνης, επιτρέπει την έναρξη της απόσταξης και τιτλοδότησης του δείγματος.



Εικόνα 4.7.1.: Πλήκτρο START.

Στην εικόνα 5.7.1. εμφανίζεται το πλήκτρο STOP. Το κόκκινο κουμπί STOP, βρίσκεται στην δεξιά μεριά της οθόνης, επιτρέπει το σταμάτημα των λειτουργιών εκείνη την στιγμή. Μπορεί να πατηθεί οποιαδήποτε στιγμή. Ο χρήστης μπορεί να επιστρέψει στο παράθυρο ρυθμίσεων.



Εικόνα 5.7.1.: Πλήκτρο STOP.

Στην εικόνα 6.7.1. παρουσιάζεται ο κεντρικός διακόπτης. Το πράσινο πλήκτρο επιτρέπει στον χρήστη να ενεργοποιήσει το όργανο (ON/OFF). Το πράσινο φως υποδεικνύει ότι το όργανο είναι ενεργό.



Εικόνα 6.7.1.: Κεντρικός διακόπτης.

Στην εικόνα 7.7.1. φαίνεται ο πλοηγός. Το 4^{ων} κατευθύνσεων πλήκτρο πλοήγησης επιτρέπει στον χρήστη να δει όλα τα μενού και υπομενού για τους ελέγχους, τις μεθόδους, τις αναλύσεις και τις λειτουργίες και να επιλεγούν οι κατάλληλες επιλογές (πιέζοντας ENTER).



Εικόνα 7.7.1.: Πλοηγός.

Στην εικόνα 8.7.1. εμφανίζεται το αλφαριθμητικό πληκτρολόγιο. Το αλφαριθμητικό πληκτρολόγιο επιτρέπει να γράψουμε αριθμούς και γράμματα.

Μπορεί να χρησιμοποιηθεί για διάφορους λόγους αναλόγως τις διαφορετικές λειτουργίες. Πατώντας ένα πλήκτρο, το επιλεγμένο γράμμα αναβοσβήνει για 3 δευτερόλεπτα και ο κέρσορας αυτόματα μετακινείται στην επόμενη θέση για την επιλογή νέου γράμματος. Είναι δυνατό να μετακινηθείτε μέσα στην γραμμή με τα πλήκτρα αριστερό / δεξί της πλοήγησης.



Εικόνα 8.7.1.: Αλφαριθμητικό πληκτρολόγιο.

7.2. Χημικά που χρησιμοποιούνται κατά την απόσταξη και την τιτλοδότηση και ουσίες που παράγονται από αυτές τις διαδικασίες

Τα χημικά που χρησιμοποιούνται για την απόσταξη και την τιτλοδότηση είναι δυνητικά επικίνδυνα και πρέπει να χειρίζονται με προσοχή.

3) Διάλυμα υποδοχής: Η προετοιμασία και η συντήρηση των δειγμάτων είναι θεμελιώδης.

Προετοιμασία διαλύματος δέκτη:

Σε 1 l διαλύματος βορικού οξέος (H_3BO_3) 4% προσθέστε τις ακόλουθες τιμές διαλυμάτων δεικτών:

- 10 ml πράσινο της βρωμοκρεσόλης.
- 7 ml κόκκινο του μεθυλίου.

Το όργανο είναι ικανό να κάνει τον χρωματικό έλεγχο του βορικού οξέος.

Σημείωση: Για τη σωστή χρήση του διαλύματος δέκτη προτείνεται να αποθηκευτεί το διάλυμα σε σκοτάδι και σε θερμοκρασία 10 – 15°C. Είναι σημαντικό να γνωρίζουμε κατά προσέγγιση τον αριθμό των αναλύσεων που κάνουμε έτσι ώστε να φτιάχνουμε φρέσκο διάλυμα κάθε 2 εβδομάδες.

Βορικό οξύ (H_3BO_3): διάλυμα 4%. Η χαμηλή συγκέντρωση είναι εξαιτίας του γεγονότος ότι το βορικό οξύ κρυσταλοποιείται σε χαμηλές θερμοκρασίες και αυτό μπορεί να δημιουργήσει μακροπρόθεσμα προβλήματα στα υδραυλικά κυκλώματα του οργάνου. Κατάποση ή απορρόφηση μπορεί να προκαλέσει ναυτία, εμετό και διάρροια. Αραιωμένα διαλύματα χρησιμοποιούνται ως αντισηπτικά. Δείκτες: Πράσινο βρωμοκρεσόλης και κόκκινο του μεθυλίου.

Προετοιμασία διαλύματος δεικτών:

- Διαλύστε σε 100 ml αιθανόλης 0,1 gr πράσινο βρωμοκρεσόλης.
- Διαλύστε σε 100 ml αιθανόλης 0,1 gr κόκκινο μεθυλίου.

4) Υδροξείδιο του νατρίου ($NaOH$): Η Velp προτείνει τη χρήση διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 30 – 35% w/v, έτσι ώστε να αποφευχθούν πιτσιλίσματα επειδή, είναι τόσο βίαιες οι αντιδράσεις στους δοκιμαστικούς σωλήνες. Είναι διαβρωτικό σε όλους τους ιστούς του σώματος. Μπορεί να προκαλέσει σοβαρά εγκαύματα. Προφυλάξτε το δέρμα και τα μάτια. Εάν το διάλυμα προετοιμάζεται για κλίμακες, προσθέστε αυτό στο νερό και όχι το αντίστροφο. Η κατάποση μπορεί να προκαλέσει εμετό, κατάπνωση, κατάρρευση. Μπορεί να προκαλέσει και ουλές.

Προσοχή: Μην προσπαθήσετε να προκαλέσετε εμετό.

5) Διάλυμα τιτλοδότησης: Χρησιμοποιείται θειικό οξύ (H_2SO_4) ή υδροχλωρικό οξύ (HCl), διάλυμα 0,1 – 0,2 N. Η επιλογή της συγκέντρωσης

του διαλύματος τιτλοδότησης εξαρτάται από το περιεχόμενο άζωτο του δείγματος που αναλύεται. Η προχοΐδα της Velp είναι ικανή να διανέμει 50 ml μέγιστη τιμή.

Όπως έχει προαναφερθεί κατά την απόσταξη και την τιτλοδότηση παράγονται ουσίες οι οποίες μπορούν να γίνουν δυνητικά επικίνδυνες για τον χειριστή και το περιβάλλον. Τα υπολείμματα της απόσταξης περιέχουν τοξικούς καταλύτες. Η χρήση τοξικών μετάλλων όπως υδράργυρος, σελήνιο ή χαλκός σαν καταλύτες της πέψης τα αφήνουν ως υπολείμματα της απόσταξης. Αυτά πρέπει να συλλέγονται σε κατάλληλα βάζα και να απορρίπτονται με φιλικό προς το περιβάλλον τρόπο. Τα υπολείμματα της τιτλοδότησης πρέπει να συλλέγονται σε κατάλληλα δοχεία και να απορρίπτονται με τρόπο φιλικό στο περιβάλλον και σύμφωνα με την τοπική νομοθεσία της χώρας.

7.3. Συναρμολόγηση και Εγκατάσταση

Μετά το ξεπακετάρισμά του, το όργανο πρέπει να τοποθετηθεί σε ένα εργαστηριακό πάγκο κοντά σε βρύση νερού, το οποίο είναι απαραίτητο για ψύξη του αποστάγματος και κοντά σε έναν νεροχύτη για την απαλλαγή του.

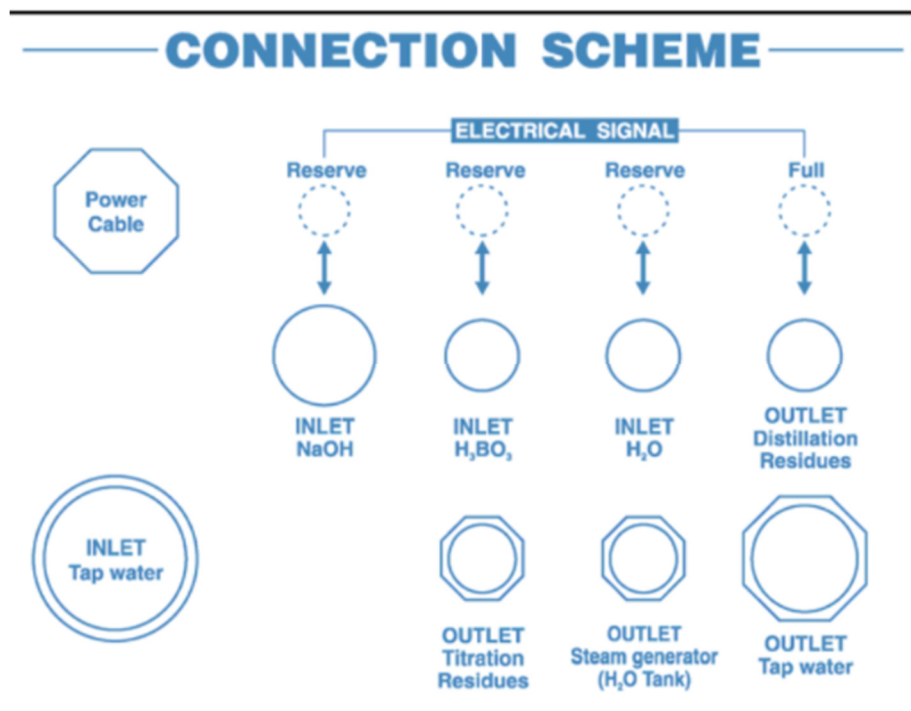
Το όργανο απαιτεί ροή νερού βρύσης της τάξης:

- 1 l/min σε θερμοκρασία 30°C
- 0,5 l/min σε θερμοκρασία 15°C

Η παροχή νερού απαιτείται μόνο κατά την διάρκεια της απόσταξης και μετά διακόπτεται αυτόματα κατά την διάρκεια των άλλων φάσεων.

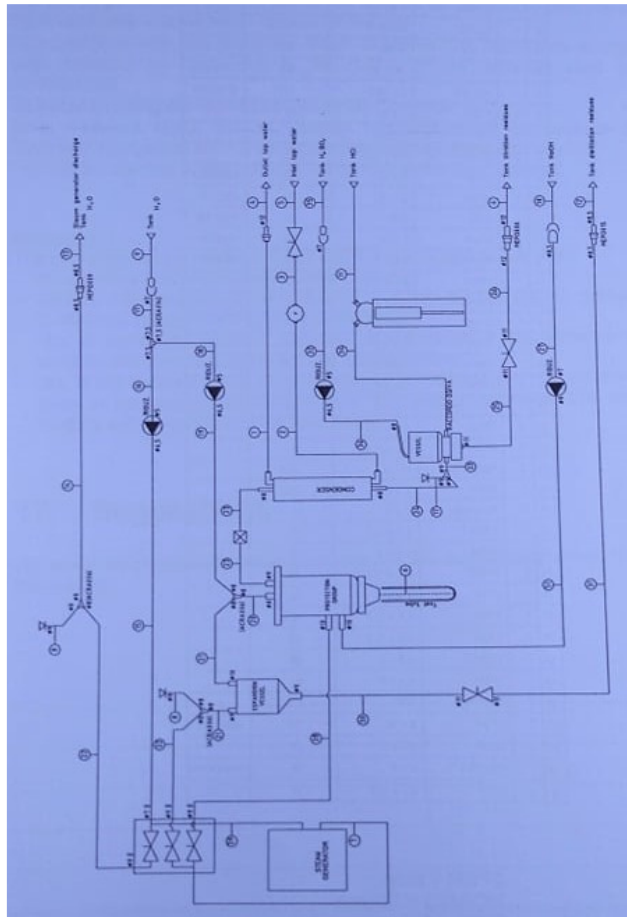
Οι δεξαμενές για διαλύματα $NaOH-H_2O-H_3BO_3$ και για την συλλογή των υπολειμμάτων της απόσταξης και της τιτλοδότησης τοποθετούνται κάτω από

την μονάδα στον εργαστηριακό πάγκο ή στην πίσω μεριά του. Οι δεξαμενές δεν παρέχονται με το μηχάνημα γιατί ο όγκος τους καθορίζεται σύμφωνα με τις συγκεκριμένες ανάγκες. Συνήθως χρησιμοποιούνται μπιτόνια των 10 ή 20 l. Το δοχείο του τιτλοδότη πρέπει να τοποθετηθεί στην αντίθετη υποστήριξη του οργάνου. Η συνδεσμολογία του οργάνου φαίνεται στο ακόλουθο διάγραμμα (εικόνα 1.7.3.):



Εικόνα 1.7.3.: Διάγραμμα συνδεσμολογίας.

Στην εικόνα 2.7.3. φαίνεται το διάγραμμα με το υδραυλικό σύστημα του οργάνου.



Εικόνα 2.7.3.: Διάγραμμα υδραυλικού συστήματος οργάνου.

Συνδέουμε τα στηρίγματα των σωλήνων στο πίσω μέρος έτσι ώστε να ταυτίζονται με τις αυτοκόλλητες ετικέτες.

Είσοδος νερού ψύξης (νερό βρύσης): Ανοίξτε τη βρύση όσο χρειάζεται, έτσι ώστε να επιτευχθεί η ροή του νερού που απαιτείται στην ψύξη κατά την απόσταση. Το νερό χρησιμοποιείται μόνο κατά την διάρκεια της απόσταξης έτσι ώστε να μειωθεί η κατανάλωσή του. Συνδέστε την μονάδα στην βρύση με το σωλήνα με τις βιδωτές ενώσεις.

Είσοδος αποσταγμένου νερού (ή απιονισμένο, χωρίς αμμωνία): για την τροφοδότηση της γεννήτριας ατμού και την αραίωση του δείγματος. Συνδέστε τον αντίστοιχο μαύρο σωλήνα στον αισθητήρα επιπέδων και τοποθετήστε την κάτω μεριά στο κατάλληλο μιπτόνι και την άλλη μεριά στην υποδοχή.

Είσοδος υδροξειδίου του νατρίου (32 – 35%, για ανάλυση Kjeldahl): Συνδέστε τον αντίστοιχο λευκό σωλήνα στον αισθητήρα επιπέδου. Η γρήγορη σύνδεση είναι διαφορετική από τις άλλες δύο (H_2O και H_3BO_3) έτσι ώστε να αποφευχθούν μπερδέματα με πιθανές ζημιές στους σωλήνες και στα εσωτερικά μέρη του οργάνου. Τοποθετήστε το τέλος του σωλήνα με τον αισθητήρα επιπέδου στην βάση στο αντίστοιχο μπιτόνι.

Είσοδος διαλύματος υποδοχής (Βορικό οξύ 4% με δείκτες): Συνδέστε τον αντίστοιχο κόκκινο σωλήνα στον αισθητήρα επιπέδου και σπρώξτε το τερματικό μέρος του σωλήνα στον πάτο του αντίστοιχου δοχείου.

Απόρριψη του νερού ψύξης από τον συμπυκνωτή: Επαληθεύστε ότι κατά την διάρκεια της απόσταξης / τιτλοδότησης υπάρχει μία ελάχιστη ροή της τάξης των 0,5 l/min, εάν η θερμοκρασία είναι περίπου 15°C. Συνδέστε τον σωλήνα PVC (Διάμετρος 10*14 mm) με το χέρι στην αντίστοιχη υποδοχή και στον νεροχύτη.

Απόρριψη των υπολειμμάτων απόσταξης: από τον δοκιμαστικό σωλήνα της απόσταξης (εάν επιλεγεί στο εργασιακό πρόγραμμα). Συνδέστε τον αντίστοιχο μαύρο σωλήνα στον αισθητήρα του επιπέδου. Το τελικό τμήμα του σωλήνα με τον αισθητήρα τοποθετείται στο πάνω μέρος του δοχείου συλλογής. Ρυθμίστε το ύψος του αισθητήρα σύμφωνα με τον τύπο του χρησιμοποιούμενου δοχείου. Προσοχή: Διάλυμα υψηλής θερμοκρασίας.

Απόρριψη ζεστού νερού από τη γεννήτρια ατμού: Στο τέλος κάθε απόσταξης η γεννήτρια ατμού στέλνει προς απόρριψη το νερό που υπάρχει σε αυτήν και αυτό μπορεί να επιστραφεί στην δεξαμενή αποσταγμένου νερού. Πιέστε με το χέρι τον σωλήνα σιλικόνης (διάμετρος 6*9 mm) στην αντίστοιχη υποδοχή και συνδέστε την δεξαμενή για το νερό απόσταξης για την επιστροφή του.

Απόρριψη υπολειμμάτων του δοχείου τιτλοδότησης: Πιέστε με το χέρι τον σωλήνα PVC (\varnothing 10*14 mm) στην αντίστοιχη υποδοχή και τοποθετείστε την άλλη

μεριά μέσα σε δοχείο επιτρέποντας τη σωστή του διάθεση, τοποθετώντας το στο υψηλότερο σημείο του δοχείου. Η απόρριψη των υπολειμμάτων τιτλοδότησης γίνεται χάρις την βαρύτητα, τοποθετήστε το άκρο του σωλήνα μέσα στο δοχείο σε κατώτερο επίπεδο από τον εργαστηριακό πάγκο που εντοπίζεται το όργανο.

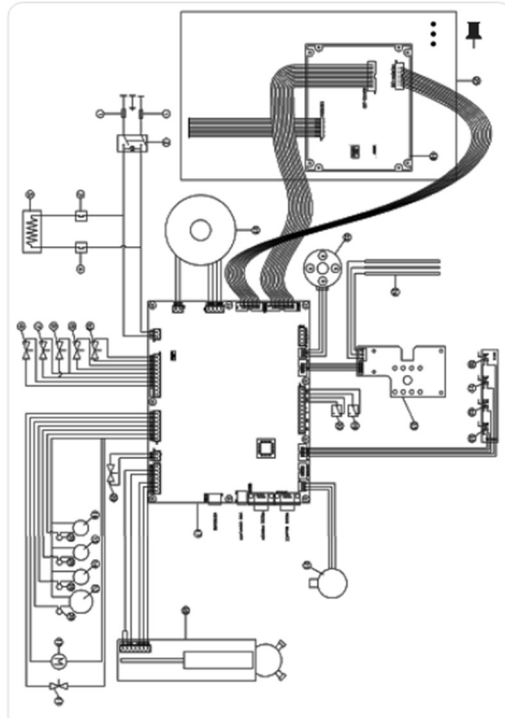
Σημείωση: Είναι σημαντικό ο σωλήνας να μην βυθιστεί στις απορρίψεις μετ' επιστροφή.

Στην μπροστινή πλευρά του οργάνου, τοποθετήστε τον τριχοειδή σωλήνα (διαφανές τεφλόν) και συνδέστε τον στην προχοΐδα τιτλοδότησης, εντός της φιάλης του διαλύματος τιτλοδότησης.

Σημαντικό:

- Τοποθετείστε τα μπιτόνια του νερού απόσταξης, υδροξειδίου του νατρίου και βορικού οξέος στο πάτωμα και όχι στο ίδιο επίπεδο με τη μονάδα στον πάγκο με σκοπό να αποφύγετε την αναρρόφηση αέρα στους σωλήνες.
- Ο σωλήνας με το διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου πρέπει να διατηρείται συνεχώς γεμάτος ή εναλλακτικά ο χειριστής μπορεί να αδειάσει και να πλύνει τον σωλήνα στο τέλος της εργασίας: πρακτικά, αυτό το διάλυμα σε επαφή με τον αέρα δημιουργεί κρυστάλλους που τείνουν να εμποδίσουν την σωστή λειτουργία της μονάδας.
- Εάν οι ηλεκτρονικές επαφές των αισθητήρων επιπέδου και πλήρους γεμίσματος των δοχείων δεν είναι συνδεδεμένες, η μονάδα λειτουργεί κανονικά και το πλήρες γέμισμα δεν εμφανίζεται στην συσκευή.

Στην εικόνα 3.7.3. παρουσιάζεται το διάγραμμα το ηλεκτρονικό σύστημα του οργάνου.



Εικόνα 3.7.3.: Διάγραμμα ηλεκτρονικού συστήματος του οργάνου.

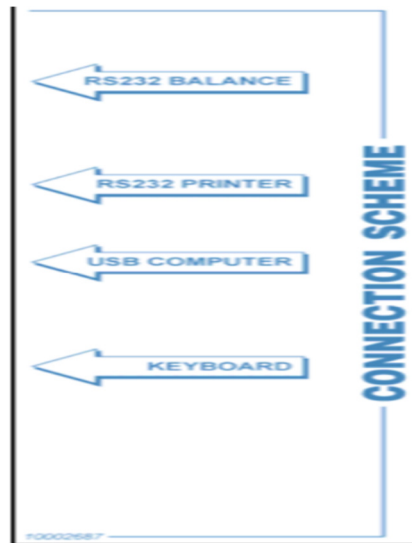
Πριν την σύνδεση του οργάνου στο δίκτυο, σιγουρευτείτε ότι ο κεντρικός διακόπτης δεν είναι πατημένος και επαληθεύστε ότι οι τιμές που αναγράφονται στις ετικέτες αντιστοιχούν σε αυτές του δικτύου. Το όργανο λειτουργεί στα 220 – 240 V, 50/60 Hz. Χρησιμοποιείτε το καλώδιο τροφοδοσίας με πρίζα, ώστε να συνδέσετε το όργανο με το δίκτυο.

Το όργανο αποστέλλεται ήδη προγραμματισμένο για 230 V/50 Hz. Εάν η τροφοδοσία είναι 220V/ 60Hz, απαιτείται η επιλογή της σωστής τροφοδοσίας από το μενού (Functions/ Settings/ Frequency).

Σημείωση: Ο γενικός διακόπτης επιτρέπει την αποσύνδεση του οργάνου από το δίκτυο, όταν το όργανο δεν χρησιμοποιείται, για να μειωθεί η κατανάλωση ενέργειας.

Η μονάδα απόσταξης / τιτλοδότησης μπορεί να συνδεθεί όπως φαίνεται και στο διάγραμμα της εικόνας 4.7.3. σε διάφορες εξωτερικές συσκευές, ζυγαριά, εκτυπωτή, υπολογιστή, πληκτρολόγιο, χάρις στις συνδέσεις που εντοπίζονται

στον οπίσθιο πίνακα και είναι χρήσιμες στη βελτιστοποίηση της παραγωγικότητας.



Εικόνα 4.7.3.: Διάγραμμα σύνδεσης εξωτερικών συσκευών.

Σύνδεση ζυγού: Η UDK 152 μπορεί να συνδεθεί στα πιο συνηθισμένα μοντέλα αναλυτικών ζυγών, με σκοπό να μπορούμε να εισάγουμε τις τιμές του βάρους χωρίς την πιθανότητα λάθους κατά την μεταγραφή και να επιτευχθούν σωστά αποτελέσματα. Με σκοπό την βελτιστοποίηση των συνδέσεων, τοποθετείστε το ζυγό στην δεξιά πλευρά της μονάδας και συνδέστε τον στην θύρα (RS232 9pin) με σειριακό καλώδιο (cod. A00000005) αρσενικό/ θηλυκό. Για μοντέλα Sartorius και AND είναι απαραίτητος ένας αντάπτορας 25/9 ακίδες. Χρησιμοποιείτε το μενού Functions/ Settings/ Balances για να επιλέξετε την σύνδεση ζυγού.

Σύνδεση εκτυπωτή: Το όργανο μπορεί να συνδεθεί σε εκτυπωτή (cod. A00001009) με σειριακό καλώδιο, με σκοπό να εκτυπώσετε όλα τα αποτελέσματα και τις μεθόδους αναφορικά με τα τεστ που γίνονται.

Σύνδεση υπολογιστή: Το όργανο μπορεί να συνδεθεί με θύρα USB σε υπολογιστή με σκοπό να αποθηκευτούν τα δεδομένα και τις σχετικές μεθόδους με τις δοκιμές που γίνονται χρησιμοποιώντας ένα συγκεκριμένο λογισμικό (cod.

A00000084). Με αυτό το λογισμικό, είναι δυνατόν να συλλέξετε απευθείας στατιστικά αποτελέσματα όπως M.O, S.D και RSD% από αρκετές αναλύσεις.

Σημείωση: Εάν η σύνδεση UDK – PC είναι ενεργή, η επιλογή PRINT (εκτύπωση) είναι ανενεργή.

Σύνδεση πληκτρολογίου: Το όργανο μπορεί να συνδεθεί με εξωτερικό πληκτρολόγιο (cod. A00000009) με σκοπό να γράψετε όλα τα δεδομένα και τις μεθόδους που αναφέρονται στις δοκιμές που γίνονται.

Στο τέλος της εγκατάστασης του οργάνου προχωρήστε ως εξής:

- Τοποθετήστε τον δοκιμαστικό σωλήνα στη σωστή θέση.
Σημείωση: Με σκοπό να τοποθετήσετε τον δοκιμαστικό σωλήνα πιέστε κάτω τον ισοπεδωτή και τοποθετήστε τον σωλήνα από τεφλόν μέσα στο δοκιμαστικό σωλήνα.
- Κλείστε το προστατευτικό μπροστινό πορτάκι.
- Ανοίξτε το νερό βρύσης.
- Βεβαιωθείτε ότι ο τριχοειδής σωλήνας (διαφανές τεφλόν) είναι μέσα στην φιάλη τιτλοδότησης.

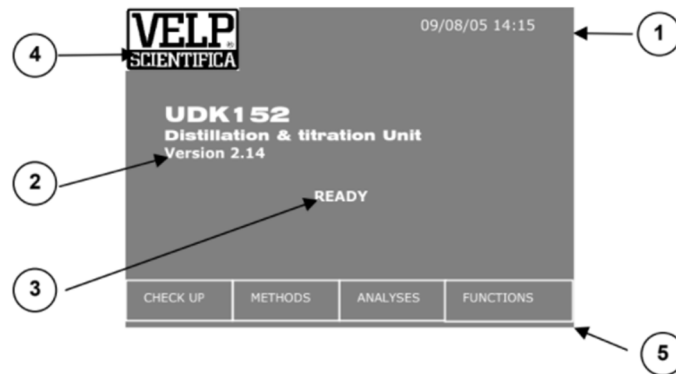
Ανάψτε το όργανο πατώντας τον γενικό διακόπτη POWER (led αναμμένο) στο μπροστινό μέρος του οργάνου. Το όργανο αρχίζει ταυτόχρονα τα ακόλουθα βήματα:

- 3 λεπτά προθέρμανση (Στην οθόνη εμφανίζεται η αντίστροφη μέτρηση της προθέρμανσης).
- Η προχοΐδα αρχίζει διαδικασία εκκίνησης με σκοπό να γίνει σωστή τιτλοδότηση,

Σημείωση: Κατά την διάρκεια της προθέρμανσης η προχοΐδα είναι εντελώς άδεια και γεμίζει με το επιλεγμένο διάλυμα τιτλοδότησης, με σκοπό να εξαλειφθούν οι φυσαλίδες στο σύστημα. Κατά τη διάρκεια της προθέρμανσης είναι δυνατό να εμφανιστούν στην οθόνη οι μέθοδοι που περιλαμβάνονται στην μνήμη της μονάδας ή οι ρυθμίσεις νέων μεθόδων ανάλυσης σύμφωνα με τις επιθυμίες του χειριστή.

Ένα ηχητικό σήμα ενημερώνει ότι η προθέρμανση τελείωσε και η οθόνη εμφανίζει: UNIT READY. Το όργανο είναι έτοιμο για χρήση.

Η οθόνη εμφανίζει το κύριο παράθυρο (εικόνα 5.7.3.) το οποίο δείχνει ημέρα και ώρα, όνομα οργάνου και λογισμικό, σήμα εταιρίας κατασκευής και τα κύρια μενού στα οποία ο χειριστής μπαίνει χρησιμοποιώντας τα 4 πλήκτρα πλοήγησης.



Εικόνα 5.7.3.: Κεντρικό παράθυρο. 1. Ημερομηνία και ώρα, 2. Όνομα οργάνου και τύπος λογισμικού, 3. Εκκίνηση, 4. Λογότυπο της VELD, 5. Κεντρικό μενού.

Σημείωση: Πριν χρησιμοποιήσετε το όργανο είναι απαραίτητο να μπείτε στο μενού << CHECK - UP>> με σκοπό να πραγματοποιηθεί το γέμισμα του σωλήνα και ο χρωματικός έλεγχος του διαλύματος υποδοχής.

7.4 Επιλογές μενού

Μετά την ενεργοποίηση του οργάνου, η οθόνη δείχνει το κεντρικό παράθυρο με τα 4 μενού τα οποία μπορούν να επιλεγούν από τα πλήκτρα πλοήγησης. Κάθε μενού περιέχει διαφορετικά υπομενού, τα οποία μπορούν να επιλεγούν από τα πλήκτρα πλοήγησης στον πίνακα ελέγχου.

1. Check – up (έλεγχος).

- Manual check – up (χειροκίνητος έλεγχος).
- Automatic check – up (αυτόματος έλεγχος).

2. Methods (μέθοδοι).

- Standard methods (πρότυπες μεθόδους).
- Customizable methods (προσαρτημένες μεθόδους).

3. Analyses (Αναλύσεις).

- Washing (πλύσιμο).
- Blank (κενό).
- Distillation / Titration (Απόσταξη / Τιτλοδότηση).

4. Functions (λειτουργίες).

- Set – up (ρυθμίσεις).
- Calibration (βαθμονομήσεις).
- Service (υπηρεσία).
- 4. Print menu (μενού εκτύπωσης).
- 5. PC connection (σύνδεση με υπολογιστή).

Χρησιμοποιώντας το μενού << CHECK - UP>>, είναι δυνατόν να ελεγχθούν τα αντιδραστήρια εντός του υδραυλικού κυκλώματος, για μια σωστή προετοιμασία του συλλεγόμενου διαλύματος αμμωνίας και για την σωστή ανταπόκριση της προχοΐδας τιτλοδότησης. Όλοι αυτοί οι έλεγχοι μπορούν να γίνουν αυτόματα ή χειροκίνητα κάθε φορά κατά την διάρκεια του εργασιακού κύκλου.

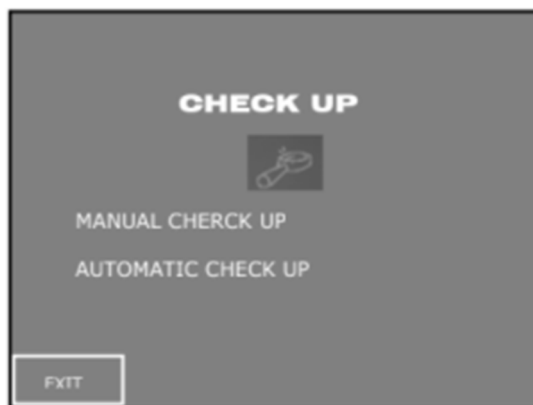
Σημείωση: Είναι αυστηρά απαραίτητο να γίνονται όλοι οι έλεγχοι κατά την διάρκεια της εγκατάστασης του οργάνου. Η Velp Scientifica προτείνει να γίνονται οι έλεγχοι καθημερινά, όταν ενεργοποιείται το όργανο, πριν αρχίσει το πρόγραμμα ανάλυσης.

Πατήστε το κουμπί λειτουργιών << CHECK - UP>> .

Το μενού << CHECK - UP>> (εικόνα 1.7.4.) περιέχει τα ακόλουθα υπομενού

- MANUAL CHECK – UP.
- AUTOMATIC CHECH – UP.

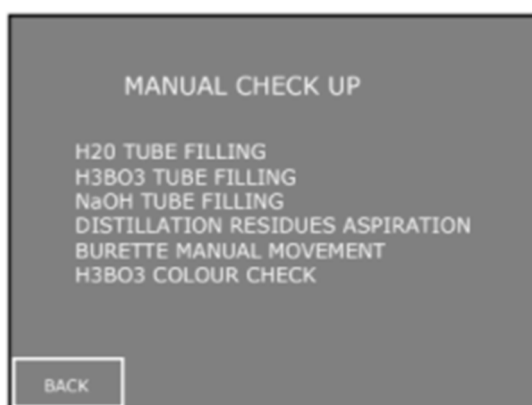
Για επιστροφή στο κύριο παράθυρο πατήστε το πλήκτρο EXIT.



Εικόνα 1.7.4.: Το μενού CHECK – UP.

Εάν επιλέξετε <<MANUAL CHECK - UP>> και πατήσετε ENTER για επιβεβαίωση, η οθόνη θα εμφανίσει όλες τις λειτουργίες που μπορούν να εκτελεσθούν όπως φαίνεται στην εικόνα 2.7.4.

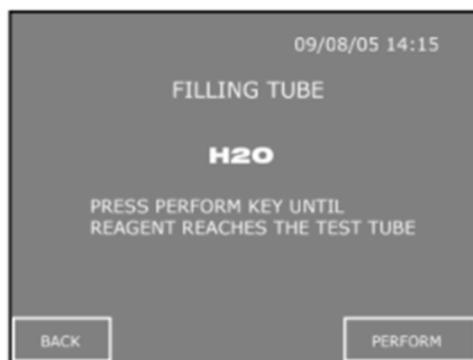
Με τον κέρσορα είναι δυνατό να πλοηγηθείτε σε διαφορετικές επιλογές, οι οποίες επιβεβαιώνονται με το πλήκτρο 'ENTER'.



Εικόνα 2.7.4.: Το υπομενού MANUAL CKECK – UP.

Γέμισμα σωλήνων

A – Επιλέξτε <<H₂O TUBE FILLING>> και πατήστε ENTER. Η οθόνη θα εμφανίσει την επιλεγμένη λειτουργία όπως εμφανίζεται στην εικόνα 3.7.4.



Εικόνα 3.7.4.: Επιλογή H_2O TUBE FILLING.

B – Πατήστε << PERFORM>> μέχρι το νερό αραίωσης να φτάσει στο δοκιμαστικό σωλήνα. Με αυτό τον τρόπο ο χειριστής είναι σίγουρος για το πλήρες γέμισμα του κυκλώματος αραίωσης νερού. Στο τέλος αυτής της λειτουργίας πατήστε <<BACK>> , για να επιστρέψετε στο προηγούμενο παράθυρο. Οι ίδιες λειτουργίες ισχύουν και για το γέμισμα του σωλήνα για το $NaOH$ και το HO_3BO_3 .

Αναρρόφηση υπολειμμάτων απόσταξης:

Όταν γίνεται το γέμισμα των σωλήνων, οι δοκιμαστικοί σωλήνες καταλήγουν να γεμίζουν με αντιδραστήρια, οπότε είναι ανάγκη να αναρροφηθούν τα υπολείμματα.

A – Επιλέξτε την επιλογή <<DISTILLATION RESIDUE ASPIRATION>> και πατήστε ENTER. Η οθόνη θα εμφανίσει την επιλεγμένη λειτουργία όπως φαίνεται στην εικόνα 4.7.4.



Εικόνα 4.7.4.: Επιλογή DISTILLATION RESIDUE ASPIRATION.

B – Πατήστε <<PUSH>> έως όταν αδειάσουν οι δοκιμαστικοί σωλήνες. Στο τέλος της διαδικασίας πιέστε το <<BACK>> για να επιστρέψετε στο προηγούμενο παράθυρο.

Σημείωση: Εάν το όργανο δεν λειτουργούσε, η λειτουργία αναρρόφησης θα χρειαστεί μερικά δευτερόλεπτα.

Χειροκίνητη κίνηση προχοϊδας.

Αυτή η διαδικασία επιτρέπει στον χρήστη να κάνει χειροκίνητα γέμισμα / άδειασμα της προχοϊδας τιτλοδότησης.

Επιλέξτε <<BURETTE MANUAL MOVEMENT>> και πατήστε ENTER όπως δείχνει η εικόνα 5.7.4.



Εικόνα 5.7.4.: Επιλογή BURETTE MANUAL MOVEMENT.

Με τον κέρσορα είναι δυνατό να περιηγηθείτε στις διάφορες επιλογές. Εάν επιλέξετε <<CONNECTION BURETTE / TITRANT SOLUTION>>, η προχοΐδα θα συνδεθεί με την φιάλη τιτλοδότησης. Εάν επιλέξετε <<CONNECTION BURETTE / VESSEL>> θα γίνει σύνδεση ανάμεσα στην προχοΐδα και στο δοχείο τιτλοδότησης.

Και στις δύο περιπτώσεις, πιέζοντας τα αντίστοιχα είναι δυνατό να αναρροφήσετε ή να εξουδετερώσετε το διάλυμα τιτλοδότησης όταν απαιτείται κάποια αλλαγή στον τύπο ή στην σύσταση του διαλύματος τιτλοδότησης. Στο τέλος της διαδικασίας, πατήστε <<BACK>> για επιστροφή στο προηγούμενο παράθυρο.

Σημείωση: Είναι σημαντικό να κάνεις αυτή τη διαδικασία κάθε φορά που ο τύπος του διαλύματος τιτλοδότησης αλλάζει και όταν εμφανίζονται φυσαλίδες μέσα στους σωλήνες μετάδοσης της προχοΐδας. Φροντίστε να εξουδετερώσετε τελείως τις φυσαλίδες, έτσι ώστε να πάρετε σωστά και αξιόπιστα αποτελέσματα. Ελέγξτε ότι ο σωλήνας από τεφλόν ο οποίος συνδέει το δοχείο τιτλοδότησης είναι εντελώς γεμάτος με διάλυμα τιτλοδότησης.

Χρωματικός έλεγχος βορικού οξέος (διάλυμα υποδοχής).

Η σωστή προετοιμασία του διαλύματος βορικού οξέος με δείκτες, είναι σημαντική ώστε να πάρουμε αξιόπιστα τελικά αποτελέσματα.

A – Επιλέξτε << H_3BO_3 COLOR CHECK>> και πατήστε ENTER.

B – Πατήστε PERFORM μόνο μία φορά. Το όργανο κάνει χρωματικό έλεγχο στο διάλυμα βορικού οξέος (εκφορτίζοντας προηγουμένως μία συγκεκριμένη ποσότητα διαλύματος H_3BO_3 με σκοπό την βελτιστοποίηση της διαδικασίας). Εάν το χρώμα είναι εντάξει, θα εμφανίσει <<COLOR OK>> και πατώντας το

πλήκτρο <<CONFIRM>> το παράθυρο χειροκίνητου ελέγχου θα εμφανιστεί ξανά. Εάν δεν είναι σωστό, θα εμφανίσει <<COLOR NO OK>>. Πατήστε το πλήκτρο REPEAT για να επαναλάβει τον έλεγχο.

Σημείωση: Εάν μετά από 3 ελέγχους στην οθόνη εμφανιστεί <<COLOR NO OK>>, το όργανο προτείνει, στην οθόνη, την αλλαγή του διαλύματος υποδοχής.

Automatic check – up:

Αυτή η λειτουργία επιτρέπει να γίνουν όλοι οι έλεγχοι στην σειρά, αυξάνοντας την παραγωγικότητα του χρήστη.

Επιλέξτε <<AUTOMATIC CHECH - UP>> και πατήστε ENTER για επιβεβαίωση όπως εμφανίζεται στην εικόνα 6.7.4.



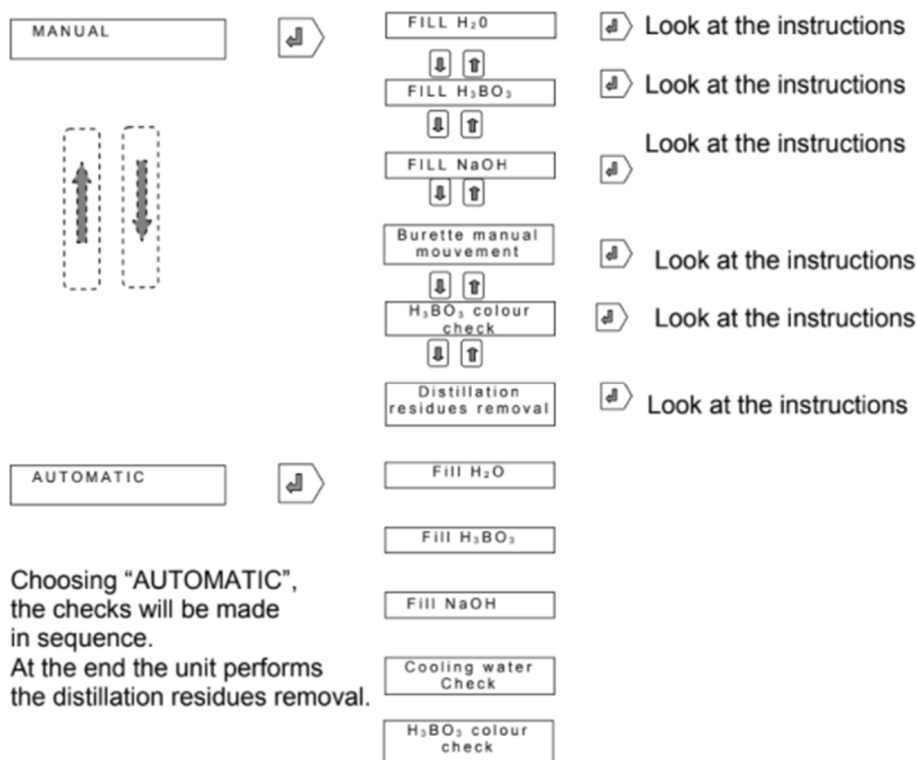
Εικόνα 6.7.4.: Επιλογή AUTOMATIC CHECH – UP.

Πιέστε το πλήκτρο PERFORM για 1 δευτερόλεπτο όλες οι εμφανισμένες επιλογές θα εκτελεστούν αυτόματα η μία μετά την άλλη. Εάν όλες οι λειτουργίες της λίστας γίνουν σωστά, στο τέλος των ελέγχων η οθόνη θα εμφανίσει το παράθυρο <<CHECK - UP>>. Σε αντίθετη περίπτωση, εάν ένας έλεγχος δεν γίνει σωστά, η αντίστοιχη γραμμή δεν θα επισημανθεί, και η οθόνη θα εμφανίσει το παράθυρο με την λίστα των ελέγχων, με σκοπό να επιτρέψει στον χειριστή να ξέρει ποιος έλεγχος απέτυχε.

Εάν ο αυτόματος έλεγχος αποτύχει, πατήστε το πλήκτρο <<BACK>> για να επιστρέψετε πίσω στο μενού <<CHECK - UP>>.

Σημείωση: Εάν αποτύχει ο έλεγχος, επαληθεύστε την αιτία πριν την επαναλάβετε.

Στην εικόνα 7.7.4. φαίνεται ο γρήγορος οδηγός για το μενού CHECK – UP.



Εικόνα 7.7.4.: Γρήγορος οδηγός του μενού CHECK – UP.

Στο κεντρικό παράθυρο έχετε την δυνατότητα να πατήσετε το πλήκτρο METHODS.

Το μενού METHODS περιέχει δύο υπομενού όπως φαίνεται στην εικόνα 8.7.4.:

- STANDARDS METHODS
- COSTUMIZED METHODS

Για επιστροφή στο κεντρικό παράθυρο πατήστε EXIT.

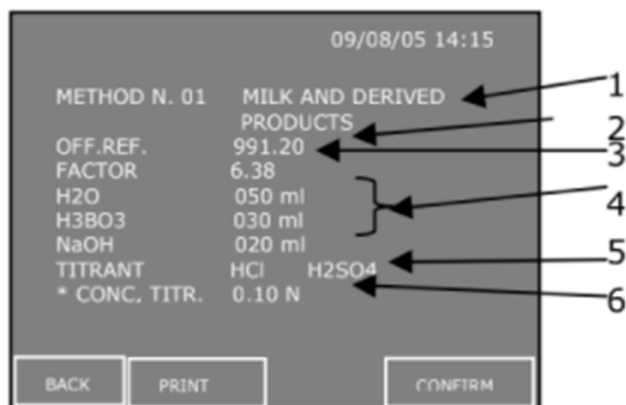


Εικόνα 8.7.4.: Παράθυρο μενού Methods.

Επιλέξτε <<STANDARDS METHODS>> (εικόνα 9.7.4.) και πατήστε ENTER για επιβεβαίωση. Πιέστε τα πλήκτρα NEXT PAG. And PREV. PAG. για να ανατρέξετε γρήγορα ανάμεσα σε 30 πρότυπες μεθόδους που είναι αποθηκευμένες στη συσκευή. Ο κέρσορας δίνει τη δυνατότητα πλοήγησης σε αυτές. Πιέστε BACK για να επιστρέψετε στο μενού METHODS. Επιλέξτε μία μέθοδο και πιέστε ENTER. Η οθόνη εμφανίζει το παράθυρο της εικόνας 10.7.4.



Εικόνα 9.7.4.: Το υπομενού STANDARD METHODS.



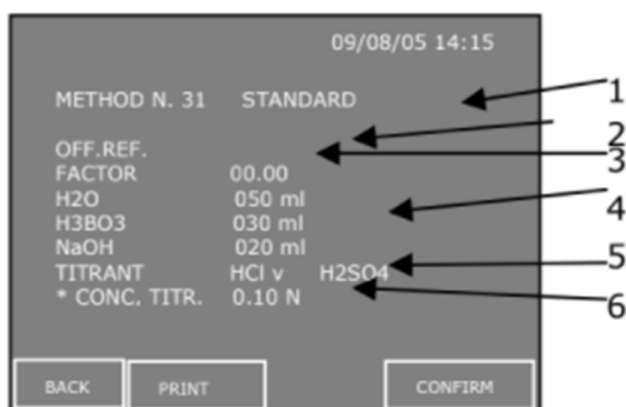
Εικόνα 10.7.4.: 1. Αριθμός και όνομα επιλεγμένης μεθόδου, 2. Αναφορά στην επίσημη μέθοδο ανάλυσης, 3. Συντελεστής υπολογισμού του ποσοστού πρωτεΐνης, 4. Όγκος αντιδραστηρίων που θα χρησιμοποιηθεί για την ανάλυση του δείγματος, 5. Τύπος τιτλοδότη που χρησιμοποιείται για την τιτλοδότηση του αποστάγματος, 6. Συγκέντρωση τιτλοδότη.

Πατώντας "PRINT", είναι δυνατό να εκτυπώσετε τις πληροφορίες (εάν ο εκτυπωτής είναι συνδεδεμένος). Εάν είναι ενεργοποιημένη η σύνδεση UDK – PC, το πλήκτρο "PRINT" δεν εμφανίζεται. Η επιλογή αυτή δεν είναι ενεργή. Πατώντας "BACK", η οθόνη εμφανίζει το παράθυρο STANDARDS METHODS. Πατώντας "CONFIRM", η επιλεγμένη μέθοδος θα επιβεβαιωθεί και αυτόματα θα εμφανιστεί το παράθυρο ANALYSES / DISTILLATION.

Επιλέξτε με τον κέρσορα "CUSTOMIZABLE METHODS" (εικόνα 11.7.4.) και πιέστε ENTER. Η οθόνη εμφανίζει 10 μεθόδους. Πατήστε τα πλήκτρα NEXT PAG. ή PREV. PAG. για να πλοηγηθείτε. Με τον κέρσορα έχετε τη δυνατότητα να δείτε στο παράθυρο τις λεπτομέρειες των διαφόρων μεθόδων. Με το πλήκτρο BACK, η οθόνη θα εμφανίσει το παράθυρο METHODS. Επιλέξτε μία μέθοδο και πιέστε ENTER. Θα εμφανιστεί το παράθυρο της εικόνας 12.7.4. Για να μετακινηθείτε από γραμμή σε γραμμή ή μέσα σε κάθε γραμμή χρησιμοποιείτε τον κέρσορα 4 διευθύνσεων.



Εικόνα 11.7.4.: Το υπό μενού Customizable Methods.



Εικόνα 12.7.4.: 1. Αριθμός και όνομα επιλεγμένης μεθόδου, 2. Αναφορά στην επίσημη μέθοδο ανάλυσης, 3. Συντελεστής υπολογισμού του ποσοστού πρωτεΐνης, 4. Όγκος αντιδραστηρίων που θα χρησιμοποιηθεί για την ανάλυση του δείγματος, 5. Τύπος τιτλοδότη που χρησιμοποιείται για την τιτλοδότηση του αποστάγματος, 6. Συγκέντρωση τιτλοδότη.

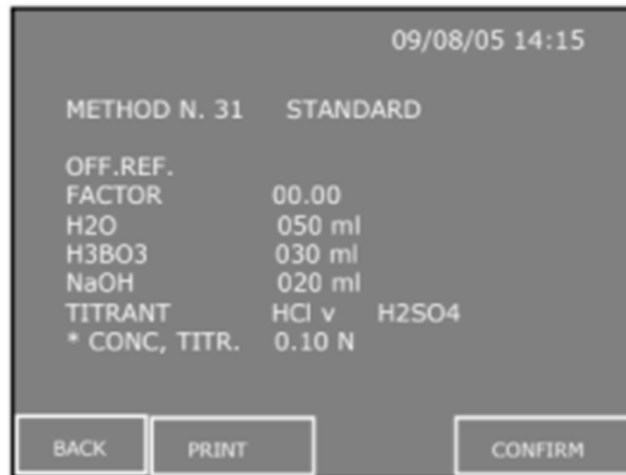
Για τη ρύθμιση μιας προσαρμόσιμης μεθόδου ακολουθήστε τα παρακάτω βήματα:

1. Πατήστε ENTER και γράψτε με το αλφαριθμητικό ή το εξωτερικό πληκτρολόγιο το όνομα της μεθόδου (μέγιστο 19 χαρακτήρες) και επιβεβαιώστε με το ENTER.
2. Πιέστε ENTER και ρυθμίστε την αναφορά μεθόδου. Πατήστε ENTER για επιβεβαίωση.

3. Πιέστε ENTER και γράψτε τον συντελεστή μετατροπής για τον τελικό υπολογισμό του ποσοστού πρωτεΐνης ή του ποσοστού ανάκτησης.
4. Πιέστε ENTER και γράψτε τον όγκο των αντιδραστηρίων τα οποία θα χρησιμοποιηθούν για την ανάλυση. Πιέστε ENTER για επιβεβαίωση.
5. Πιέστε ENTER και επιλέξτε τον τύπο του τιτλοδότη που χρησιμοποιείτε, χρησιμοποιώντας το δεξί / αριστερό βέλος του κέρσορα. Επιβεβαιώστε με ENTER, ένα οπτικό σήμα θα εμφανιστεί δίπλα στον επιλεγμένο τύπο.
6. Πιέστε ENTER και γράψτε τη συγκέντρωση του τιτλοδότη ο οποίος θα χρησιμοποιηθεί για την τιτλοδότηση του αποστάγματος.

Σημείωση: Η συγκέντρωση τιτλοδότη είναι επιτακτική, με σκοπό να μπορείτε να συνεχίσετε. Εάν δεν την συμπληρώσετε στην οθόνη θα εμφανιστεί “Attention incomplete method”, ενημερώνοντας ότι δεν έχουν περαστεί όλα τα απαραίτητα στοιχεία για την ολοκλήρωση της διαδικασίας.

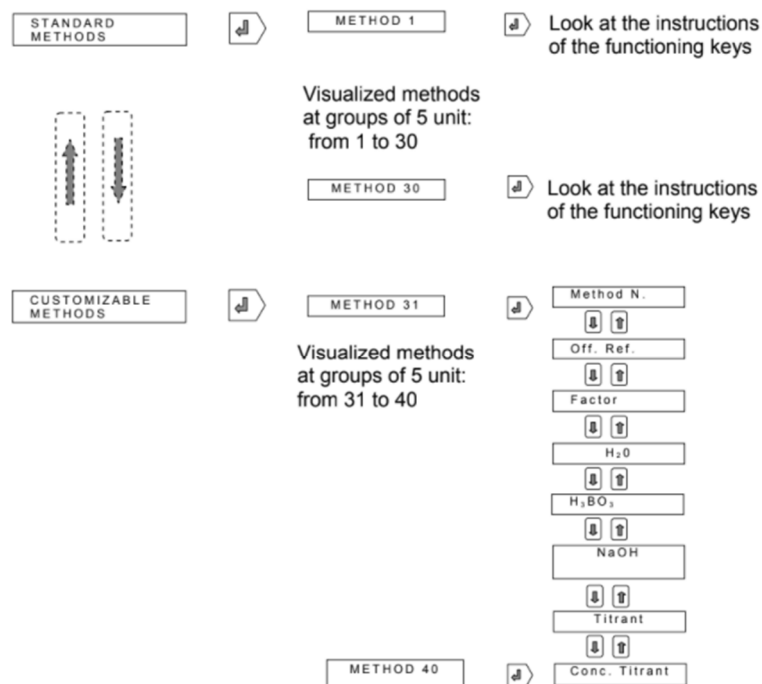
Πατώντας <<PRINT>>, είναι δυνατό να εκτυπώσετε όσα βλέπετε (εάν έχετε συνδέσει εκτυπωτή). Εάν η σύνδεση UDK – PC είναι ενεργή το πλήκτρο PRINTER δεν εμφανίζεται και αυτή η επιλογή δεν είναι δυνατή. Πατώντας το πλήκτρο <<BACK>> η οθόνη θα εμφανίσει <<CUSTOMIZABLE METHODS>>. Καμία τιμή δεν θα διατηρηθεί. Πατώντας <<CONFIRM>>, η ρυθμισμένη μέθοδος θα διατηρηθεί. Η οθόνη δείχνει το προηγούμενο παράθυρο (CUSTOMIZABLE METHODS) με το επιλεγμένο όνομα της μεθόδου. Για να χρησιμοποιήσετε την ρυθμισμένη μέθοδο, επιλέξτε την και πατήστε ENTER. Η οθόνη θα εμφανίσει το ακόλουθο παράθυρο (εικόνα 13.7.4.).



Εικόνα 13.7.4.: Προσαρμόσιμη μέθοδος έτοιμη προς χρήση.

Σημείωση: Εάν η χρησιμοποιημένη μέθοδος τροποποιηθεί, στην οθόνη θα εμφανιστεί “ Attention, method already used. The results obtained by this method will be modified.”. Αυτό το μήνυμα εμφανίζεται με σκοπό να θυμίσει στον χρήστη να αποθηκεύσει τα αποτελέσματα στην μνήμη, ως αναφορά την συγκεκριμένη μέθοδο. Πατήστε “ CONFIRM” για να αποθηκεύσετε την τροποποιημένη μέθοδο ή “BACK” για να επιτρέψετε στην ρύθμιση των δεδομένων.

Στην εικόνα 14.7.4. παρουσιάζεται ο γρήγορος οδηγός για το μενού Methods.



Εικόνα 14.7.4.: Γρήγορος οδηγός για το μενού Methods.

Από το κεντρικό παράθυρο, πατήστε το πλήκτρο ANALYSES (εικόνα 15.7.4.). Το μενού ANALYSES περιέχει τρία υπό – μενού:

- WASING (πλύσιμο).
- BLANK (κενό).
- DISTILLATION and TITRATION (Απόσταξη και Τιτλοδότηση).

Πατήστε EXIT για να επιτρέψετε και κεντρικό παράθυρο.



Εικόνα 15.7.4.: Το μενού Analyses.

WASING: Το “πλύσιμο” είναι μία απόσταξη που γίνεται μόνο με αποσταγμένο νερό σαν αντιδραστήριο με σκοπό να πλύνει τα εσωτερικά τμήματα της κεφαλής εκκίνησης, τον συμπυκνωτή, το δοχείο τιτλοδότησης και το υδραυλικό κύκλωμα. Είναι δυνατό να κάνετε πλύσιμο του οργάνου οποιαδήποτε στιγμή, κατά την διάρκεια των εργασιών. Επιλέξτε WASHING και πατήστε ENTER. Η οθόνη εμφανίζει το παράθυρο της εικόνας 16.7.4. Με το πλήκτρο BACK, η οθόνη θα δείξει το παράθυρο ANALYSIS.



Εικόνα 16.7.4.: Το υπομενού Washing.

Πατήστε START για να αρχίσει το πρόγραμμα πλύσης. Κατά την διάρκεια των επόμενων 4 λεπτών, διαφορετικές φάσεις απόσταξης θα εμφανιστούν στην οθόνη:

1. ADD DILUTION WATER (προσθέστε αποσταγμένο νερό).
2. WASHING IN PROGRESS (πλύσιμο σε εξέλιξη).
3. RESIDUES ASPIRATION (Αναρρόφηση υπολειμμάτων).

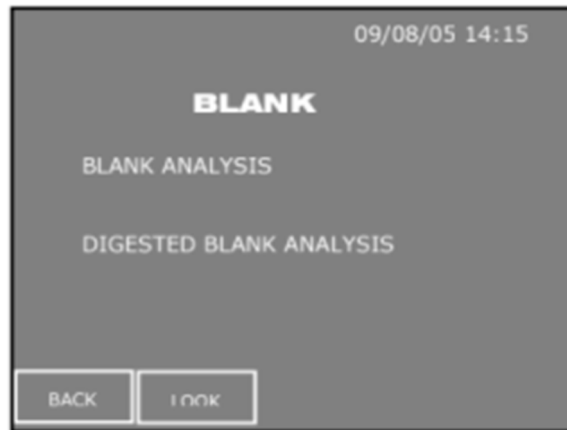
Στην οθόνη, κατά την ανάλυση, εμφανίζονται:

- Η ροή νερού βρύσης που χρησιμοποιείται κατά την απόσταξη / τιτλοδότηση π.χ. ροή νερού βρύσης = 2,35 lt / min.
- Η επιλεγμένη προχοΐδα
π.χ. προχοΐδα 25 ml.

Στο τέλος της πλύσης, η οθόνη θα δείξει το παράθυρο ANALYSIS.

Σημείωση: Η Velp προτείνει το πλύσιμο πριν την αρχή της ανάλυσης και στο τέλος των ημερήσιων εργασιών. Εάν κατά την πλύση, πατηθεί το πλήκτρο END, το όργανο πηγαίνει στην φάση νούμερο 3. Αυτό το πλήκτρο δεν είναι ενεργό κατά το γέμισμα με αποσταγμένο νερό. Εάν πατηθεί το STOP, όλες οι λειτουργίες του οργάνου σταματούν και εμφανίζεται το κεντρικό παράθυρο.

BLANK: Επιλέξτε BLANK και πατήστε ENTER. Η οθόνη εμφανίζει την εικόνα 17.7.4. Με το πλήκτρο BACK η οθόνη εμφανίζει το παράθυρο ANALYSIS.



Εικόνα 17.7.4.: Το υπομενού Blank.

Επιλέξτε PERFORM BLANK ANALYSIS και πατήστε ENTER για επιβεβαίωση. Η οθόνη θα εμφανίσει το ακόλουθο παράθυρο (εικόνα 18.7.4.)



Εικόνα 18.7.4.: Ανάλυση κενού έτοιμη προς ενεργοποίηση.

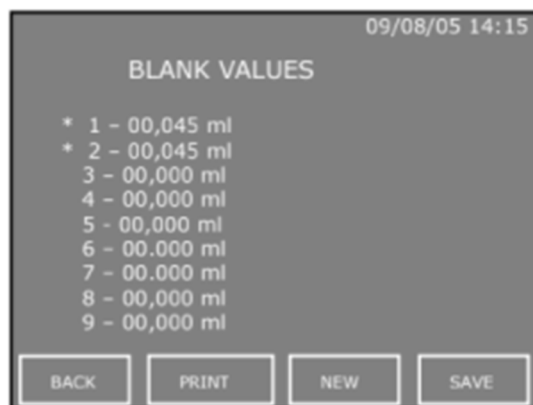
Πατήστε **START** για να αρχίσει η ανάλυση κενού. Κατά την διάρκεια της ανάλυσης, διαφορετικές φάσεις απόσταξης θα εμφανιστούν στην οθόνη:

1. **ADDING REAGENTS** (Προσθέστε αντιδραστήρα)
2. **ANALYSIS IN PROGRESS** (ανάλυση σε εξέλιξη): Τα ml τιτλοδότη θα εμφανιστούν: 00,00 ml, δόση στην προχοΐδα
3. Αναρρόφηση υπολειμμάτων.

Στην οθόνη, κατά την ανάλυση, εμφανίζεται:

- Η τιμή της ροής του νερού βρύσης κατά την απόσταξη / τιτλοδότηση.
π.χ. ροή νερού βρύσης = 2,35 l / min.
- Την επιλεγμένη προχοΐδα
π.χ. προχοΐδα 25 ml.

Στο τέλος του κύκλου το παράθυρο **BLANK VALUES** θα εμφανίσει τις τιμές κενού (μέγιστο 10 τιμές) (εικόνα 19.7.4.)



Εικόνα 19.7.4.: Τιμές για ανάλυση κενού.

Με τον κέρσορα είναι δυνατό να πλοηγηθείτε ανάμεσα στις τιμές. Πατήστε ENTER για να επιλέξετε τις τιμές κενού που θα χρησιμοποιήσετε για τις αναλύσεις. Ένα οπτικό σήμα θα εμφανιστεί δίπλα στην επιλεγμένη τιμή. Εάν πατήσετε SAVE και οι επιλεγμένες τιμές είναι περισσότερες από μία, η μέση τιμή υπολογίζεται και αποθηκεύεται στο ANALYSES / DISTILATION & TITRATION. Αυτή είναι η τιμή η οποία θα αφαιρεθεί στον υπολογιστικό τύπο. Εάν πατήσετε SAVE και η επιλεγμένη τιμή είναι μονό μία, αυτή η τιμή θα αποθηκευτεί στο ANALYSES / DISTILATION & TITRATION. Αυτή είναι η τιμή η οποία θα αφαιρεθεί στον υπολογιστικό τύπο. Εάν πατήσετε SAVE και καμία τιμή δεν έχει επιλεγεί το παράθυρο ANALYSES / DISTILATION & TITRATION θα εμφανιστεί, και καμία τιμή δεν θα υπάρχει. Εάν το πλήκτρο NEW πατηθεί, είναι δυνατό να εκτελεστεί καινούρια ανάλυση κενού. Εάν πατηθεί το πλήκτρο PRINT, είναι δυνατό να εκτυπώσετε ότι εμφανίζεται στην οθόνη. Εάν η σύνδεση UDK – PC είναι ενεργή το πλήκτρο PRINTER δεν εμφανίζεται. Η επιλογή PRINT δεν είναι ενεργή. Εάν πατήσετε το πλήκτρο BACK, η οθόνη θα δείξει το παράθυρο ANALYSES / BLANK χωρίς αποθηκευμένες τιμές. Οι τιμές κενού, εάν δεν αποθηκευτούν, παραμένουν στην μνήμη, μέχρι την αλλαγή δεδομένων. Οι τιμές κενού προς εκτέλεση εμφανίζονται έως την έναρξη του ενδέκατου κενού. Αυτό προκαλεί το σβήσιμο των προηγούμενων.

Σημείωση: Προτείνεται να γίνεται πάντα ανάλυση κενού πριν την ανάλυση των δειγμάτων, με σκοπό να εξαλειφθούν οι παρεμβολές λόγω τις της περιεκτικότητας αζώτου των αντιδραστηρίων. Εάν κατά την διάρκεια της ανάλυσης πατηθεί το πλήκτρο END, η αναρρόφηση των υπολειμμάτων αρχίζει και δεν εμφανίζεται καμία τιμή. Αυτό το πλήκτρο είναι ανενεργό κατά την διάρκεια του γεμίσματος των αντιδραστηρίων. Εάν πατήσετε STOP όλες οι λειτουργίες του οργάνου θα σταματήσουν και το κεντρικό παράθυρο θα εμφανιστεί. Εάν μετά από 10 αναλύσεις κενού εκτελεσμένες με τον σωστό τρόπο, πατηθεί το πλήκτρο NEW (για νέα ανάλυση), το ακόλουθο μήνυμα θα εμφανιστεί: «Warning! Check type of analysis».

Πατήστε CONFIRM για να συνεχίσετε ή BACK για να επιστρέψετε στο προηγούμενο παράθυρο.

Σημείωση: Από το παράθυρο ANALYSES / BLANK πατώντας το πλήκτρο SEE, είναι δυνατό να μπείτε στην λίστα με τις τιμές κενού για τις αναλύσεις που εκτελέστηκαν σωστά. Εάν επιλεγεί: SET – UP, WITHOUT TITRATION MODE, δεν είναι δυνατό να εκτελεστεί να εκτελεστεί BLANK ANALYSIS. Η οθόνη θα εμφανίσει την ειδοποίηση

“Warning! Check type of analysis”.

Επιλέξτε με τον κέρσορα DIGESTED BLANK ANALYSIS και πατήστε ENTER για επιβεβαίωση. Το όργανο προτείνει το παράθυρο METHODS, για να επιτρέψει στον χειριστή να εκτελέσει ανάλυση κενού δουλεύοντας με τις ίδιες λειτουργικές συνθήκες που χρησιμοποιούνται για την ανάλυση των δειγμάτων. Για να αρχίσει η ανάλυση πατήστε START. Κατά την διάρκεια της ανάλυσης, διαφορετικές φάσεις απόσταξης θα εμφανιστούν στην οθόνη:

1. Προσθέστε αντιδραστήρια.

2. Ανάλυση σε εξέλιξη: Τα ml τιτλοδότη θα εμφανιστούν 00,00 ml τα οποία υπολογίζονται με προχοΐδα.
3. Αναρρόφηση υπολειμμάτων.

Στην οθόνη, κατά την διάρκεια της ανάλυσης, εμφανίζεται:

- Η τιμή της ροής του νερού βρύσης που χρησιμοποιείται κατά την διάρκεια της απόσταξης / τιτλοδότησης π.χ. ροή νερού βρύσης = 2,35 l / min.
- Η επιλεγμένη προχοΐδα π.χ. προχοΐδα 25 ml.

Στο τέλος της ανάλυσης, η οθόνη θα εμφανίσει το παράθυρο BLANK VALUES που δείχνει τις τιμές (μέγιστο 10 τιμές), με την ένδειξη DIGESTED BLANK κοντά στα αποτελέσματα. Είναι δυνατό να πλοηγηθείτε στις τιμές κενού που εμφανίζονται. Πατήστε ENTER για να επιλέξετε τις τιμές κενού που θα χρησιμοποιηθούν στην ανάλυση. Ένα οπτικό σήμα θα εμφανιστεί κοντά στην επιλεγμένη τιμή. Εάν πατήσετε SAVE και οι επιλεγμένες τιμές είναι περισσότερες από μία, η μέση τιμή θα υπολογιστεί και θα αποθηκευτεί στο ANALYSES / DISTILATION & TITRATION. Αυτή είναι η τιμή η οποία θα αφαιρεθεί στον υπολογιστικό τύπο. Εάν πατήσετε SAVE και επιλεχθεί μόνο μία τιμή θα αποθηκευτεί στο ANALYSES / DISTILATION & TITRATION. Αυτή είναι η τιμή η οποία θα αφαιρεθεί στον υπολογιστικό τύπο. Εάν πατήσετε SAVE και καμία τιμή δεν επιλεχθεί, το παράθυρο ANALYSES / DISTILATION & TITRATION θα εμφανιστεί και καμία τιμή κενού δεν θα εμφανιστεί. Εάν πατηθεί το πλήκτρο BACK, η οθόνη θα εμφανίσει το παράθυρο ANALYSES / BLANK, χωρίς να αποθηκευτούν τιμές. Οι τιμές κενού αν δεν αποθηκευτούν παραμένουν στην μνήμη μέχρι την αλλαγή των δεδομένων. Οι εκτελεσμένες τιμές κενού εμφανίζονται μέχρι την 11^η ανάλυση.

Επιλέξτε DISTILATION και πατήστε ENTER. Η οθόνη θα εμφανίσει το ακόλουθο παράθυρο (εικόνα 20.7.4.). Με το πλήκτρο BACK, η οθόνη θα εμφανίσει το παράθυρο ANALYSIS.



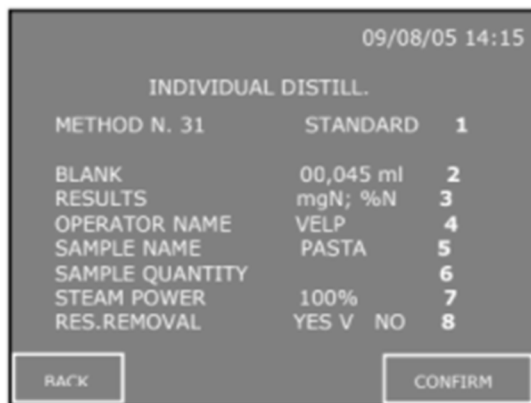
Εικόνα 20.7.4.: Το μενού DISTILATION.

Το μενού DISTILATION & TITRATION περιέχει 2 υπό – μενού:

- INDIVIDUAL DISTILL (Εξατομικευμένη απόσταξη).
- DISTILATION IN SERIES (Απόσταξη σε σειρές).

Εξατομικευμένη απόσταξη: Η εξατομικευμένη απόσταξη εκτελείται όταν διαφορετικά δείγματα με διαφορετικές μεθόδους αναλύονται.

Επιλέξτε INDIVIDUAL DISTILL και πατήστε ENTER για επιβεβαίωση, έτσι ώστε να εμφανιστεί η εικόνα 21.4.7.



Εικόνα 21.7.4.: Το υπομενού INDIVIDUAL DISTILLATION.

Συμπληρώστε το επόμενο παράθυρο με τις ακόλουθες παραμέτρους:

1: Όνομα και αριθμός μεθόδου. Για να επιλέξετε μέθοδο, πατήστε ENTER.

2: BLANK. Αποθηκεύει τις τιμές που θα αφαιρεθούν από τον υπολογιστικό τύπο. Εάν καμία τιμή δεν αποθηκευτεί, θα εμφανιστούν παύλες. Πατήστε ENTER και η οθόνη θα εμφανίσει το μενού BLANK.

3: Αποτελέσματα. Πατήστε ENTER, η οθόνη θα εμφανίσει το παράθυρο της εικόνας 22.7.4. Είναι δυνατό να επιλέξετε ανάμεσα σε 5 διαφορετικές μονάδες στα τελικά αποτελέσματα. Τα ml του διαλύματος τιτλοδότησης εμφανίζονται πάντα. Η τιμή σε ml εμφανίζεται δίπλα στα αποτελέσματα στο κεντρικό παράθυρο. Επιλέξτε την επιθυμητή μονάδα μέτρησης και πατήστε ENTER: ένα οπτικό σήμα θα εμφανιστεί δίπλα στην επιλεγμένη μονάδα, πατήστε ENTER ξανά για να το αφαιρέσετε. Πατήστε CONFIRM με σκοπό να επιβεβαιώσετε την επιλεγμένη μονάδα μέτρησης. Η οθόνη θα εμφανίσει το προηγούμενο παράθυρο με τις επιλεγμένες μονάδες μέτρησης δίπλα στα αποτελέσματα.



Εικόνα 22.7.4.: Το παράθυρο των αποτελεσμάτων.

4: Όνομα χειριστή. Πατήστε ENTER και γράψτε το όνομα του χειριστή (max. 19 χαρακτήρες) χρησιμοποιώντας το αλφαριθμητικό ή το εξωτερικό πληκτρολόγιο. Πατήστε ENTER.

5: Όνομα δείγματος. Πατήστε ENTER και γράψτε το όνομα του δείγματος (max. 19 χαρακτήρες) χρησιμοποιώντας το αλφαριθμητικό ή το εξωτερικό πληκτρολόγιο. Πατήστε ENTER.

6: Ποσότητα δείγματος. Η ποσότητα του δείγματος μπορεί να εισαχθεί με δύο διαφορετικές μονάδες. Πατήστε ENTER για να εμφανιστεί η εικόνα 23.7.4. Εάν επιλεγεί VOLUME και πατηθεί ENTER η οθόνη θα εμφανίσει το προηγούμενο παράθυρο με 00,00 ml δίπλα στο SAMPLE QUANTITY. Πατήστε ENTER και γράψτε την αριθμητική τιμή χρησιμοποιώντας το αλφαριθμητικό ή το εξωτερικό πληκτρολόγιο. Επιβεβαιώστε με ENTER. Εάν επιλεγεί WEIGHT και πατηθεί ENTER η οθόνη θα εμφανίσει το προηγούμενο παράθυρο με 00,000 gr δίπλα στο SAMPLE QUANTITY. Πατήστε ENTER και γράψτε την αριθμητική τιμή χρησιμοποιώντας το αλφαριθμητικό ή το εξωτερικό πληκτρολόγιο. Επιβεβαιώστε με ENTER. Εάν επιλεγεί ζυγός, επιλέξτε WEIGHT, το μοντέλο του ζυγού θα εμφανιστεί. Πατήστε PERFORM στην οθόνη για να στείλετε το βάρος από το ζυγό στη UDK. Η οθόνη θα εμφανίσει: «Problem with Balance» .

Σημείωση: Εάν επιλεγθεί ένας ζυγός αλλά υπάρχουν προβλήματα στη σύνδεση, μετά από μερικά δευτερόλεπτα αφού πατηθεί το ENTER το ακόλουθο μήνυμα θα εμφανιστεί: «Problem with Balance». Για την μετατροπή μονάδας που έχει ήδη επιλεγθεί γράψτε έναν αριθμό (όχι το 0) πατήστε ENTER για επιβεβαίωση και μετά πατήστε πάλι ENTER. Παρέχεται ξανά η δυνατότητα επιλογής ξανά μεταξύ VOLUME ή WEIGHT.



Εικόνα 23.7.4.: Παράθυρο επιλογής μονάδας μέτρησης.

7: Δύναμη ατμού. Πατήστε ENTER και γράψτε την δύναμη ατμού (εύρος από 10% έως 100%) χρησιμοποιώντας το αλφαριθμητικό ή το εξωτερικό πληκτρολόγιο. Είναι δυνατό να εκτελέσετε αργές ή γρήγορες αποστάξεις.

8: Αναρρόφηση υπολειμμάτων. Πατήστε ENTER και επιλέξτε YES or NO χρησιμοποιώντας το δεξί ή το αριστερό πλήκτρο για την αναρρόφηση των υπολειμμάτων. Επιβεβαιώστε με το ENTER, η οθόνη θα εμφανίσει ένα οπτικό σήμα δίπλα στην επιλεγμένη λειτουργία.

Εάν πατήσετε το πλήκτρο BACK, η οθόνη θα εμφανίσει το παράθυρο ANALYSES / DISTILLATIONS & TITRATION. Εάν πατήσετε το πλήκτρο CONFIRM, οι επιλεγμένες παράμετροι θα αποθηκευτούν. Τοποθετήστε στην θέση του τον σωλήνα με το δείγμα και πατήστε START για να αρχίσει η ανάλυση.

Κατά την διάρκεια της ανάλυσης, οι μεταγενέστερες φάσεις απόσταξης θα εμφανιστούν στην οθόνη:

1. Προσθήκη αντιδραστηρίων.
2. Ανάλυση σε εξέλιξη. Τα ml του τιτλοδότη θα εμφανιστούν: 00,00 ml τα οποία δοσομετρούνται με προχοΐδα.
3. Αναρρόφηση υπολειμμάτων.

Στην οθόνη, κατά την ανάλυση, εμφανίζεται:

- Ο ρυθμός ροής νερού βρύσης που χρησιμοποιείται κατά την απόσταξη.
- Η επιλεγμένη προχοΐδα, π.χ. προχοΐδα 25 ml.

Στο τέλος της απόσταξης, η οθόνη θα εμφανίσει το ακόλουθο παράθυρο με τα αποτελέσματα (εικόνα 24.7.4.). Η οθόνη εμφανίζει τα πρώτα δύο αποτελέσματα στις επιλεγμένες μονάδες μέτρησης δίπλα στα ml του διαλύματος τιτλοδότησης που έχει διανεμηθεί από την προχοΐδα.



09/08/05 14:15	
INDIVIDUAL DISTILL.	
METHOD N. 31	STANDARD
BLANK	00,045 ml
RESULTS	1.573mgN;00.022%N
OPERATOR NAME	VELP
SAMPLE NAME	PASTA
SAMPLE QUANTITY	0.1 g
STEAM POWER	100%
RES.REMOVAL	YES V NO
BACK	PRINT
NEW	CLOSE

Εικόνα 24.7.4.: Παράθυρο αποτελεσμάτων.

Εάν πατηθεί το πλήκτρο PRINT, είναι δυνατό να εκτυπώσετε ότι δείχνει η οθόνη. Εάν η σύνδεση UDK – PC είναι ενεργή, το πλήκτρο PRINTER δεν εμφανίζεται. Η επιλογή αυτή δεν είναι ενεργή. Τα αποτελέσματα και τα δεδομένα της

ανάλυσης κατεβαίνουν αυτόματα στο PC χάρις στην βάση δεδομένων του λογισμικού.

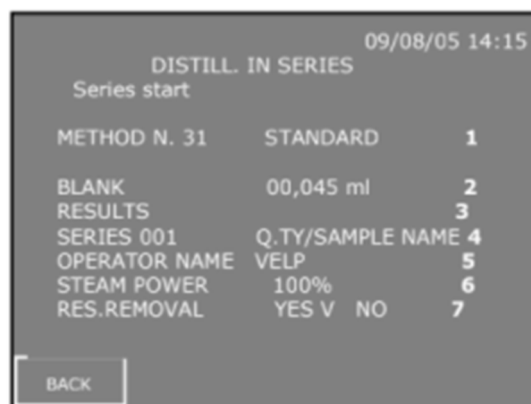
Σημείωση: Εάν πάνω από δύο αποτελέσματα έχουν επιλεγεί, η οθόνη δεν θα τα δείξει, όμως είναι δυνατό να τα εκτυπώσετε.

Εάν πατήσετε το πλήκτρο NEW, είναι δυνατό να ρυθμίσετε νέα απόσταση. Εάν πατήσετε το πλήκτρο END, το όργανο θα προτείνει να εκτελεστεί πλύσιμο. Εάν πατήσετε το πλήκτρο BACK, η οθόνη θα εμφανίσει το παράθυρο DISTILLATION. Εάν κατά την ανάλυση, πατηθεί το πλήκτρο END, αρχίζει η αναρρόφηση των υπολειμμάτων. Στο τέλος αυτής της φάσης, η οθόνη θα δείξει το παραπάνω παράθυρο με μηδενικές τιμές δίπλα στις επιλεγμένες μονάδες μέτρησης. Εάν πατηθεί το πλήκτρο STOP, το όργανο σταματά όλες τις λειτουργίες και η οθόνη δείχνει το κεντρικό παράθυρο.

Απόσταση σε σειρές.

Η απόσταση σε σειρές εκτελείται όταν περισσότερα από 1 δείγματα του ίδιου είδους αναλύονται με την ίδια μέθοδο.

Επιλέξτε DISTILLATION IN SERIES και πατήστε ENTER για επιβεβαίωση. Η οθόνη εμφανίζει το ακόλουθο παράθυρο (εικόνα 25.7.4.).



Εικόνα 25.7.4.: Το υπομενού DISTILLATION IN SERIES.

Η ρύθμιση των παραμέτρων είναι η ίδια με αυτήν στην εξατομικευμένη απόσταξη με μόνη διαφοροποίηση την ακόλουθη παράμετρο:

SERIES No 001. Η οθόνη δείχνει διαθέσιμο το πρώτο νούμερο της σειράς και πατήστε ENTER. Η οθόνη θα εμφανίσει το παράθυρο SAMPLE QUANTITY το οποίο είναι δυνατό να επιλέξετε ανάμεσα σε δύο διαφορετικές μονάδες μέτρησης: Βάρος ή Όγκος. Αφού επιλέξετε τη μονάδα μέτρησης, είναι δυνατό να ρυθμίσετε την ποσότητα και το όνομα του δείγματος.

Εάν επιλέξετε VOLUME, η οθόνη θα εμφανίσει την εικόνα 26.7.4. Πατήστε ENTER και γράψτε το όνομα του χειριστή (max 15 χαρακτήρες χρησιμοποιώντας το αλφαριθμητικό ή το εξωτερικό πληκτρολόγιο. Μετά κινηθείτε στην επόμενη γραμμή για να γράψετε τα δεδομένα του 2^{ου} δείγματος. Σε κάθε σειρά είναι δυνατό να ρυθμιστούν το μέγιστο 20 δείγματα (πατήστε το πλήκτρο NEXT PAG. για να εμφανίσετε άλλες 10 θέσεις). Εάν πατήσετε το πλήκτρο BACK η οθόνη θα εμφανίσει το προηγούμενο παράθυρο. Εάν πατήσετε το πλήκτρο PRINT, μπορείτε να εκτυπώσετε ότι δείχνει η οθόνη. Εάν η σύνδεση UDK – PC είναι ενεργή το πλήκτρο PRINTER δεν εμφανίζεται και η επιλογή είναι ανενεργή.

Σημείωση: Οι τιμές μπορούν να αλλάξουν πριν την έναρξη. Όταν η διαδικασία αρχίσει οι τιμές δεν μπορούν να αλλάξουν.

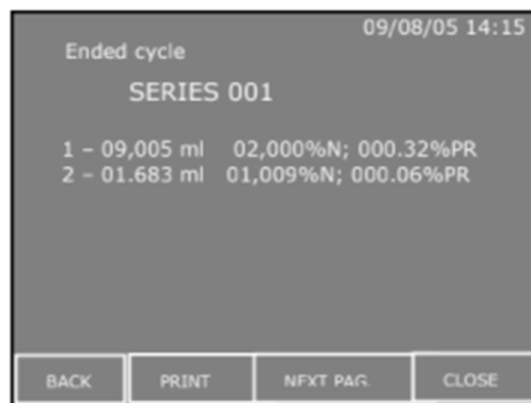


Εικόνα 26.7.4.: Το παράθυρο της παραμέτρου SERIES 001.

Πατήστε CONFIRM για να αποθηκεύσετε τα δεδομένα. Τοποθετήστε στην θέση του τον σωλήνα με το δείγμα και πατήστε START για να αρχίσει η ανάλυση. Κατά την διάρκεια της ανάλυσης, στην οθόνη θα εμφανιστούν οι μεταγενέστερες φάσεις τις απόσταξης:

1. Προσθήκη αντιδραστηρίων.
2. Ανάλυση σε εξέλιξη. Τα ml του τιτλοδότη θα εμφανιστούν: 00,00 ml τα οποία μοιράζονται με την προχοΐδα.
3. Αναρρόφηση υπολειμμάτων (Η οθόνη εμφανίζει ότι και στο εξατομικευμένο)

Στο τέλος της απόσταξης, η οθόνη θα δείξει το ακόλουθο παράθυρο (εικόνα 27.7.4.) με τα αποτελέσματα (τα πρώτα δύο με την επιλεγμένη μονάδα και το διάλυμα τιτλοδότησης σε ml).



Εικόνα 27.7.4: Παράθυρο αποτελεσμάτων.

Εάν πατηθεί το πλήκτρο NEW, το όργανο είναι έτοιμο για την ανάλυση του επόμενου επιλεγμένου δείγματος. Όταν η σειρά τελειώσει η οθόνη θα δείξει

END SERIES και το πλήκτρο END θα είναι διαθέσιμο. Εάν πατηθεί το πλήκτρο PRINT, είναι δυνατό να εκτυπωθούν η εμφανιζόμενες τιμές. Μόνο τα αποτελέσματα στις επιλεγμένες μονάδες μέτρησης θα εκτυπωθούν. Η διαδικασία εκτύπωσης είναι η ίδια με αυτήν που έχει αναφερθεί παραπάνω. Εάν πατήσετε το πλήκτρο CLOSE, το όργανο προτείνει να εκτελεστεί πλύσιμο. Εάν πατηθεί το πλήκτρο BACK, η οθόνη θα δείξει το παράθυρο που ακολουθεί: «Warning: Do you want to delete the series in progress? ». Εάν πατήσετε το πλήκτρο NO το παράθυρο «DISTILLATION IN SERIES» εμφανίζεται και τα αποτελέσματα παραμένουν στην μνήμη. Η σειρά διακόπτεται. Εάν πατηθεί το πλήκτρο YES, η τρέχουσα σειρά διαγράφεται και η οθόνη εμφανίζει το παράθυρο «DISTILLATION & TITRATION».

Σημείωση: Εάν κατά την διάρκεια της ανάλυσης πατηθεί το πλήκτρο END αρχίζει η αναρρόφηση των υπολειμμάτων. Στο τέλος της φάσης, η οθόνη θα εμφανίσει το παραπάνω παράθυρο με 00,00 ml δίπλα στην επιλεγμένη μονάδα μέτρησης. Εάν πατηθεί το πλήκτρο STOP, το όργανο σταματά όλες τις λειτουργίες και η οθόνη εμφανίζει το κεντρικό παράθυρο. Όταν διαγράφει μία σειρά μόνο τα αποτελέσματα των ολοκληρωμένων αναλύσεων παραμένουν στη μνήμη.

Απόσταξη χωρίς τιτλοδότηση.

Επιλέξτε ANALYSIS WITHOUT TITRATION στο μενού FUNCTION / MODALITY OF ANALYSIS για να εκτελέσετε ανάλυση χωρίς τη φάση της τιτλοδότησης.

Σημαντικό: Για να εκτελέσετε απόσταξη χωρίς τιτλοδότηση, αποσυνδέστε τον σωλήνα εξόδου του συμπυκνωτή και αντικαταστήστε το με προωθητικό σωλήνα. Τοποθετήστε το δοχείο πάνω στην υποδοχή. Ρυθμίστε μία μέθοδο με 000 ml όγκου βορικού οξέος. Αυτό το αντιδραστήριο θα πρέπει να το τοποθετήσετε χειροκίνητα μέσα στο δοχείο συλλογής. Πατήστε το παράθυρο

ANALYSIS, επιλέξτε DISTILLATION για να εκτελέσετε απόσταξη χωρίς τιτλοδότηση.

Εξατομικευμένη απόσταξη χωρίς τιτλοδότηση.

Επιλέξτε INDIVIDUAL DISTILATION και πατήστε ENTER για επιβεβαίωση. Η παραμετροποίηση είναι η ίδια με αυτήν της εξατομικευμένης απόσταξης με τιτλοδότηση. Μία νέα παράμετρος είναι η DISTILATION TIME. Επιλέξτε την γραμμή και πατήστε ENTER. Πατήστε ENTER και γράψτε τον χρόνο απόσταξης ανάμεσα σε 00:00 και 59:59 λεπτά χρησιμοποιώντας το αλφαριθμητικό ή το εξωτερικό πληκτρολόγιο. Η οθόνη δείχνει 3:00 λεπτά απόσταξης και 100% δύναμη ατμού. Αυτές είναι οι σωστές συνθήκες για να αποκτήσετε 100 ml αποστάγματος. Πατήστε CONFIRM για επιβεβαίωση των παραμέτρων. Τοποθετήστε στην θέση του τον σωλήνα με το δείγμα και πατήστε START για να αρχίσει η ανάλυση (η οθόνη εμφανίζει ότι και στις άλλες περιπτώσεις). Στο τέλος της ανάλυσης, το όργανο είναι έτοιμο για την επόμενη.

Σημείωση: Σε αυτό το μενού δεν είναι δυνατό να εκτυπώσετε τα δεδομένα που σχετίζονται με την εκτελεσμένη απόσταξη.

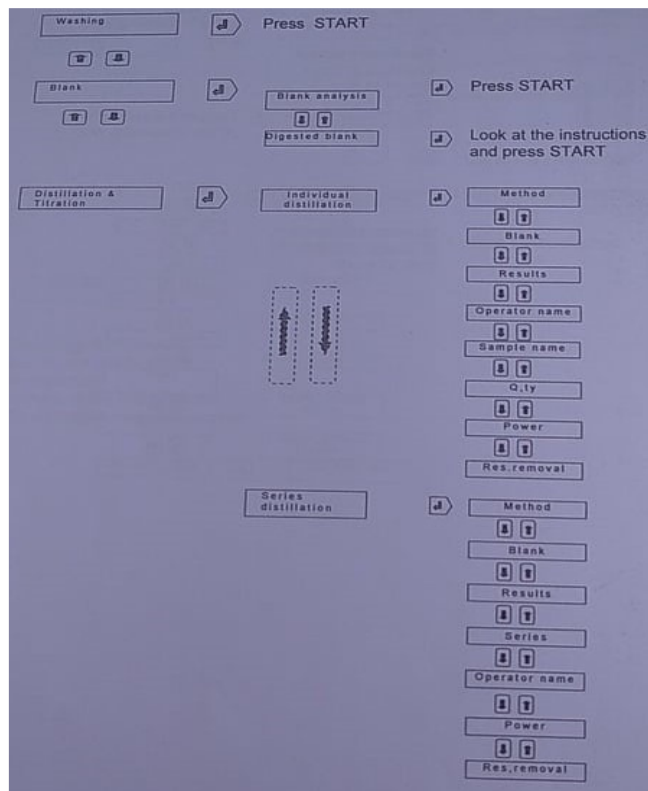
Απόσταξη σε σειρά χωρίς τιτλοδότηση.

Η διαδικασία της απόσταξης σε σειρά χωρίς τιτλοδότησης είναι ίδια όπως και στην εξατομικευμένη.

Στο τέλος της ανάλυσης τα αποτελέσματα εμφανίζονται σε λίστα στην οθόνη:

- OK η ανάλυση τελείωσε σωστά.
- NOT OK δεν τελείωσε σωστά.

Στην εικόνα 28.7.4. παρουσιάζεται ο γρήγορος οδηγός για το μενού ANALYSES.

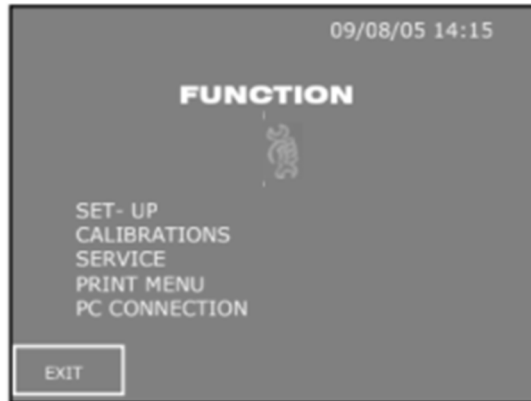


Εικόνα 28.7.4.: Γρήγορος οδηγός για το μενού ANALYSES.

Εάν πατήσετε στο κεντρικό παράθυρο το πλήκτρο FUNCTIONS, θα μπείτε στο αντίστοιχο μενού (εικόνα 29.7.4.) που περιέχει 5 υπό – μενού:

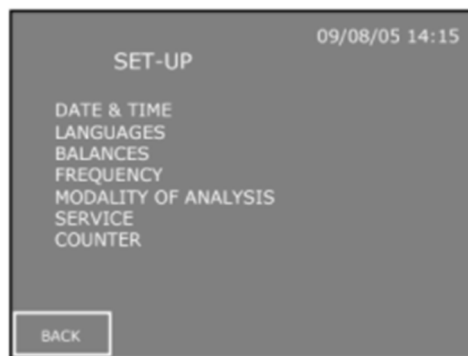
- SET – UP
- CALIBRATION
- SERVICE
- PRINT MENU
- PC CONNECTION

Για να επιστρέψετε στο κεντρικό παράθυρο πατήστε EXIT.



Εικόνα 29.7.4.: Το μενού FUNCTIONS.

Επιλέξτε set – up και πατήστε ENTER για επιβεβαίωση. Η οθόνη θα δείξει το ακόλουθο παράθυρο (εικόνα 30.7.4.). Με το πλήκτρο BACK η οθόνη εμφανίζει το παράθυρο FUNCTIONS.



Εικόνα 30.7.4.: Το υπομενού SET – UP.

Ημερομηνία και ώρα: Επιλέξτε DATE AND TIME και πατήστε ENTER. Η οθόνη θα εμφανίσει το παράθυρο της εικόνας 31.7.4. Πατήστε ENTER και γράψτε, με το αλφαριθμητικό ή το εξωτερικό πληκτρολόγιο, την ημέρα (gg), τον μήνα (mm) και επιβεβαιώστε με ENTER. Η οθόνη αυτόματα δείχνει το προηγούμενο παράθυρο. Πατήστε το πλήκτρο BACK για να επιτρέψετε στο προηγούμενο παράθυρο χωρίς να αποθηκευτεί καμία μέθοδος.



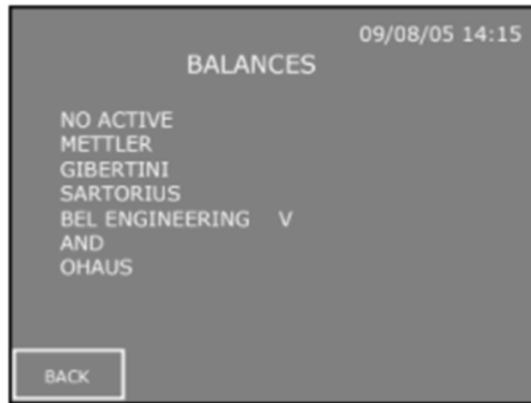
Εικόνα 31.7.4.: Παράθυρο ρύθμισης ημερομηνίας και ώρας.

Γλώσσες: Επιλέξτε LANGUAGES και πατήστε ENTER. Η οθόνη θα δείξει το παράθυρο της εικόνας 32.7.4. Είναι δυνατό να πλοηγηθείτε σε όλες τις επιλογές. Επιλέξτε την επιθυμητή γλώσσα και επιβεβαιώστε με ENTER. Ένα οπτικό σήμα “v” θα εμφανιστεί δίπλα στην επιλογή σας. Με το πλήκτρο BACK η οθόνη δείχνει το παράθυρο SET – UP.



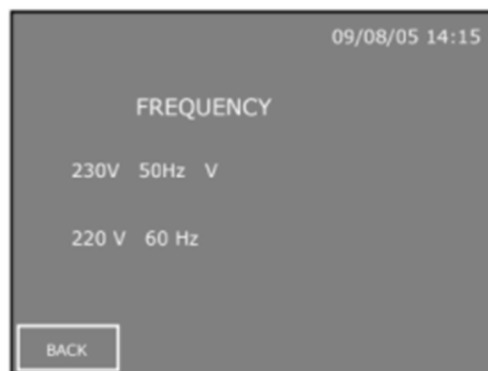
Εικόνα 32.7.4.: Παράθυρο για τη ρύθμιση της γλώσσας.

Ζυγοί: Επιλέξτε BALANCES και πατήστε ENTER. Η οθόνη δείχνει το ακόλουθο παράθυρο (εικόνα 33.7.4.). Είναι δυνατό να πλοηγηθείτε σε όλες τις επιλογές. Επιλέξτε το μοντέλο ζυγών και πατήστε ENTER. Ένα οπτικό σήμα “v” θα εμφανιστεί δίπλα στην επιλογή σας. Με το πλήκτρο BACK η οθόνη δείχνει το παράθυρο SET – UP.



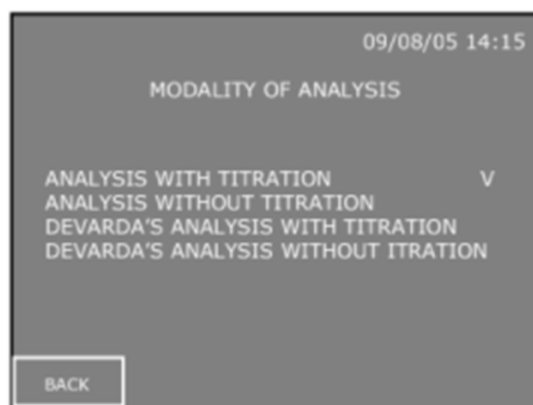
Εικόνα 33.7.4.: Παράθυρο επιλογής ζυγών.

Συχνότητα: Επιλέξτε FREQUENCY και πατήστε ENTER. Η οθόνη θα δείξει την εικόνα 34.7.4. Είναι δυνατό να πλοηγηθείτε ανάμεσα στις δύο επιλογές. Επιλέξτε την σωστή συχνότητα με την οποία το όργανο τροφοδοτείται και επιβεβαιώστε με ENTER. Ένα οπτικό σήμα “v” θα εμφανιστεί δίπλα στην επιλογή σας. Με το πλήκτρο BACK η οθόνη δείχνει το παράθυρο των ρυθμίσεων.



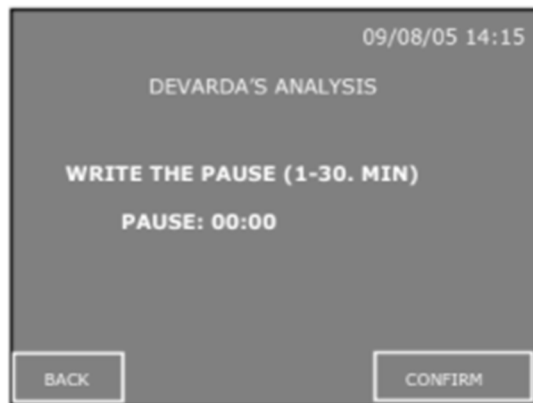
Εικόνα 34.7.4.: Παράθυρο επιλογής συχνότητας.

Τρόπος ανάλυσης: Επιλέξτε MODALITY OF ANALYSIS και πατήστε ENTER. Η οθόνη εμφανίζει το ακόλουθο παράθυρο (εικόνα 35.7.4.). Είναι δυνατό να πλοηγηθείτε στις 4 επιλογές. Επιλέξτε την μορφή ανάλυσης που θα χρησιμοποιήσετε και πατήστε ENTER. Ένα οπτικό σήμα “v” θα εμφανιστεί δίπλα στην επιλογή σας.



Εικόνα 35.7.4.: Παράθυρο επιλογής τρόπου ανάλυσης.

Εάν επιλέξετε DEVARDAS'S ANALYSIS WITH TITRATION / WITHOUT TITRATION, η οθόνη θα εμφανίσει το ακόλουθο παράθυρο (εικόνα 36.7.4.) Γράψτε το χρόνο μεταξύ 1 και 30 λεπτών (σταματήστε ανάμεσα στο γέμισμα των αντιδραστηρίων και η παραγωγή ατμού αρχίζει). Πατήστε ENTER και γράψτε τα λεπτά και τα δευτερόλεπτα χρησιμοποιώντας το αλφαριθμητικό ή το εξωτερικό πληκτρολόγιο και επιβεβαιώστε με ENTER. Πατήστε CONFIRM για να επιστρέψετε στο προηγούμενο παράθυρο. Με το πλήκτρο BACK η οθόνη εμφανίζει το παράθυρο ρυθμίσεις. Εάν η σύνδεση UDK – PC είναι ενεργή, το κατέβασμα των δεδομένων δεν είναι δυνατό εάν δεν επιλεγεί ανάλυση χωρίς τιτλοδότηση.



Εικόνα 36.7.4.: Παράθυρο για τη ρύθμιση της ανάλυσης DEVARDA'S.

Μετρητής: Επιλέξτε COUNTER και πατήστε ENTER. Η οθόνη θα δείξει τον αριθμό των κύκλων που έχει εκτελέσει το όργανο (εικόνα 37.7.4.). Το νούμερο δείχνει πόσους κύκλους έχει εκτελέσει το όργανο. Με το πλήκτρο BACK, η οθόνη δείχνει το παράθυρο των ρυθμίσεων. Αυτό το παράθυρο είναι μόνο για ανάγνωση.



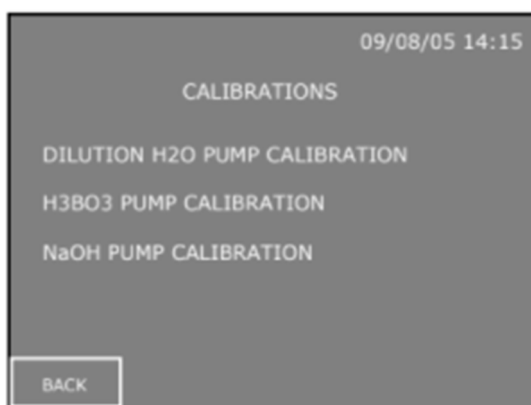
Εικόνα 37.7.4.: Παράθυρο μετρητής.

Τύπος προχοϊδας: Επιλέξτε BURETTE TYPE και πατήστε ENTER. Η οθόνη θα δείξει το παράθυρο της εικόνας 38.7.4. Είναι δυνατό να πλοηγηθείτε ανάμεσα στις δύο επιλογές. Επιλέξτε τον τύπο προχοϊδας και επιβεβαιώστε με ENTER. Ένα οπτικό σήμα “v” θα εμφανιστεί δίπλα στην επιλογή σας. Με το πλήκτρο BACK η οθόνη εμφανίζει το παράθυρο ρυθμίσεων. Ελέγξτε ότι ο επιλεγμένος τύπος προχοϊδας είναι αυτός που έχει εγκατασταθεί στο όργανο.



Εικόνα 38.7.4.: Παράθυρο επιλογής τύπου προχοϊδας.

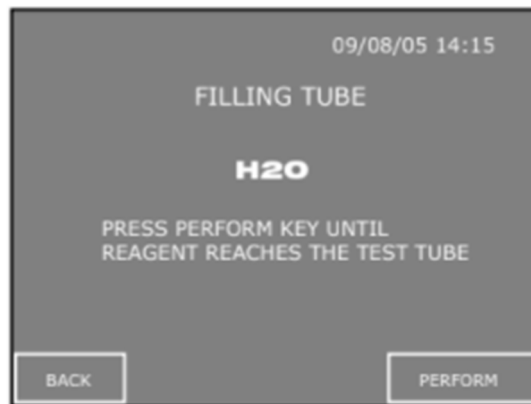
Επιλέξτε CALIBRATIONS και πατήστε ENTER για επιβεβαίωση. Η οθόνη θα δείξει το ακόλουθο παράθυρο (εικόνα 39.7.4.) Με το πλήκτρο BACK η οθόνη εμφανίζει το παράθυρο FUNCTIONS.



Εικόνα 39.7.4.: Το υπομενού CALIBRATIONS.

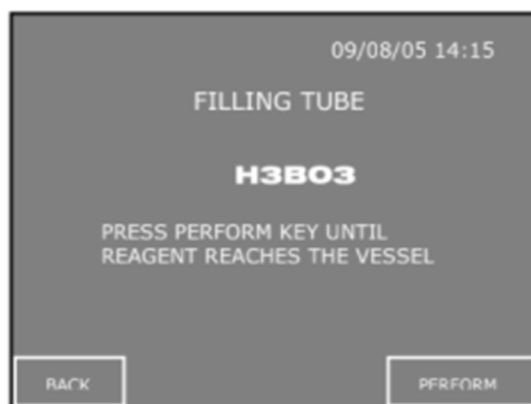
Βαθμονόμηση αντλίας νερού αραιώσης: Επιλέξτε DILUTION H_2O PUMP CALIBRATION και πατήστε ENTER για επιβεβαίωση. Η οθόνη θα εμφανίσει το παράθυρο της εικόνας 40.7.4. Πατώντας το πλήκτρο PERFORM, το όργανο γεμίζει τον σωλήνα με 50 ml νερού αραιώσης. Μετράμε με βαθμονομημένο κύλινδρο τον όγκο του νερού στον σωλήνα και γράφουμε την τιμή στο «MEASURE VALUE». Πατήστε CONFIRM για να επιβεβαιώσετε την τιμή. Η

αντλία του νερού με αυτόματο τρόπο ρυθμίζει την νέα τιμή. Με το πλήκτρο BACK, η οθόνη θα δείξει το προηγούμενο παράθυρο.



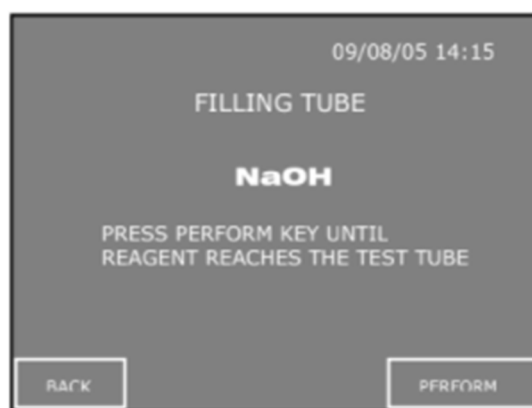
Εικόνα 40.7.4.: Παράθυρο βαθμονόμησης νερού αραιώσης.

Βαθμονόμηση αντλίας βορικού οξέος: Επιλέξτε ACID BORIC CALIBRATION PUMP και πατήστε ENTER. Η οθόνη θα εμφανίσει το ακόλουθο παράθυρο (εικόνα 41.7.4.). Πατώντας το πλήκτρο PERFORM, το όργανο γεμίζει με 50 ml βορικού οξέος στο δοχείο τιτλοδότησης. Μετράμε με βαθμονομημένο κύλινδρο, στο δοχείο, τον όγκο του βορικού οξέος. Γράψτε στο «MEASURE VALUME». Πατήστε CONFIRM για να επιβεβαιώσετε την τιμή. Με αυτόματο τρόπο η αντλία βορικού οξέος ρυθμίζει την νέα τιμή. Με το πλήκτρο BACK, η οθόνη θα εμφανίσει το προηγούμενο παράθυρο.



Εικόνα `41.7.4.: Παράθυρο βαθμονόμησης βορικού οξέος.

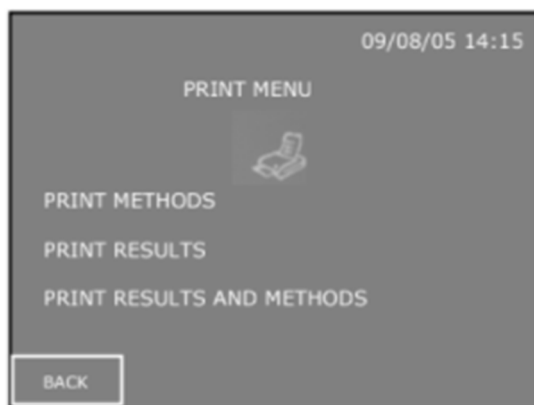
Βαθμονόμηση αντλίας N_aOH : Επιλέξτε N_aOH PUMP CALIBRATION και πατήστε ENTER. Η οθόνη θα εμφανίσει το ακόλουθο παράθυρο (εικόνα 42.7.4.). Πατώντας το πλήκτρο PERFORM, το όργανο γεμίζει τον σωλήνα με 50 ml N_aOH . Μετράμε με βαθμονομημένο κύλινδρο τον όγκο και γράφουμε την τιμή στο <<MEASURE VALUE>>. Πατήστε CONFIRM για να επιβεβαιώσετε την τιμή. Η αντλία N_aOH με αυτόματο τρόπο ρυθμίζει την νέα τιμή. Με το πλήκτρο BACK, η οθόνη εμφανίζει το προηγούμενο παράθυρο.



Εικόνα 42.7.4.: Παράθυρο βαθμονόμησης υδροξειδίου του νατρίου.

Η πρόσβαση στο μενού SERVICE είναι μόνο για εξουσιοδοτημένο προσωπικό της VELP. Εάν κατά λάθος εισέλθετε, πατήστε BACK και επιστρέψτε στο προηγούμενο παράθυρο.

Επιλέξτε PRINTER MENU και πατήστε ENTER. Θα εμφανιστεί το παράθυρο της εικόνας 43.7.4.



Εικόνα 43.7.4.: Το υπομενού PRINTER.

Μέθοδοι εκτύπωσης: Επιλέξτε PRINT MENU και πατήστε ENTER. Η οθόνη εμφανίζει το μενού “METHODS”, για να επιτρέψει στον χειριστή να επιλέξει μέθοδο.

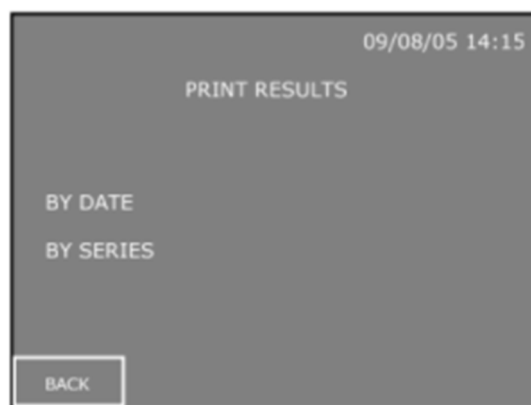
Αποτελέσματα εκτύπωσης: Επιλέξτε PRINT RESULTS και πατήστε ENTER. Η οθόνη εμφανίζει το ακόλουθο παράθυρο (εικόνα 44.7.4.). Είναι δυνατό να επαναφέρετε τα αποθηκευμένα δεδομένα της ανάλυσης της ημέρας ή ολόκληρης σειράς. Είναι δυνατό να πλοηγηθείτε στις δύο επιλογές. Επιλέξτε να επαναφέρετε τα αποθηκευμένα δεδομένα για ημερήσια ανάλυση ή για ολόκληρη σειρά και πατήστε ENTER. Γράψτε με το αλφαριθμητικό ή το εξωτερικό πληκτρολόγιο:

1 – Την ημέρα ή ένα εύρος ημερών, εάν επιλέξετε να εκτυπώσετε ως ημέρα. Εάν επαναφέρετε μία μέρα χωρίς αποθηκευμένα δεδομένα, το όργανο εκτυπώνει μόνο την επικεφαλίδα. Ο κέρσορας υπογραμμίζει “FROM: gg/mm/aa” και πατήστε ENTER για να γράψετε. Με τον κέρσορα υπογραμμίστε την επόμενη γραμμή “TO: gg/mm/aa” και πατήστε ENTER για να γράψετε. Επιβεβαιώστε με ENTER.

2 – Τη σειρά ή τον αριθμό των επιθυμητών σειρών, εάν επιλέξετε να εκτυπώσετε σειρές. Εάν επιλεγεί σειρά χωρίς αποθηκευμένα δεδομένα, η οθόνη εμφανίζει

την τελευταία που έχει εκτελεστεί. Εάν δεν έχουν αποθηκευτεί τα δεδομένα της σειράς εκτυπώνεται μόνο η επικεφαλίδα . Ο κέρσορας υπογραμμίζει “FROM: 0000”, για να γράψετε πατήστε ENTER και επιβεβαιώστε με ENTER. Με τον κέρσορα υπογραμμίστε την επόμενη γραμμή “TO: 0000” και πατήστε ENTER για να γράψετε. Επιβεβαιώστε με ENTER.

Με το πλήκτρο PRINT, εκτυπώνετε ότι δείχνει η οθόνη. Με το πλήκτρο PREVIEW, θα εμφανιστούν στην οθόνη όλες οι εκτελεσμένες αναλύσεις στην επιλεγμένη περίοδο ή αυτές της επιλεγμένης σειράς. Σε αυτό το παράθυρο πατώντας το πλήκτρο PRINT, είναι δυνατό να εκτυπώσετε τις αναλύσεις και να βγείτε από το προηγούμενο, πατώντας το πλήκτρο ↓, είναι δυνατό να πλοηγηθείτε στην προηγούμενη ανάλυση πάνω από μία φορές. Πατώντας το πλήκτρο BACK είναι δυνατό να επιστρέψετε στο μενού που μπορείτε να ρυθμίσετε ημερομηνία και σειρά. Με το πλήκτρο BACK, η οθόνη εμφανίζει το μενού εκτύπωσης. Εάν στην επιλεγμένη περίοδο ή τη σειρά δεν υπάρχουν δεδομένα το όργανο εμφανίζει: << Warning! Nodata >>.



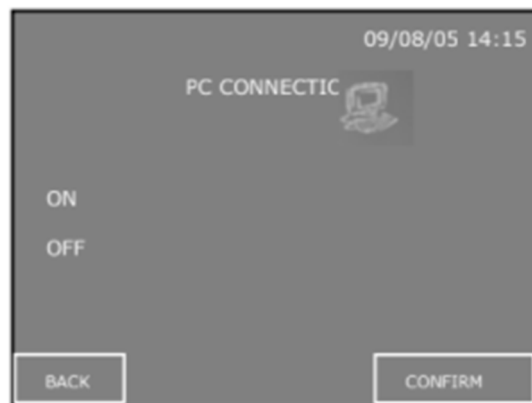
Εικόνα 44.7.4.: Παράθυρο επιλογής εκτύπωσης αποτελεσμάτων.

Δεδομένα εκτύπωσης από σειρά: Η αναφορά είναι όμοια με την προηγούμενη, αλλά με την εμφάνιση των δεδομένων ανάλυσης που απομνημονεύονται στην επιλεγμένη σειρά.

Αποτελέσματα εκτύπωσης με τις μεθόδους: Επιλέξτε PRINT RESULTS AND METHODS και πατήστε ENTER. Το υπό – μενού προτείνει τις ίδιες επιλογές όπως και παραπάνω (PRINT ANALYSIS DATA). Μόνο η εκτυπωμένη αναφορά αλλάζει, πρακτικά σε σύγκριση με την προηγούμενη.

Σημείωση: Εάν η επιλογή UDK – PC είναι ενεργή, η επιλογή PRINT είναι ανενεργή. Δεν είναι δυνατό να εκτυπωθούν και οι άλλες μέθοδοι. Επιλέγοντας το μενού PRINT, εμφανίζεται μόνο το PRINT RESULTS AND METHODS / BY DATE or BY SERIES. Είναι δυνατό να κατεβάσετε τα δεδομένα που αποθηκεύονται στο όργανο με μία εξειδικευμένη βάση δεδομένων με κατάλληλο λογισμικό με τη σύνδεση USB.

Επιλέξτε PC CONNECTION και πατήστε ENTER για επιβεβαίωση. Η οθόνη δείχνει το ακόλουθο παράθυρο (εικόνα 45.7.5).



Εικόνα 45.7.4.: Το υπομενού PC CONNECTION.

Είναι δυνατό να επιλέξετε ανάμεσα σε δύο επιλογές. Επιλέξτε PC σύνδεση ON ή OFF και πατήστε CONFIRM για επιβεβαίωση. Με το πλήκτρο BACK, η οθόνη δείχνει το προηγούμενο παράθυρο. Εάν η σύνδεση με το PC είναι ενεργή, η επιλογή εκτύπωσης δεν είναι ενεργή.

7.5. Εργασιακός κύκλος

Η μονάδα μπορεί να εκτελέσει διαφορετικές μορφές ανάλυσης, όπως αναφέρθηκε και πιο πάνω η συσκευή δίνει τη δυνατότητα για 4 διαφορετικές μορφές:

- Ανάλυση με τιτλοδότηση.
- Ανάλυση χωρίς τιτλοδότηση.
- Ανάλυση Devarda's με τιτλοδότηση.
- Ανάλυση Devarda's χωρίς τιτλοδότηση.

Ακολουθούν τα σημαντικότερα βήματα για κάθε μία μορφή ανάλυσης αντίστοιχα.

Ανάλυση με τιτλοδότηση.

1. Ενεργοποιήστε το μηχάνημα.
2. Προθέρμανση 3 λεπτών.
3. Ανοίξτε το νερό βρύσης.
4. Τοποθετήστε τον δοκιμαστικό σωλήνα στην θέση στην μονάδα απόσταξης με ατμό.
5. Εκτελέστε αυτόματο ή χειροκίνητο έλεγχο.
6. Στο μενού FUNCTIONS, επιλέξτε τη μορφή ανάλυσης «ANALYSIS WITH TITRATION».
7. Εκτελέστε πλύσιμο.
8. Εκτελέστε ανάλυση κενού.
9. Τοποθετείστε στον σωλήνα που περιέχει το δείγμα στην μονάδα απόσταξης ατμού.

10. Επιλέξτε την μέθοδο που θα χρησιμοποιηθεί.
11. Γράψτε τα απαραίτητα δεδομένα για τον υπολογισμό των αποτελεσμάτων και για το GPL (κενό, μονάδα για τα αποτελέσματα, όνομα χειριστή, όνομα δείγματος, ποσότητα δείγματος, δύναμη ατμού, αναρρόφηση υπολειμμάτων).
12. Αρχίστε την ανάλυση με το «START».
13. Το ηχητικό σήμα προειδοποιεί για το τέλος του κύκλου.
14. Μετακινήστε τον δοκιμαστικό σωλήνα και αντικαταστήστε τον με έναν καινούργιο.
15. Πιέστε το πλήκτρο «NEW» για να αρχίσετε νέα ανάλυση.

Ανάλυση χωρίς τιτλοδότησης

1. Ανάψτε το όργανο.
2. Προθέρμανση 3 λεπτών.
3. Ανοίξτε το νερό βρύσης.
4. Τοποθετήστε τον δοκιμαστικό σωλήνα στην θέση του στην μονάδα απόσταξης ατμού.
5. Εκτελέστε χειροκίνητο ή αυτόματο έλεγχο.
6. Στο μενού FUNCTIONS, επιλέξτε τη μορφή ανάλυσης «ANALYSIS WITHOUT TITRATION».
7. Εκτελέστε πλύσιμο.
8. Τοποθετείστε τον σωλήνα που περιέχει το δείγμα στην θέση του στην μονάδα απόσταξης ατμού.

9. Απομακρύνετε τον κίτρινο σωλήνα κάτω από τον συμπυκνωτή και αντικαταστήστε τον με τον σωλήνα απόσταξης (σωλήνας σιλικόνης).
10. Τοποθετήστε την φιάλη Erlenmeyer στην λευκή υποδοχή, προσθέτοντας τον σωστό όγκο βορικού οξέος που χρειάζεται η ανάλυση.
11. Επιλέξτε τη μέθοδο που θα χρησιμοποιηθεί. Είναι πολύ σημαντικό να ρυθμίσετε τον όγκο βορικού οξέος 0,00 ml, επειδή θα προσθεθεί στο δοχείο.
12. Γράψτε τα απαραίτητα δεδομένα για τον υπολογισμό των αποτελεσμάτων και για το GPL (χρόνος απόσταξης, όνομα χειριστή, όνομα δείγματος, ποσότητα δείγματος, δύναμη ατμού, αναρρόφηση υπολειμμάτων).
13. Ξεκινήστε την ανάλυση με το «START».
14. Το ηχητικό σήμα προειδοποιεί για το τέλος του κύκλου.
15. Απομακρύνετε τον δοκιμαστικό σωλήνα και αντικαταστήστε με έναν καινούργιο. Εάν η απόσταξη σε σειρά τελειώσει τοποθετήστε στην θέση έναν άδειο σωλήνα.
16. Πιέστε το πλήκτρο «NEW» για να αρχίσετε νέα ανάλυση.

Ανάλυση Devarda's με τιτλοδότηση

1. Ανάψτε το όργανο.
2. Προθέρμανση 3 λεπτών.
3. Ανοίξτε το νερό βρύσης.
4. Τοποθετήστε τον δοκιμαστικό σωλήνα στην θέση του στην μονάδα απόσταξης ατμού.
5. Εκτελέστε χειροκίνητο ή αυτόματο έλεγχο.

6. Στο μενού FUNCTIONS, επιλέξτε τη μορφή ανάλυσης «DEVERDA'S ANALYSIS WITH TITRATION» (προεπιλογή στη μονάδα).
7. Γράψτε στο σωστό παράθυρο έναν αριθμό από 00 έως 30 λεπτά.
8. Εκτελέστε πλύσιμο.
9. Τοποθετείστε τον δοκιμαστικό σωλήνα που περιέχει το δείγμα στην θέση του στην μονάδα απόσταξης ατμού.
10. Επιλέξτε την μέθοδο που θα χρησιμοποιήσετε.
11. Γράψτε τα απαραίτητα δεδομένα για τον υπολογισμό των αποτελεσμάτων και για το GPL.
12. Ξεκινήστε την ανάλυση με το «START».
13. Το ηχητικό σήμα προειδοποιεί για το τέλος του εργασιακού κύκλου.
14. Απομακρύνετε τον παλιό δοκιμαστικό σωλήνα και αντικαταστήστε τον με έναν νέο. Εάν η απόσταξη σε σειρά τελειώσει τοποθετήστε στην θέση έναν άδειο δοκιμαστικό σωλήνα.
15. Πιέστε το πλήκτρο «NEW» για να αρχίσετε νέα ανάλυση.

Ανάλυση Devarda's χωρίς τιτλοδότηση

1. Ανάψτε το όργανο.
2. Προθέρμανση 3 λεπτών.
3. Ανοίξτε το νερό βρύσης.
4. Τοποθετήστε τον δοκιμαστικό σωλήνα στην θέση του στην μονάδα απόσταξης ατμού.
5. Εκτελέστε χειροκίνητο ή αυτόματο έλεγχο.

6. Στο μενού FUNCTIONS, επιλέξτε τη μορφή ανάλυσης «DINARDA'S ANALYSIS WITHOUT TITRATION».

7. Γράψτε στο σωστό παράθυρο έναν αριθμό από 00 έως 30 λεπτά.

8. Εκτελέστε πλύσιμο.

9. Τοποθετείστε τον σωλήνα που περιέχει το δείγμα στην θέση του στην μονάδα απόσταξης ατμού.

10. Απομακρύνετε τον κίτρινο σωλήνα κάτω από τον συμπυκνωτή και αντικαταστήστε τον με τον σωλήνα απόσταξης (σωλήνας σιλικόνης).

11. Τοποθετήστε το δοχείο Erlenmeyer στην λευκή υποδοχή, προσθέτοντας τον σωστό όγκο βορικού οξέος που χρειάζεται η ανάλυση.

12. Επιλέξτε τη μέθοδο που θα χρησιμοποιηθεί. Είναι πολύ σημαντικό να ρυθμίσετε τον όγκο βορικού οξέος 0,00 ml, επειδή θα προσθεθεί στο δοχείο.

13. Γράψτε τα απαραίτητα δεδομένα για τον υπολογισμό των αποτελεσμάτων και για το GPL.

14. Ξεκινήστε την ανάλυση με το «START».

15. Το ηχητικό σήμα προειδοποιεί για το τέλος του εργασιακού κύκλου.

16. Απομακρύνετε τον παλιό δοκιμαστικό σωλήνα και αντικαταστήστε με έναν καινούργιο. Εάν η απόσταση σε σειρά τελειώσει τοποθετήστε στην θέση έναν άδειο σωλήνα.

17. Πιέστε το πλήκτρο «NEW» για να αρχίσετε νέα ανάλυση.

7.6. Έλεγχοι λειτουργίας

Όταν το πληκτρολόγιο (code Velp A00000009) του υπολογιστή συνδεθεί με την μονάδα στην κατάλληλη υποδοχή είναι δυνατό να εκτελέσετε πολύ γρήγορα την

εισαγωγή όλων των δεδομένων και των παραμέτρων που απαιτούνται. Παρακάτω, ακολουθεί η αντιστοιχία μεταξύ των πλήκτρων της οθόνης και των πλήκτρων του πληκτρολογίου.

F1 ↔ το πρώτο πλήκτρο (Στα αριστερά της οθόνης).

F2 ↔ το δεύτερο πλήκτρο.

F3 ↔ το τρίτο πλήκτρο.

F4 ↔ το τέταρτο πλήκτρο (στα δεξιά της οθόνης).

Είναι απαραίτητο να χρησιμοποιούνται ιταλικά πληκτρολόγια σύμφωνα με IBM με βύσμα τύπου μιντίν αρσενικό με 4 ακίδες

Η συσκευή διαθέτει ένα αυτοματοποιημένο σύστημα ασφαλειών που διασφαλίζουν την εύρυθμη λειτουργία της.

- Εάν ο σωλήνας δεν είναι σωστά τοποθετημένος στην μονάδα απόσταξης/τιτλοδότησης, όταν πατηθεί το κόκκινο κουμπί «START» ο εργασιακός κύκλος δεν θα αρχίσει, ένα ηχητικό σήμα προειδοποιεί για την λάθος κατάσταση και η οθόνη δείχνει για λίγα δευτερόλεπτα «Warning! Introduce the tube».
- Εάν κάποιος προσπαθήσει να αφαιρέσει το δοκιμαστικό σωλήνα κατά την διάρκεια της απόσταξης ο εργασιακός κύκλος αυτόματα διακόπτεται.
- Εάν η διαφανής προστασία του δοκιμαστικού σωλήνα δεν είναι κλειστή όταν πατηθεί «START», ο εργασιακός κύκλος δεν αρχίζει. Ένα ηχητικό μήνυμα προειδοποιεί για την λάθος κατάσταση και η οθόνη εμφανίζει για λίγα δευτερόλεπτα: «Warning! Close protection».
- Εάν το διαφανές προστατευτικό ανοίξει κατά λάθος κατά την διάρκεια του εργασιακού κύκλου (δεν διακόπτεται), η οθόνη δείχνει την ίδια

προειδοποίηση με το ίδιο ηχητικό σήμα. Αυτές οι δύο ασφάλειες είναι ενεργές μέχρι το τέλος της ανάλυσης.

Αποθεματικά: Η μονάδα είναι εφοδιασμένη με σύστημα προειδοποίησης για τα αποθεματικά των αντιδραστηρίων που χρησιμοποιούνται στις δοκιμές. Οι εξωτερικοί σωλήνες που περιέχονται στην μονάδα για το γέμισμα των αντιδραστηρίων είναι εφοδιασμένοι με αισθητήρες επιπέδου. Η ηλεκτρική σύνδεση των αισθητήρων γίνεται στον οπίσθιο πίνακα της μονάδας σε αντιστοιχία με τις υδραυλικές συνδέσεις. Όταν το επίπεδο των αντιδραστηρίων μέσα στις δεξαμενές υπερβεί το ελάχιστο και τα πλήκτρα «START» ή «PERFORM» είναι πατημένα, η οθόνη εμφανίζει: «Warning! Reserve dilution water». Γεμίστε τη δεξαμενή με την έλλειψη αντιδραστηρίου. Ούτως ή άλλως ο κύκλος αρχίζει σε κατάσταση αποθεματικού πατώντας «START». Στο μενού «AUTOMATIC CHECK – UP» η μονάδα θα ελέγξει το επίπεδο των αντιδραστηρίων. Αποφύγετε να μετακινήσετε τους σωλήνες με τους αισθητήρες από τις δεξαμενές επειδή μπορεί να συμβεί μερικό άδειασμα. Όταν συμβαίνει κατάσταση αποθεματικού η προτεινόμενη ενέργεια είναι να γεμίσετε τις δεξαμενές και όχι να τις αλλάξετε με σκοπό να αποφύγετε το άδειασμα των σωλήνων.

Υπερπλήρωση: Η μονάδα είναι εφοδιασμένη με ένα συγκεκριμένο υδραυλικό σύστημα για την μετακίνηση των υπολειμμάτων της απόσταξης το οποίο μπορεί να συνδεθεί σε κατάλληλη δεξαμενή για την διάθεση τους σύμφωνα με τους ισχύοντες κανόνες. Η μονάδα είναι εφοδιασμένη με εξωτερικό σωλήνα που διαθέτει αισθητήρα επιπέδου με ηλεκτρική σύνδεση, ο οποίος τοποθετείτε στο πίσω μέρος σε αντιστοιχία με την επιγραφή «OUTLET Distillation Residues». Όταν το επίπεδο υπολειμμάτων στην δεξαμενή υπερβεί το μέγιστο επίπεδο και είναι πατημένο το «START» η οθόνη εμφανίζει: «Warning! Too full distillation

residues». Η δεξαμενή πρέπει να αδειάσει, ώστε ο κύκλος να ξαναρχίσει πατώντας το πλήκτρο «START».

Η μονάδα εμφανίζει στην οθόνη διάφορους τύπους προειδοποιήσεων:

Προειδοποιήσεις για την σωστή λειτουργία της μονάδας:

1. Ανεπαρκές νερό ψύξης: Η μονάδα είναι εφοδιασμένη με μετρητή ροής του νερού βρύσης ο οποίος μετρά τον ρυθμό ροής νερού ψύξης. Εάν η βρύση δεν έχει ανοίξει ή ο ρυθμός ροής νερού είναι πολύ χαμηλός, 10 δευτερόλεπτα μετά την έναρξη της ανάλυσης, η οθόνη μαζί με το ηχητικό μήνυμα εμφανίζει: «Warning! Cooling water insufficient». Ανοίξτε το νερό της βρύσης με σκοπό να ψυχθεί το απόσταγμα.
2. Αλλάξτε τον δοκιμαστικό σωλήνα: Η μονάδα είναι εξοπλισμένη με αισθητήρα ικανό να συμβουλεύσει για την αλλαγή του δοκιμαστικού σωλήνα ανάμεσα σε δύο αναλύσεις. Εάν ο δοκιμαστικός σωλήνας δεν αλλαχθεί, πατώντας το START, η οθόνη μαζί με το ακουστικό σήμα, εμφανίζει «Warning! Change the test tube». Αλλάξτε τον δοκιμαστικό σωλήνα και πατήστε «START» ώστε να αρχίσει η ανάλυση.
3. Γεμάτο δοχείο: Η μονάδα είναι ικανή να ελέγξει την κατάσταση του δοχείου τιτλοδότησης στην αρχή κάθε ανάλυσης. Εάν στην αρχή της ανάλυσης το δοχείο είναι γεμάτο, η οθόνη, μαζί με το ακουστικό σήμα, εμφανίζει: «Warning! Empty the vessel». Η ανάλυση δεν αρχίζει. Αδειάστε το δοχείο.
4. Αλλάξτε το διάλυμα υποδοχής: Κατά την διάρκεια του χειροκίνητου ή του αυτόματου ελέγχου, η μονάδα εκτελεί χρωματικό έλεγχο του διαλύματος υποδοχής. Η μονάδα επαναλαμβάνει την διαδικασία 3 φορές. Εάν μετά την τρίτη φορά, το χρώμα δεν είναι σωστό, η οθόνη, μαζί με το ακουστικό σήμα, εμφανίζει: «Warning! Change solution». Η Velp προτείνει να αλλάξετε το διάλυμα υποδοχής με σκοπό να επιτύχετε τις σωστές

συνθήκες για την ανάλυση. Εάν το χρώμα του διαλύματος δότη είναι σωστό για τον πελάτη η μονάδα μπορεί να λειτουργήσει. Με σκοπό να υπερβείτε τον έλεγχο, είναι απαραίτητο να πατήσετε «BACK» στο παράθυρο: «Colour not correct»

Προειδοποίηση για την σωστή ρύθμιση των παραμέτρων της ανάλυσης:

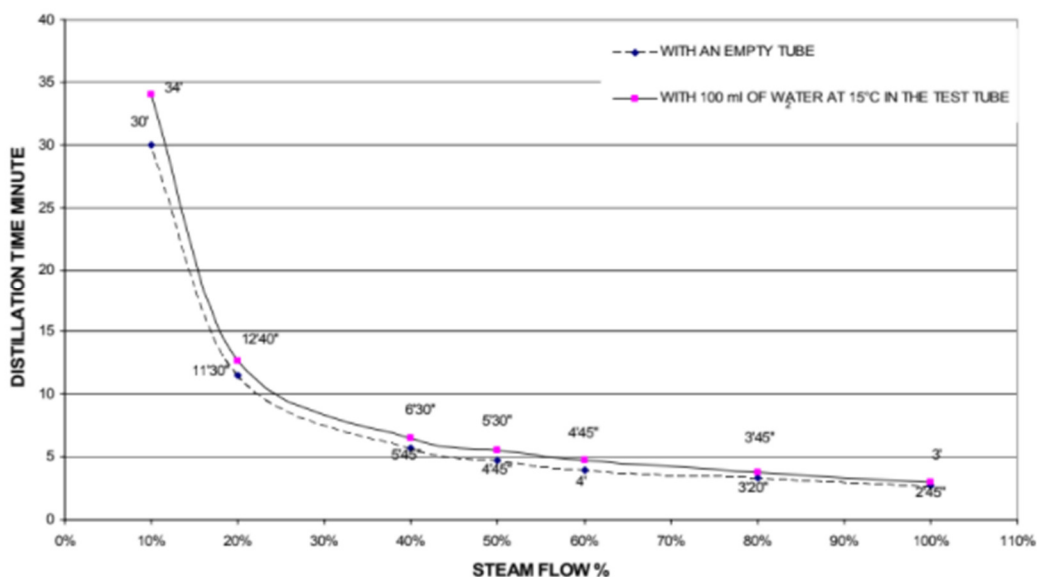
1. Ανολοκλήρωτες μέθοδοι: Όταν μία προσαρμοσμένη μέθοδος ρυθμίζεται, η μονάδα προειδοποιεί για την απουσία παραμέτρων που χρειάζονται για τον υπολογισμό των αποτελεσμάτων. Η οθόνη δείχνει το παρακάτω μήνυμα και ακούγεται ηχητικό σήμα: «Warning! Uncompleted method». Η οθόνη δείχνει το σημείο στο οποίο είναι απαραίτητο να προστεθούν δεδομένα. Γράψτε τα απαραίτητα δεδομένα, υποδεικνύεται από την οθόνη με μια λάμψη.
2. Η μέθοδος τροποποιήθηκε: Εάν μια προσαρμοσμένη μέθοδος τροποποιηθεί, όταν πατηθεί το πλήκτρο «CONFIRM», η οθόνη, μαζί με το ακουστικό σήμα, εμφανίζει: «Warning! Methods already used. The data obtained with this method will be deleted». Το μήνυμα εμφανίζεται με σκοπό να υπενθυμίσει ότι υπάρχουν απομνημονευμένα αποτελέσματα που περιέχονται με αυτή τη μέθοδο τα οποία διαγράφουν εάν η επιλεγμένη μέθοδο τροποποιηθεί. Πατήστε «CONFIRM» με σκοπό να απομνημονευτεί την τροποποιημένη μέθοδο ή «BACK» με σκοπό να επιστρέψετε στα παλιά δεδομένα και να επιλέξετε μία νέα μέθοδο.
3. Γεμάτη μνήμη: Το όργανο μπορεί να απομνημονεύσει πάνω από 3.500 αναλύσεις. Όταν το πλήκτρο «START» πατηθεί ξεκινώντας την ανάλυση υπ' αριθμών 3.501, η μονάδα προειδοποιεί ότι οι πρώτες 500 αποθηκευμένες τιμές αναλύσεων θα διαγραφούν. Η οθόνη, μαζί με το ηχητικό σήμα, εμφανίζει: «Warning! Full memory. Go on? ». Εάν πατηθεί το πλήκτρο «YES», οι πρώτες 500 αναλύσεις που ήταν αποθηκευμένες θα

διαγραφούν. Εάν πατηθεί το πλήκτρο «NO», είναι δυνατό να επιστρέψετε, να εκτυπώσετε δεδομένα ή να τα κατεβάσετε στο PC και μετά να αρχίσετε την ανάλυση.

Πιθανή διακοπή της ηλεκτρικής παροχής οδηγεί στην απώλεια του τρέχοντος τεστ. Όταν η ηλεκτρική παροχή επανέρθει, η μονάδα αρχίζει την τρίλεπτη προθέρμανση όπως όταν ενεργοποιείται. Τα δεδομένα που έχουν καταγραφεί για την ανάλυση, όπως και η ποσότητα των σειρών, θα παραμείνουν στην μνήμη

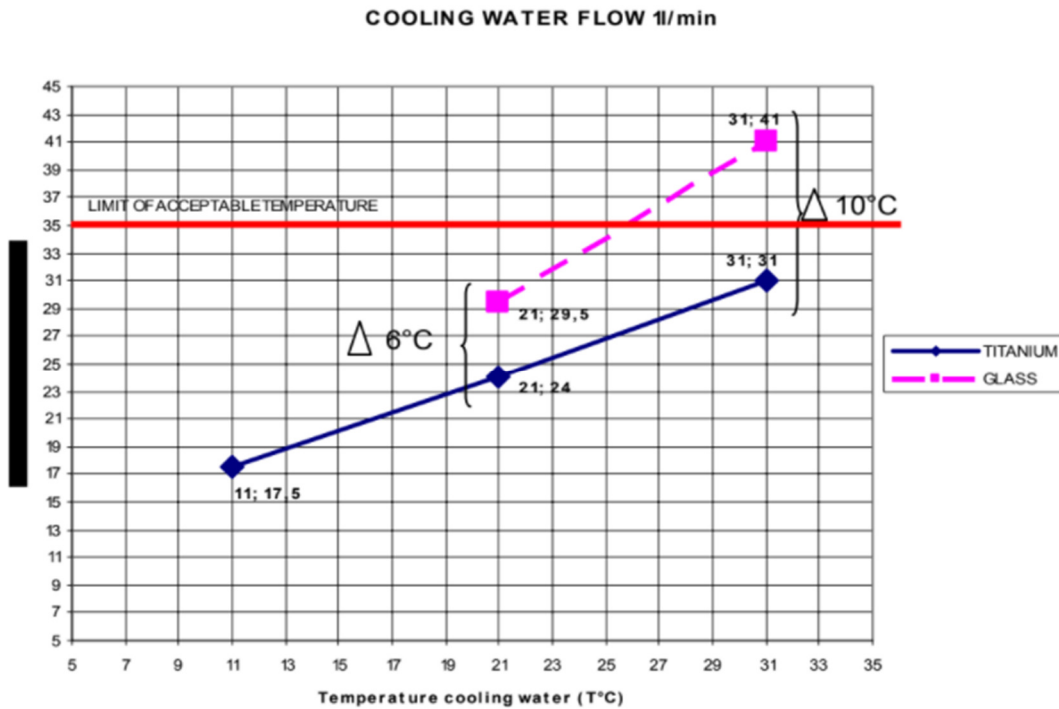
7.7. ΔΙΑΓΡΑΜΜΑΤΑ ΣΧΕΤΙΚΑ ΜΕ ΤΗΝ ΣΥΣΚΕΥΗ UDK152

Διάγραμμα παραγωγής ατμού: Ο χρόνος που χρειάζεται για την παραγωγή 100 ml αποστάγματος με διαφορετικές ροές ατμού εμφανίζονται στο διάγραμμα 1.7.7. Η μονάδα UDK 152, όπως φαίνεται στο διάγραμμα, επιτρέπει να αποκτήσετε 100 ml αποστάγματος σε μόνο 3 λεπτά. Είναι δυνατό να ρυθμίσετε την δύναμη του ατμού από το 10% στο 100% με σκοπό να κάνετε γρηγορότερες ή πιο αργές αποστάξεις.



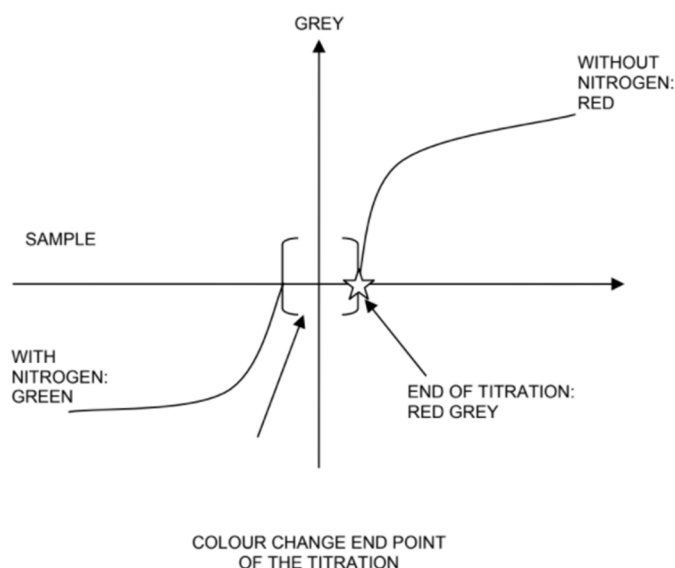
Διάγραμμα 1.7.7: Διάγραμμα παραγωγής ατμού της μονάδας UDK152

Διάγραμμα κατανάλωσης νερού βρύσης συσχετιζόμενης με την τιμή της ροής νερού και την θερμοκρασία: Το διάγραμμα 2.7.7 δείχνει την αποτελεσματικότητα του πατενταρισμένου από την Veip συμπυκνωτή τιτανίου σε σύγκριση με τον παραδοσιακό γυάλινο συμπυκνωτή. Είναι σημαντικό να υπογραμμίσουμε ότι, συντηρώντας μία συνεχή ροή νερού βρύσης (1 l/min) σε υψηλή θερμοκρασία, ο καινούργιος συμπυκνωτής επιτρέπει θερμοκρασία απόσταξης πάντα μικρότερη της οριακής τιμής (35°C), όπως ορίζεται από την μέθοδο Κένταλ. Η μέθοδος Κένταλ προτείνει να μη παράγεται απόσταγμα με θερμοκρασία υψηλότερη των 35°C με σκοπό να αποφευχθεί η απώλεια αζώτου. Σε θερμοκρασία νερού βρύσης 31°C, με ροή νερού βρύσης 1 l/min, ο συμπυκνωτής τιτανίου επιτρέπει να επιτύχετε μια θερμοκρασία αποστάγματος 31°C, όταν στις συνθήκες ο παραδοσιακός γυάλινος συμπυκνωτής δίνει απόσταγμα θερμοκρασίας 41°C. Είναι δυνατό να δείτε την υψηλή αποδοτικότητα του συμπυκνωτή τιτανίου επίσης σε χαμηλές θερμοκρασίες. Όταν η θερμοκρασία νερού βρύσης είναι 21°C και ο συμπυκνωτής τιτανίου δίνει απόσταγμα 24°C, στις ίδιες συνθήκες ο παραδοσιακός γυάλινος δίνει απόσταγμα 29,5°C. Ο νέος συμπυκνωτής επιτρέπει να εκτελούνται αναλύσεις με ελάχιστη κατανάλωση νερού βρύσης. Η υψηλή ανταλλαγή θερμοκρασίας επιτρέπει να χρησιμοποιείται ποσότητα ροής νερού 0,5 l/min για την εκτέλεση της ανάλυσης σε καλές συνθήκες.



Διάγραμμα 2.7.7: Διάγραμμα κατανάλωσης νερού βρύσης συσχετιζόμενη με την τιμή της ροής νερού και την θερμοκρασία

Διάγραμμα τελικού σημείου: Η διαδικασία της χρωμομετρικής τιτλοδότησης χρησιμοποιώντας την UDK 152 εμφανίζεται στο διάγραμμα 3.7.7. Πριν αρχίσει η ανάλυση, το διάλυμα υποδοχής (βορικό οξύ με δείκτες) που τοποθετείται στο δοχείο είναι κόκκινο. Όταν η ανάλυση αρχίσει και το απόσταγμα εισέρθει στο δοχείο τιτλοδότησης, το χρωματιστό διάλυμα αλλάζει από κόκκινο σε πράσινο, επειδή το απόσταγμα περιέχει άζωτο. Σε αυτή την κατάσταση η προχοΐδα προσθέτει ένα συγκεκριμένο όγκο διαλύματος τιτλοδότησης με στόχο να φτάσει στο τελικό σημείο (με γκρι – κόκκινο χρώμα) στο τέλος της τιτλοδότησης.



Διάγραμμα 3.7.7: Διάγραμμα τελικού σημείου

7.8. ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΕΣ ΚΑΤΑ ΤΗΝ ΟΛΟΚΛΗΡΩΣΗ ΤΟΥ ΕΡΓΑΣΙΑΚΟΥ ΚΥΚΛΟΥ ΚΑΙ ΣΥΝΤΗΡΗΣΗ

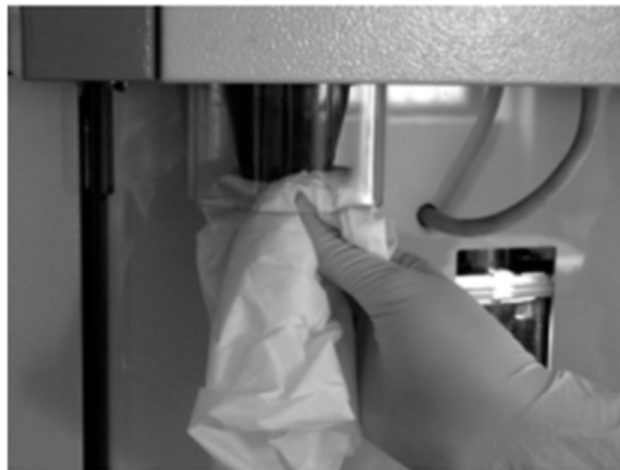
Στο τέλος μιας εργασιακής μέρας ή στο τέλος του φόρτου εργασίας, πατήστε το πλήκτρο END στο μενού για το τέλος της ανάλυσης και εκτελέστε το πλύσιμο της μονάδας όπως προτείνεται. Όταν ολοκληρωθεί το πλύσιμο:

1. Κλείστε το νερό βρύσης.
2. Σβήστε τη μονάδα.
3. Τοποθετήστε στην θέση έναν άδειο σωλήνα για να αποφευχθούν τα σταξίματα

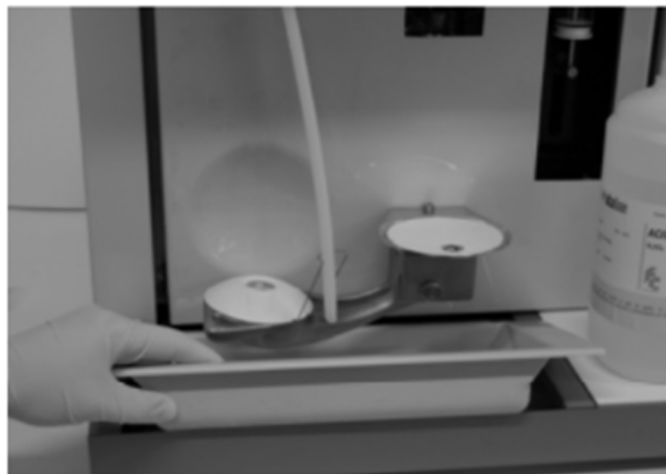
Η συνάρτηση (συνηθισμένη ή εξειδικευμένη) είναι πολύ σημαντική με σκοπό να κρατήσετε την μονάδα σε καλή λειτουργική κατάσταση και να επεκταθεί η διάρκεια ζωής. Είναι απαραίτητο να ακολουθήσετε τις παρακάτω οδηγίες.

Η συνηθισμένη συντήρηση του οργάνου πρέπει να εκτελεστεί στο τέλος της χρήσης και περιέχει τα ακόλουθα βήματα:

- Εκτελέστε πλύσιμο πριν το σβήσιμο της μονάδας. Η μονάδα προτείνει αυτήν την διαδικασία με το πλήκτρο END στο τέλος για μονή ή απόσταξη σε σειρά. Εάν πατηθεί το πλήκτρο END εκτελείται πλύσιμο.
- Καθαρίστε με ένα βρεγμένο πανί την ένωση σωλήνων πάνω από τον δοκιμαστικό σωλήνα, το πλαστικό προστατευτικό και κάθε ίχνος δείγματος στην επιφάνεια του οργάνου(εικόνα 1.7.8).
- Ξεπλύνετε την μικρή λεκάνη συλλογής σταγόνων που βρίσκεται κάτω από τον δοκιμαστικό σωλήνα ή απομακρύνετε την και καθαρίστε την κάτω από νερό βρύσης(εικόνα 2.7.8). Αντικαταστήστε τη.



Εικόνα 1.7.8: Καθαρισμός προστατευτικού σωλήνα και πλαστικού προστατευτικού



Εικόνα 2.7.8: Λεκάνη συλλογής σταγόνων

Κάθε διαδικασία εξειδικευμένης συντήρησης πρέπει να εκτελείται μετά την αποσύνδεση της μονάδας από το ηλεκτρικό δίκτυο και την παροχή νερού. Πρέπει να προσέξετε την επαφή με επικίνδυνα αντιδραστήρια, γι αυτό πρέπει να φοράτε προστατευτικά γάντια. Ακολουθεί μια λίστα με τις διαδικασίες εξειδικευμένης συντήρησης.

Περιοδικές διαδικασίες εξειδικευμένης συντήρησης:

- Καθαρισμός δοχείου τιτλοδότησης.
- Καθαρισμός προστατευτικής ασπίδας.
- Καθαρισμός σωλήνων που περιέχουν διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου.
- Καθαρισμός σωλήνων διαλύματος δότη.
- Καθαρισμός φίλτρων.

Λειτουργίες που γίνονται εάν είναι απαραίτητες:

- Αλλαγή της σύνδεσης του δοκιμαστικού σωλήνα.
- Αλλαγή ασφαλειών.
- Καθαρισμός προχοϊδας.
- Καθαρισμός συμπυκνωτή.
- Καθαρισμός των εσωτερικών τμημάτων των προστατευτικών και του συμπυκνωτή.

Καθαρισμός του δοχείου τιτλοδότησης:

(Συχνότητα: κάθε εβδομάδα ή μετά από 200 αναλύσεις).

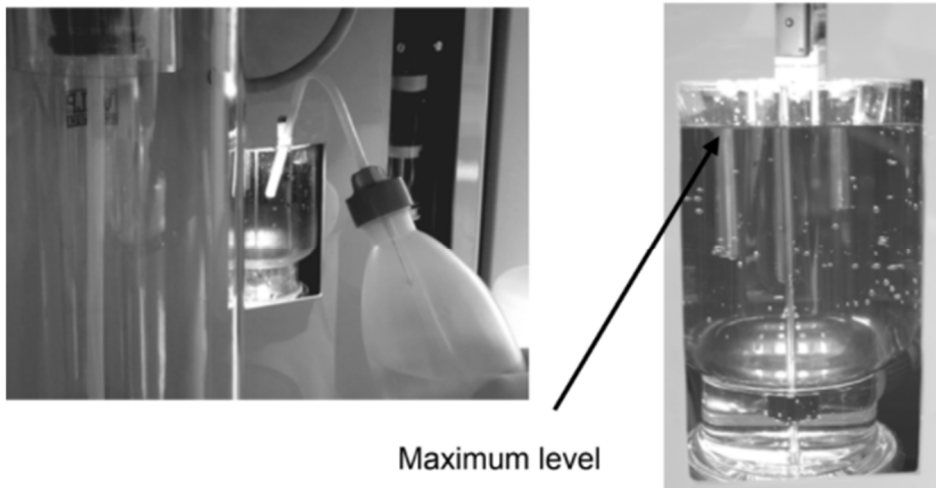
Για να αντιμετωπίσετε τα υπολείμματα ή τους κρυστάλλους του διαλύματος υποδοχής μέσα στο δοχείο τιτλοδότησης, στο τέλος του φόρτου εργασιών:

- Κλείστε την βαλβίδα στον σωλήνα PVC των υπολειμμάτων τιτλοδότησης στην πίσω μεριά της μονάδας (εικόνα 3.7.8)
- Εκτελέστε πλύσιμο.

- Σβήστε την μονάδα, γεμίστε το δοχείο τιτλοδότησης με ζεστό αποσταγμένο νερό έως τον εσωτερικό γυάλινο σωλήνα του διαλύματος υποδοχής(εντοπίζεται στην εικόνα 4.7.8 από το βέλος).
- Αφήστε την μονάδα σε αυτές τις συνθήκες για τουλάχιστον μία ώρα ή μέχρι να απομακρυνθούν οι κρύσταλλοι.
- Ανοίξτε την βαλβίδα όπισθεν της μονάδας (ιδιαίτερη προσοχή στο ότι το τέλος του σωλήνα είναι μέσα στην δεξαμενή υπολειμμάτων).



Εικόνα 3.7.8: Βαλβίδα του σωλήνα για τα υπολείμματα



Εικόνα 3.7.8: Μέγιστο σημείο γεμίματος του γυάλινου σωλήνα.

Καθαρισμός προστατευτικής ασπίδας:

(Συχνότητα: Κάθε μήνα ή μετά από 500 αναλύσεις).

- Αφαιρέστε την προστατευτική ασπίδα ξεβιδώνοντας την βίδα στα αριστερά της (εικόνα 4.7.8.).

- Καθαρίστε την με ζεστό νερό. Μην χρησιμοποιείτε λειαντικά ή καθαριστικά που περιέχουν διαλύτες.
- Αντικαταστήστε την.



Εικόνα 4.7.8.: Ξεβίδωμα προστατευτικής ασπίδας.

Καθαρισμός του σωλήνα υδροξειδίου του νατρίου:

(Συχνότητα: Κάθε μήνα ή μετά από 500 αναλύσεις).

Αυτοί οι σωλήνες πρέπει να παραμένουν πάντα γεμάτοι, επειδή το διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου σε επαφή με τον αέρα δημιουργεί κρυστάλλους, οι οποίοι μπλοκάρουν τους σωλήνες και δυσχεραίνουν τις λειτουργίες των εσωτερικών τμημάτων.

Παρ' όλα αυτά οι σωλήνες πρέπει να καθαρίζονται όπως υπογραμμίζεται στην εξειδικευμένη συντήρηση με τον ακόλουθο τρόπο:

- Τοποθετήστε σε κατάλληλη θέση έναν άδειο δοκιμαστικό σωλήνα.
- Εισάγετε το τελικό μέρος του σωλήνα που εφοδιάζει με διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου με τον αισθητήρα επιπέδου μέσα σε βάζο με ζεστό αποσταγμένο νερό (περίπου 40°C).
- Ακολουθήστε την διαδικασία για χειροκίνητο γέμισμα σωλήνων, τοποθετείστε περίπου 1 λίτρο νερού.

- Χρησιμοποιώντας την ίδια διαδικασία γεμίστε τους σωλήνες με το περιεχόμενο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου.

Καθαρισμός σωλήνων διαλύματος υποδοχής:

(Συχνότητα: Κάθε μήνα ή μετά από 500 αναλύσεις).

- Κλείστε την βαλβίδα στον σωλήνα PVC των υπολειμμάτων τιτλοδότησης όπισθεν της μονάδας.
- Εισάγετε το τελικό κομμάτι του σωλήνα του διαλύματος υποδοχής με τον αισθητήρα επιπέδου σε βάζο με ζεστό αποσταγμένο νερό (περίπου 40°C).
- Ακολουθώντας την διαδικασία για χειροκίνητο γέμισμα σωλήνων. Χρησιμοποιείστε μία ικανοποιητική ποσότητα νερού (μέχρι το μέσο του δοχείου).
- Ανοίξτε την βαλβίδα.
- Χρησιμοποιώντας την ίδια διαδικασία ξαναγεμίστε τους σωλήνες με διάλυμα υποδοχής.

Καθαρισμός φίλτρων:

(Συχνότητα: Κάθε μήνα ή μετά από 500 αναλύσεις).

Η μονάδα είναι εφοδιασμένη με 4 διαφορετικά φίλτρα για την απομάκρυνση των στερεών σωματιδίων από το νερό βρύσης και από τα αντιδραστήρια. Αποσυνδέστε την μονάδα από το ηλεκτρικό δίκτυο και από την παροχή του νερού. Τα φίλτρα είναι τοποθετημένα στα κατώτερα τμήματα

- Είσοδος νερού βρύσης. Αφαιρέστε τον σωλήνα νερού ψύξης από την μονάδα και βγάλτε το φίλτρο με μία μικρή πένσα (εικόνα 5.7.8). Καθαρίστε το φίλτρο κάτω από τρεχούμενο νερό ή με πεπιεσμένο αέρα.

- Είσοδος αντιδραστηρίων. Οι τρεις σωλήνες αντιδραστηρίων με τον αισθητήρα επιπέδου είναι εφοδιασμένοι με φίλτρο που εντοπίζεται στο τελικό του σημείο.

Χρησιμοποιώντας προστατευτικά γάντια αφαιρέστε το φίλτρο τραβώντας προς τα έξω. Αφού απομακρύνετε το φίλτρο ανοίξτε το από την ειδική υποδοχή και καθαρίστε το κάτω από τρεχούμενο νερό.



Εικόνα 5.7.8.: Διαδικασία αφαίρεσης φίλτρου.

Διαδικασίες που εκτελούνται εάν είναι απαραίτητο:

- Αντικαταστήστε την σύνδεση δοκιμαστικού σωλήνα.

Η ένωση του σωλήνα πρέπει να αντικαθίσταται όταν χάσει την ελαστικότητα ή δείχνει παραμορφωμένο, βλάπτοντας τη στεγανοποίηση του επεξεργασμένου υγρού.

Η απομάκρυνση είναι ευκολότερη εάν γίνει ένα πλύσιμο. Προσοχή στην υψηλή θερμοκρασία του προστατευτικού συστήματος. Αφαιρέστε το προστατευτικό ξεβιδώνοντας την βίδα στα αριστερά. Αφαιρέστε τον δοκιμαστικό σωλήνα και μετά αφαιρέστε την ένωση των σωλήνων και το πλαστικό προστατευτικό. Η απομάκρυνση είναι ευκολότερη εάν αυτό το μέρος κρατιέται με ένα χέρι προστατευμένο με κατάλληλο γάντι περιστρέφοντας και τραβώντας προς τα κάτω (εικόνα 6.7.8.).



Εικόνα 6.7.8.: Αφαίρεση προστατευτικού και ένωσης σωλήνων.

Με σκοπό να διευκολύνετε την διαδικασία, εισάγετε την νέα ένωση σε ζεστό νερό. Η προστατευτική ασπίδα πρέπει να καθαριστεί με βρεγμένο ύφασμα επίσης με ζεστό νερό. Μην χρησιμοποιήσετε βούρτσες ή απορρυπαντικά που περιέχουν διαλύτες.

- **Αλλαγή ασφαλειών:** Η αλλαγή των ασφαλειών γίνεται μόνο αν είναι απαραίτητο, όταν η μονάδα δεν ανάβει και ο γενικός διακόπτης δεν ανάβει. Προηγουμένως αποσυνδέστε την μονάδα από την ηλεκτρική παροχή, έπειτα είναι δυνατό να απομακρύνετε τις ασφάλειες αφού ξεβιδώσετε τα καπάκια που εντοπίζονται στα δεξιά της μονάδας (μετά το άνοιγμα του δεξιού πίνακα). Η μονάδα είναι εφοδιασμένη με μία ασφάλεια για κάθε φάση: διάμετρος ασφάλειας 6,3 * 32 mm, 15 A (230 V).
- **Καθαρισμός προχοϊδας:** Η προχοϊδα θα πρέπει να καθαριστεί εάν εξωτερικά σώματα είναι μέσα στην σύριγγα. Επιλέξτε CHECK UP / BURETTE MANUAL MOVEMENT / CONNECTION BURETTE TITRATION SOLUTION. Πατήστε το πλήκτρο «UP» μέχρι η σύριγγα να φτάσει στην κορυφή. Με αυτόν τον τρόπο η προχοϊδα θα αδειάσει. Απομακρύνετε των σωλήνα από το διάλυμα τιτλοδότησης σε ένα ποτήρι ζέσεως με αποσταγμένο νερό. Πατήστε το πλήκτρο «DOWN» έως ότου η σύριγγα φτάσει στον πάτο. Με

αυτόν τον τρόπο η σύριγγα γεμίζει με αποσταγμένο νερό. Επιλέξτε CONNECTION BURETTE / TITRATION VESSEL και πατήστε το πλήκτρο «UP» μέχρι η σύριγγα να φτάσει στην κορυφή. Η σύριγγα εισάγει το αποσταγμένο νερό στο δοχείο τιτλοδότησης. Επαναλαμβάνετε την διαδικασία 2 – 3 φορές, έπειτα αντικαταστήτε τον σωλήνα στο διάλυμα τιτλοδότησης. Η Velp προτείνει να αφήνετε πάντα γεμάτη την σύριγγα με σκοπό να αποφύγετε την επαφή του διαλύματος τιτλοδότησης και του αέρα.

➤ Καθαρισμός συμπυκνωτή: Ο καθαρισμός του συμπυκνωτή εκτελείται όταν ο συμπυκνωτής είναι πολύ βρόμικος (σχηματισμός αλάτων ή οργανικές ενώσεις νερού βρύσης) και η αποτελεσματικότητα της θερμικής ανταλλαγής μειώνεται. Αφού απενεργοποιήσετε την μονάδα:

1. Ξεβιδώστε την βίδα στη μέση του πίνακα της οθόνης και σηκώστε τον.
2. Ξεβιδώστε τον σωλήνα συγκράτησης και βάλτε τον σε δεξαμενή με νερό βρύσης, προτιμότερο κάτω από το όργανο. Η διαδικασία αδειάσματος των σωλήνων νερού ψύξης αρχίζει.
3. Ξεβιδώστε το μεταλλικό τμήμα που στηρίζει τον συμπυκνωτή.
4. Αφαιρέστε τους μαύρους σωλήνες εισόδου και εξόδου από τον συμπυκνωτή, όπως στην εικόνα 7.7.8., ο συμπυκνωτής αφαιρείται.
5. Ξεβιδώστε το παξιμάδι στην φλάντζα του συμπυκνωτή.
6. Ξεβιδώστε δύο λευκά μπουλόνια και στις δύο φλάντζες του συμπυκνωτή.
7. Απομακρύνετε το ελατήριο. Ο συμπυκνωτής είναι τελείως αποσυναρμολογημένος.

8. Πλύνετε τα ανταλλακτικά με νερό βρύσης ή με αραιωμένο υδροχλωρικό οξύ με σκοπό να εξολοθρεύσετε πιθανά υπολείμματα.
9. Συναρμολογήστε τον συμπυκνωτή, προσοχή το ελατήριο δεν πρέπει να ακουμπά τα τοιχώματα των πλαστικών σωλήνων.



Εικόνα 7.7.8.: Αφαίρεση μαύρων σωλήνων εισόδου και εξόδου από τον συμπυκνωτή.

- Καθαρισμός των εσωτερικών τμημάτων των προστατευτικών και του συμπυκνωτή:

(Συχνότητα: Κάθε μήνα ή μετά από 500 αναλύσεις).

Για να καθαρίσετε τα εσωτερικά τμήματα των προστατευτικών και τον συμπυκνωτή, ακολουθήστε την παρακάτω διαδικασία:

- Γεμίστε έναν σωλήνα με 25 ml ιονισμένου νερού και 25 ml συμπυκνωμένου οξικού οξέος και τοποθετήστε το στην υποδοχή.
- Επιλέξτε μία μέθοδο χωρίς προσθήκη αντιδραστηρίων και χωρίς απομάκρυνση υπολειμμάτων, στην ανάλυση WITHOUT TITRATION.
- Τοποθετήστε στην υποδοχή μία φιάλη 400 ml και αλλάξτε τον σωλήνα απόσταξης.
- Επιλέξτε τον χρόνο απόσταξης στα 10 λεπτά και πατήστε START.
- Στο τέλος της ανάλυσης αδειάστε χειροκίνητα τον δοκιμαστικό σωλήνα.

- Επαναλάβετε 2 – 3 φορές τον κύκλο απόσταξης προσθέτοντας στον δοκιμαστικό σωλήνα 50 ml αποσταγμένου νερού για να ξεπλύνετε τα εσωτερικά τμήματα.

Προϋποθέσεις για μεταφορά.

Το αρχικό πακέτο χρησιμοποιείται για μεταφορά. Είναι σημαντικό οι σωλήνες του υδραυλικού συστήματος πρέπει να είναι άδειοι με σκοπό να αποφευχθούν οι ζημιές στην μονάδα από τα υπολείμματα των αντιδραστηρίων κατά την μεταφορά. Η προτεινόμενη διαδικασία παρουσιάζεται παρακάτω:

- Τοποθετήστε έναν άδειο σωλήνα στην σωστή θέση.
- Αφαιρέστε από τον πίσω πίνακα της μονάδας τους σωλήνες και τις ηλεκτρικές συνδέσεις για τα αντιδραστήρια (H_2O , $NaOH$, H_3BO_3).
- Αδειάστε τον σωλήνα στο διάλυμα τιτλοδότησης, απομακρύνετε τον από το διάλυμα. Επιλέξτε BURETTE MANUAL MOVEMENT/ CONNECTION BURETTE/ TITRANT SOLUTION και αδειάστε την προχοϊδα.
- Ακολουθήστε τις οδηγίες που δίνονται παραπάνω για το γέμισμα των σωλήνων έτσι ώστε να αδειάσετε τους σωλήνες αντιδραστηρίων. Καθαρίστε τους σωλήνες υδροξειδίου του νατρίου γεμίζοντας τους με ζεστό νερό (40°C) με σκοπό να αφαιρεθούν οι κρύσταλλοι.
- Ξεβιδώστε τον σωλήνα συγκράτησης και βάλτε τον σε δεξαμενή με νερό βρύσης, προτιμότερα κάτω από το όργανο. Η διαδικασία αδειάσματος του νερού ψύξης από τους σωλήνες αρχίζει. Είναι απαραίτητο να περιμένετε για το ολοκληρωτικό άδειασμα.

8. ΜΕΘΟΔΟΛΟΓΙΕΣ ΣΥΜΦΩΝΑ ΜΕ ΤΗ ΣΥΣΚΕΥΗ UDK 152

8.1. Γενική περιγραφή της μεθόδου Kjeldahl για την μέτρηση οργανικού αζώτου.

Όπως έχει ήδη γίνει αναφορά σε προηγούμενα κεφάλαια της παρούσας εργασίας από την πρώτη φορά που εμφανίστηκε, πριν από πάνω από έναν αιώνα, η μέθοδος υπέστη διαφορετικές αλλαγές στο χρόνο και τη θερμοκρασία πέψης, την περιεκτικότητα οξέος και τους καταλύτες οξείδωσης. Για παράδειγμα, την δεκαετία του '30 ήταν συνήθης η χρήση μιας σταγόνας υδραργύρου και ατμό πυκνού θειικού οξέος (πάνω από 80% τριοξείδιο του θείου προστίθεται). Για πρακτικούς λόγους ασφαλείας για τους χειριστές και το περιβάλλον αυτές οι πρακτικές τροποποιήθηκαν. Στις ακόλουθες παραγράφους περιγράφεται σε γενικές γραμμές η μεθοδολογία Kjeldahl με τη χρήση συσκευής υψηλής ικανότητας παραγωγής ατμού όπως το μοντέλο Velp UDK 152.

Εύρος δείγματος.

2 – 150 mg οργανικού αζώτου.

15 – 1.000 mg πρωτεϊνών.

Πρότυπο αζώτου.

Εάν απαιτείται ο έλεγχος μόνο των βημάτων απόσταξης, χρησιμοποιούνται άλατα αμμωνίου (χλωριούχα, θειικά). Για παράδειγμα: 153 mg αντιδραστηρίου χλωριούχου αμμωνίου διασπώνται από 100 ml νερού χωρίς αμμωνία.

25 ml αυτού του διαλύματος και 10 ml από 1 N θειικού οξέος χωρίς αμμωνία αραιώνονται με 1.000 ml νερού χωρίς αμμωνία.

1 ml τελικού διαλύματος περιέχει 0,01 mg $N - NH_3$.

Αυτό το διάλυμα είναι πολύ αραιωμένο (1 mg $N - NH_3$ αντιστοιχεί σε 100 ml) και επιπλέον μπορεί να γίνει ωφέλιμο το να χρησιμοποιούνται λιγότερο αραιωμένα διαλύματα. Για παράδειγμα φέροντας την ενδεικτική ποσότητα των 100 ml (αντί για 1.000 ml) δίνει τελικό περιεχόμενο 0,1 mg $N - NH_3$ ανά ml πρότυπου διαλύματος.

Όταν απαιτείται επίσης ο έλεγχος της οξειδωτικής πέψης, καθαρό άζωτο περιεχόμενο σε χημικά χρησιμοποιούνται προηγουμένως αποξηραμένα σε σταθερό βάρος.

- Γλυκίνη (γλυκοκολίνη ή αμμινοκετικό οξύ) 18,66% άζωτο.
- Σουλφαμικό οξύ (αμιδοσουλφονικό οξύ) 14,43% άζωτο.
- Ασετανιλίδιο 10,36% άζωτο.
- Κυστίνη 11,66% άζωτο.
- Νικοτινικό οξύ 11,38% άζωτο.

Για την ανάλυση ανόργανου αζώτου ή αμμωνιακού αζώτου μπορούν να χρησιμοποιηθούν τα ακόλουθα πρότυπα:

- $NH_4H_2PO_4$ (διφοσφορικό αμμώνιο) 12,15% άζωτο.
- KNO_3 (νιτρικό κάλιο) 13,85% άζωτο.

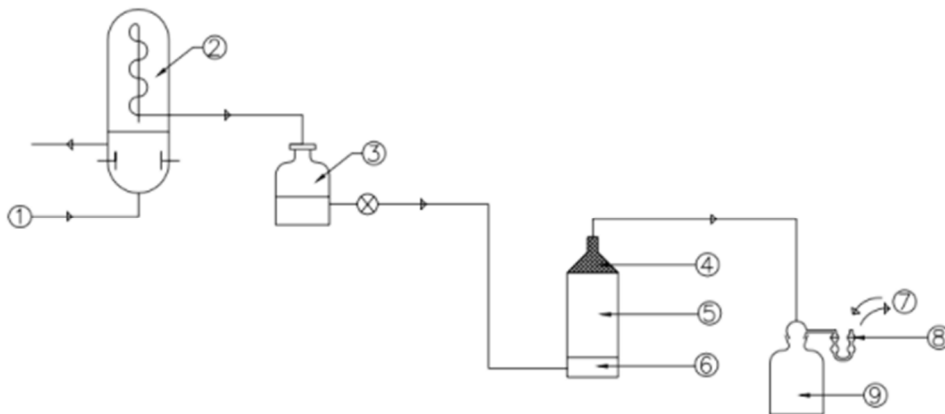
Οξύ πέψης.

Χρησιμοποιείται πυκνό θειικό οξύ (H_2SO_4), αντιδραστήριο ή τεχνικό βαθμό, με μειωμένη περιεκτικότητα αζώτου (αμμωνία και νιτρικό άλας) 98%, d. 1,84 στους 20°C. Αυτό το οξύ επίσης καθορίζεται για την ανάλυση Kjeldahl, αλλά σε αυτήν την περίπτωση ένας συγκεκριμένος έλεγχος κενού απαιτείται. Υπάρχουν συνταγές για την προετοιμασία του περιεχομένου του καταλύτη (χαλκός και σελίνιο) θειικού οξέος. Για παράδειγμα 10 gr θειικού χαλκού ($CO_4 \cdot 5H_2O$) διαλύονται από 500 ml νερού χωρίς αμμωνία και μετά 500 ml πυκνού θειικού οξέος προστίθενται αργά καθώς ανακινείτε αργά (μην προσθέσετε το νερό στο οξύ ώστε να αποφύγετε τον κίνδυνο πιτσιλίσματος). Σαν εναλλακτική, 2 gr θειικού χαλκού ($CO_4 \cdot 5H_2O$), 2 gr διοξειδίου του σελινίου (SeO_2) και 100 gr

άνυδρου θειικού νατρίου (Na_2SO_4) διαλύονται από 500 ml νερού χωρίς αμμωνία και μετά 500 ml πυκνού θειικού οξέος προστίθενται.

Αποσταγμένο νερό χωρίς αμμωνία για αραιώσεις.

Προσθέστε 0,1 ml πυκνού θειικού οξέος (H_2SO_4) σε 1 λίτρο αποσταγμένου νερού και αποστάξτε ξανά. Είναι επίσης δυνατό να χρησιμοποιήσετε ιονισμένο νερό με πολύ χαμηλή αγωγιμότητα, το οποίο περιέχει ένα μικτό υπόστρωμα ισχυρών ανιονικών και κατιονικών ρητινών και έχει δοκιμαστεί για απουσία αμμωνίας και για άζωτο που περιέχει οργανική ύλη (biofouling). Στο διάγραμμα της εικόνας 1.8.1. εμφανίζεται ένας πλήρης εξοπλισμός για την παραγωγή αποσταγμένου νερού χωρίς αμμωνία.



Εικόνα 1.8.1.: Εξοπλισμός για την παραγωγή αποσταγμένου νερού χωρίς αμμωνία. 1.

Παροχή νερού, 2. Μη αποσταγμένο νερό, 3. Δοχείο συλλογής αποσταγμένου νερού, 4. Ίνες γυαλιού, 5. Στήλη ανταλλαγής ιόντων, 6. Πορώδες γυαλί, 7. Αρι, 8. Υγρή σφραγίδα, 9. Δοχείο συλλογής αποσταγμένου νερού χωρίς αμμωνία.

Δείγμα προς ανάλυση:

Υγρά, ημιστέρεα ή στερεά δείγματα μπορούν να υποβληθούν σε ανάλυση. Εάν ένα υγρό μετριέται σε όγκο το αποτέλεσμα θα εκφραστεί σε όγκο και όχι σε βάρος εάν η πυκνότητα είναι διαφορετική του 1. Όταν το αποτέλεσμα αναφέρεται σε ξηρό βάρος, στερεά ή ημιστέρεα δείγματα που περιέχουν νερό

πρέπει να αποξηραθούν σε σταθερό βάρος. Η άλεση των δειγμάτων στοχεύει στην επίτευξη μιας ευκολότερης πέψης αλλά κατά βάση στοχεύει στην ομογενοποίηση της ύλης με σκοπό να επιτύχει συγκεκριμένα αποτελέσματα. Ακρίβεια ζύγισης 0,1 mg. Για να επιτραπεί μία ποσοτική μεταφορά ενός στερεού ή ημιστέρεου δείγματος στον σωλήνα πέψης, προτείνεται η χρήση κουτιών ζύγισης φτιαγμένα από πεπιεσμένο χαρτί χωρίς άζωτο (Cod.Art.486 000). Αυτά τα κουτιά θα μπουν μαζί με το δείγμα στους σωλήνες και χωνεύεται χωρίς να τροποποιηθούν τα αποτελέσματα. Διαστάσεις δείγματος σχετίζονται με το περιεχόμενο άζωτο και πρέπει να δώσει τουλάχιστον 10 – 15 mg αμμωνιακού αζώτου. Εάν ένα δείγμα αξιολογείται ως φτωχά ομογενοποιημένο, ποσότητες μεγαλύτερες από το κανονικό (π.χ. 3 – 4 g) πρέπει να αναλυθούν.

Καταλύτες.

Ο υδράργυρος θεωρείται ο καλύτερος καταλύτης για την οξειδωτική πέψη της Kjeldahl, αλλά η τοξικότητα του για τον άνθρωπο και το περιβάλλον έφεραν την παύση της χρήσης του. Σήμερα ο θειικός χαλκός ($CUSO_4 \cdot 5H_2O$) με χαμηλότερο περιβαλλοντικό αντίκτυπο, χρησιμοποιείται συνήθως. Πρώτα αναμιγνύεται με άνυδρο θειικό κάλιο (K_2SO_4) με αναλογία βάρους $9K_2SO_4$ σε $1CUSO_4 \cdot 5H_2O$. Κάθε δείγμα προστίθεται με 7.5 gr αυτού του μείγματος (καταλύτης Missouri). Υπάρχουν στο εμπόριο διαθέσιμες ταμπλέτες που περιέχουν άνυδρο θειικό κάλιο (K_2SO_4) και διαφορετικούς τύπους καταλυτών σε προκαθορισμένες δόσεις, εύκολες στην χρήση (π.χ. πακέτα 1.000 ταμπλετών της Velp Scientifica).

Άλλες προσθήκες.

Μία άνοδος της θερμοκρασίας βρασμού του οξέος πέψης επιτυγχάνεται με την προσθήκη μεταλικών αλάτων, κυρίως θειικό κάλιο (K_2SO_4). Η χρήση H_2O_2 (υπεροξείδιο του υδρογόνου) 35% (όγκος 130) στοχεύει να επιτύχει μια

ολοκληρωμένη ορυκτοποίηση των δειγμάτων. Αυτό το αντιδραστήριο μπορεί να προσθεθεί στο κρύο μείγμα (δείγμα + οξύ) πριν την πέψη με σκοπό την αποφυγή βίαιων αντιδράσεων και επικίνδυνων πιτσιλισμάτων. Μην αρχίσετε ποτέ να θερμαίνετε εάν δεν έχετε προσθέσει καθόλου οξύ, επειδή το H_2O_2 σε επαφή με το δείγμα μπορεί να προκαλέσει εκρήξεις.

Χρόνοι και θερμοκρασίες πέψης.

Συνηθισμένη θερμοκρασία πέψης είναι $420^{\circ}C$. Χαμηλότερες θερμοκρασίες αυξάνουν το χρόνο πέψης. Στους $420^{\circ}C$ η πέψη ολοκληρώνεται σε 20 – 45 λεπτά. Μία πλήρης πέψη δίνει ένα καθαρό άχρωμο διάλυμα που κρυσταλοποιείται στην ψύξη. Εάν δεν θέλετε αυτήν την κρυσταλοποίηση, αρκεί να μειώσετε λίγο την ποσότητα του αλατιού που προστίθεται για την αύξηση του σημείου βρασμού του οξέος. Ιδιαίτερα δείγματα όπως ατσάλι ή κάρβουνο ίσως απαιτούν χρόνο πέψης πολλών ωρών (πάνω από 24).

Άλλα αντιδραστήρια.

Μία αλκαλική αντίδραση των χωνεμένων δειγμάτων, πριν την απόσταξη επιτυγχάνεται προσθέτοντας συμπυκνωμένο (32 – 35%) διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ($NaOH$), χωρίς αμμωνία (50 ml $NaOH$ για 7 ml συμπυκνωμένου H_2SO_4). 1 ml συμπυκνωμένο θειικό οξύ 98% d.1.84 περιέχει 36,6 milliequivalents οξέος. 1 ml διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 22% w/w d.1.35 περιέχει 10,8 milliequivalents αλκαλίου. Έτσι 1 ml συμπυκνωμένου θειικού οξέος στοιχειομετρικά εξουδετερώνεται από 3,39 ml διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 32%. Η απόσταξη της αμμωνίας απαιτεί ένα υψηλά αλκαλικό περιβάλλον το οποίο σημαίνει ότι η αμμωνία είναι τελείως στη λεγόμενη 'ελεύθερη' μορφή. Αυτό επιτυγχάνεται προσθέτοντας 100% περίσσεια αλκαλίου. Προτείνεται η χρήση 50 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 32%

για την πέψη του δείγματος με 7 ml συμπυκνωμένου θειικού οξέος (70 ml για 10 ml ή 100 ml για 15 ml οξέος).

Η αποσταγμένη με ατμό αμμωνία μπορεί να συλλεχθεί από τον συμπυκνωτή με νερό ψύξης με δύο διαφορετικούς τρόπους:

- a) Σε κλασσικό διάλυμα θειικού οξέος γνωστού τίτλου και ακολουθεί ανάποδη τιτλοδότηση.
- b) Πιο πρόσφατα, με διάλυμα 4% βορικού οξέος (H_3BO_3). Το βορικό οξύ πρακτικά είναι αδιάσπαστο και επιτρέπει απευθείας τιτλοδότηση του αλκαλίου με ισχυρό οξύ γνωστού τίτλου.

Διαλύματα δείκτη.

Όταν χρησιμοποιείται η UDK 152, η αμμωνία συλλέγεται από διάλυμα βορικού οξέος 4% και τιτλοδοτείται άμεσα από ισχυρό οξύ.

Υπολογισμός.

Είναι κοινώς αποδεκτό ότι η περιεκτικότητα σε πρωτεΐνες λαμβάνεται πολλαπλασιάζοντας επί 6,25 το βάρος του αζώτου κατά Kjeldahl. Αυτό αντιστοιχεί αν αναλογιστείτε όλες τις πρωτεΐνες ως σύνθεση από 16% άζωτο. Στην πραγματικότητα η σύνθεση πρωτεϊνών κυμαίνεται από 15 σε 18% άζωτο. Αυτό αντιπροσωπεύει άλλους παράγοντες, που μερικές φορές χρησιμοποιούνται, διαφορετικούς από 6,25, γενικά χαμηλότερους.

Με τη μονάδα UDK 125, είναι δυνατό να επιτευχθούν τα αποτελέσματα ανάλυσης σε διάφορες μονάδες μέτρησης κατευθείαν.

Οι τύποι υπολογισμού που εισάγονται στο όργανο είναι οι ακόλουθοι:

$$\text{mgN} = 14.007 * (T - B) * N$$

T = ml που διανέμονται στο διάλυμα τιτλοδότησης.

B = τιμή κενού.

N = κανονικότητα του χρησιμοποιημένου διαλύματος τιτλοδότησης.

mgN/ml = mgN/ML sam*

* μόνο όταν ο όγκος επιλέγεται ως ποσότητα του δείγματος.

%N (* στερεά δείγματα) = $14.007 * (T - B) * N * 100/\text{mg sam}$.

%N (* υγρά δείγματα) = $14.007 * (T - B) * N * 100/(1.000 * \text{ml sam})$.

%PR = παράγοντας * %N

%REC = mgN * 100/ παράγοντα.**

**Η σημασία αυτού του παράγοντα είναι θεωρητικά mgN του δείγματος που εισάγονται σε μια προσαρμόσιμη μέθοδο που χρησιμοποιούνται για την ανάλυση.

Διαδικασία πέψης.

Το ζυγισμένο δείγμα μεταφέρεται μέσα στο σωλήνα πέψης (1 gr) και 7 – 15 ml οξέος πέψης και μετά, αφού τοποθετήσετε στον χωνευτή δύο ασπίδες θερμοκρασίας οι οποίες κάνουν τη θερμοκρασία σωλήνα ποιο ομοιογενής, η θέρμανση αρχίζει (420°C) και συνεχίζεται έως λευκοί καπνοί SO_3 παραχθούν (20 – 30 λεπτά). Η συσκευή πρέπει να είναι κάτω από απαγωγό ή με την λειτουργία μέσωσων απόρριψης των καπνών σε διαδικασία εξουδετέρωσης από συμπυκνωμένα διαλύματα ισχυρών αλκαλίων (π.χ πλυντήριο SMS Velp Scientifica Code F307C0199). Οι ατμοί του τριοξειδίου του θείου είναι ισχυρά διαβρωτικοί και επιθετικοί για τις βλεννώδεις μεμβράνες σε συγκεντρώσεις λιγότερες του 1ppm. Εάν το υγρό δεν είναι καθαρό, μια σταγόνα διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου (H_2O_2 30% 130 voll) προστίθεται και συνεχίζεται το βράσιμο για 10 λεπτά. Όταν η πέψη τελειώσει οι σωλήνες αφήνονται να

παγώσουν. Ο χρόνος ψύξης μπορεί να μειωθεί με τη χρήση ανεμιστήρα. Όταν οι σωλήνες παγώσουν προσθέστε 50 ml αποσταγμένου νερού χωρίς αμμωνία και ανακινήστε.

Σημείωση: Συστήνεται να μην εισάγονται στους δοκιμαστικούς σωλήνες, κατά τη διάρκεια της πέψης και της απόσταξης, μειωτές βρασμού (μικρές γυάλινες μπάλες, μικρά κομμάτια κεραμικού) τα οποία μπορεί να καταστρέψουν τον αποστάκτη.

Διαδικασία απόσταξης – τιτλοδότησης.

Ένας κρύος σωλήνας πέψης τοποθετείται στην υποδοχή στην μονάδα απόσταξης ατμού. Μετά την επιλογή της ήδη προγραμματισμένης μεθόδου ή μιας διαμορφωμένης μεθόδου ανάλυσης, πατήστε το START για έναρξη. Στο τέλος του κύκλου, στην οθόνη μπορείτε να διαβάσετε τα τελικά επιλεγμένα αποτελέσματα.

Σημείωση: Συστήνεται η μη χρήση αναρρόφησης υπολειμμάτων απόσταξης εάν το δείγμα προς απόσταξη περιέχει στερεά υπολείμματα, για την αποφυγή βλαβών στη μονάδα.

8.2. AOAC, μέθοδος 960,52, μικροχημικός προσδιορισμός αζώτου με την μέθοδο Micro – Kjeldahl.

Αυτή η μέθοδος δεν είναι διαθέσιμη για δείγματα που έχουν δεσμούς $N - N$ ή $N - O$.

Εξοπλισμός:

- Χωνευτής DK 20/26 κωδ. F30100185, ή DK 42/26 κωδ. F30100186.
- Γυάλινοι δοκιμαστικοί σωλήνες διαμ. 26mm * 30mm, κωδ. A00001091.
- Προσαρμοστής A00000043.
- Απαραίτητα αξεσουάρ για DK 20/26:

- Λαβή για γυάλινα σκεύη με θερμοπροστατευτικά, κωδ. A0000.1110.
 - Βεντούζα, κωδ. A00109626.
 - Βοηθητικό σύστημα, κωδ. A00001204.
- JP αντλία, κωδ. F30620198. Όταν χρησιμοποιείται DK 42/26, η Velp προτείνει την χρήση 2 JP, με σκοπό να εγγυηθεί την αποτελεσματική απομάκρυνση των ατμών.
 - Πλυντήριο SMS, cod. F307C0199.
 - Αποστάκτης ατμού UDK152.

Παραγωγή:

- 1) Δείγμα: βάρος 10 – 30 mg δείγματος, μπορούν να χρησιμοποιηθούν κουτάκια ζύγισης χωρίς άζωτο, κωδ. CM0486000, και βάλτε το μέσα στον δοκιμαστικό σωλήνα. Χρησιμοποιείτε για ανάλυση μια ποσότητα δείγματος η οποία χρειάζεται 3 – 10 ml από 0,01 ή 0,02 *N HCl* (περιέχει 0,85 – 1,70 mg αζώτου).
- 2) Αντιδραστήρια πέψης: Για κάθε δείγμα προσθέστε στον δοκιμαστικό σωλήνα:
 - ½ ταμπλέτα Kjeltabs MT, κωδ. CT0006602 [περιέχει 2 gr θειικού καλίου (K_2SO_4), και 87mg οξειδίου του υδραργύρου (HgO)].
 - 2 ml θειικού οξέος περιεκτικότητας 96 – 98%.
Συνήθως, το βάρος δείγματος για ανάλυση είναι 15 gr, προσθέστε 0,1 ml οξέος, επιπλέον για κάθε 10 mg ξηρής οργανικής ουσίας > 15 mg.
 - Μειώστε στο μισό την ποσότητα των αντιδραστηρίων, εάν το δείγμα είναι < 7 mg, εκτός αν χρησιμοποιείται κουτάκια ζύγισης.
- 3) Πέψη: Θερμαίνεται στους 420 °C για 1 ώρα, 1 ώρα και μισή.
- 4) Ψύξη: Αφήστε να παγώσουν οι δοκιμαστικοί σωλήνες στους 50 – 60 °C.

5) Απόσταξη – Τιτλοδότηση: Τοποθετείστε στην υποδοχή της μονάδας απόσταξης το χωνεμένο δείγμα.

Πρόγραμμα:

Επιλέξτε μια προσαρμόσιμη μέθοδο με τους ακόλουθους όγκους αντιδραστηρίων :

Αποσταγμένο νερό, 10ml.

Βορικό οξύ, 30 ml.

Υδροξείδιο του νατρίου, 35% (w/v), 10ml.

Ατμός 100%.

Διάλυμα τιτλοδότησης, HCl ή H_2SO_4 0,01 ή 0,02 N.

Πατήστε START για να αρχίσει η ανάλυση.

8.3. Μέθοδος Kjeldahl για τον προσδιορισμό ολικού οργανικού αζώτου στο έδαφος.

Η συσκευή UDK 152 έχει αποθηκευμένες στη μνήμη της 30 προκαθορισμένες μεθόδους. Στα πλαίσια της παρούσας εργασίας αναλύεται η μέθοδος Kjeldahl για τον προσδιορισμό ολικού οργανικού αζώτου στο έδαφος.

Ένα έδαφος με καλή σύσταση περιέχει 2 – 3% οργανική ουσία κυρίως χούμο το οποίο περιέχει 4 – 6% άζωτο. Υπάρχει επίσης αμμωνιακό άζωτο (μερικά ppm), το οποίο προσδιορίζεται ξεχωριστά και προστίθεται στην τιμή του αζώτου κατά Kjeldahl που περιέχεται, εάν χρειάζεται οργανικό άζωτο.

Διαδικασία:

- 1) Δείγμα: 5 gr ξηραμένου από αέρα δείγματος, κοσκινισμένο στα 2mm (3 ÷ 12 mg οργανικό άζωτο), ξηραμένο στους 105 °C έως το σταθερό

βάρος, ζυγισμένο με ακρίβεια και μεταφερόμενο ποσοτικά σε δοκιμαστικό σωλήνα.

2) Αντιδραστήρια για την πέψη: 7 gr άνυδρου θειικού καλίου (K_2SO_4) 5 mg σκόνη σελινίου (*Se*).

7 mg πυκνού θειικού οξέος (H_2SO_4).

3) Πέψη: Θέρμανση για 60 λεπτά στους 420 °C.

4) Ψύξη: Αφήστε τους δοκιμαστικούς σωλήνες να παγώσουν στους 50 - 60 °C.

5) Απόσταξη – Τιτλοδότηση: Τοποθετήστε το στην υποδοχή του δοκιμαστικού σωλήνα με το χωνεμένο δείγμα στη μονάδα UDK152. Επιλέξτε την προκαθορισμένη μέθοδο n.26 και πατήστε START.

Οι αναλυτικές παράμετροι που απομνημονεύονται στο όργανο είναι:

- Παράγοντας: 0,00.
- Προσθήκες αντιδραστηρίων: αποσταγμένο νερό = 50 ml, H_3BO_3 = 30 ml.
- Τιτλοδότης: HCl 0,2 N.

Για την αποφυγή βλάβης στον αποστακτή συστήνεται να μην γίνει επιλογή της λειτουργίας «απομάκρυνση υπολειμμάτων απόσταξης».

ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑ

Μετά από 138 χρόνια η μέθοδος Kjeldahl παραμένει ακόμα αξιόπιστη και ανταγωνιστική συγκρινόμενη με άλλες παραπλήσιες μεθόδους όπως αυτή της Dumas για την μέτρηση του ολικού αζώτου στα εδάφη. Όσο αναφορά τα τρία στάδια της την πέψη, την απόσταξη και την τιτλοδότηση από πολύ νωρίς μελετήθηκαν και προτάθηκαν τρόποι ώστε να βελτιωθούν. Χρήση καταλυτών και αλάτων κατά την πέψη, νέων τεχνικών και στα τρία στάδια αλλά και νέων εξελιγμένων και πλήρως αυτοματοποιημένων συσκευών μειώνουν το χρόνο, που θεωρείτε η κύρια αδυναμία της μεθόδου, ενώ ταυτόχρονα αυξάνεται η αποτελεσματικότητα, η ακρίβεια και η αναπαραγωγιμότητα. Οι συσκευές της Velp Scientifica καταφέρνουν τα παραπάνω και ταυτόχρονα μειώνουν τον κίνδυνο από την επαφή του χρήστη με τα επικίνδυνα χημικά που χρησιμοποιούνται αλλά και το περιβαλλοντικό αποτύπωμα που αφήνει.

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. Ιωάννης Ν. Θέριος, Ανόργανη θρέψη και λιπάσματα, Αριστοτέλειο Πανεπιστήμιο Θεσσαλονίκης, ISBN 96088706-2-3, 2018
2. Κωσταντίνος Σινάνης, Έδαφος- Διαχείριση περιβάλλον, ΤΕΙ Κρήτης, ISBN 978-618-82768-0-2, 2016
3. Γεώργιος Μιχαήλ, Οργανικό και Ανόργανο Άζωτο στο Περιβάλλον, πτυχιακή εργασία, ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΟ ΕΚΠΑΙΔΕΥΤΙΚΟ ΙΔΡΥΜΑ ΚΡΗΤΗΣ ΤΜΗΜΑ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΦΥΣΙΚΩΝ ΠΟΡΩΝ & ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝΤΟΣ ΤΟΜΕΑΣ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝΤΙΚΗΣ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΕΛΕΓΧΟΥ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ ΥΔΑΤΙΚΩΝ & ΕΔΑΦΙΚΩΝ ΠΟΡΩΝ, Χανιά 2013, Διαθέσιμο: <https://apothesis.lib.hmu.gr/bitstream/handle/20.500.12688/2827/MichailGeorgios2013.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
4. Πιτσιλάδης Αναστάσιος, Συγκριτική μελέτη της απόκρισης επιλεγμένων λειτουργικών χαρακτηριστικών των οργάνων του υπέργειου μέρους του φυτού και των βλαστογενών ριζών νεαρών φυτών αραβοσίτου, αναπτυσσόμενων στο νερό ή υπό συνθήκες έλλειψης θεικών κατά την βλαστική φάση, Μεταπτυχιακή διατριβή, Γεωπονικό Πανεπιστήμιο Αθηνών, Αθήνα 2011. Διαθέσιμο: http://dspace.aua.gr/xmlui/bitstream/handle/10329/5015/Pitsiladis_A.pdf?sequence=3&fbclid=IwAR3IHAWkvAWQw6W8Nttqgia6NHqpB0WFehRQsZnkd DcaAO3WgTs-Os6d44
5. Αφροδίτη Τσιγοΐδα, Επιπτώσεις της υπόγειας άρδευσης με αστικά λύματα στη δημόσια υγεία και στις χημικές ιδιότητες του εδάφους, Γεωπονικό Πανεπιστήμιο Αθηνών, Αθήνα 2016. Διαθέσιμο: http://dspace.aua.gr/xmlui/bitstream/handle/10329/6500/Tsigoida_%20A.pdf?sequence=4&fbclid=IwAR1c0JCITDV-wPTV9IRmpLBsa_hOArnjmE_LewzqubS1SVneV5b3YEpnely

6. Μέθοδος Kjeldahl, Εργαστήριο 11- pdf , Διεθνές Πανεπιστήμιο της Ελλάδας, σελ. 75-81. Διαθέσιμο:

https://eclass.emt.ihu.gr/modules/document/file.php/FD111/Εργαστηριο-11.pdf?fbclid=IwAR0T6CWfF80W2sxQ8CADrA2MdNFLbTRCvkl8N_AZ-gfzjdhtGsXMIAKV3k

7. Προσδιορισμός αζώτου σε φυτικούς ιστούς με τη μέθοδο Kjeldahl, ΓΟΝΙΜΟΤΗΤΑ ΕΔΑΦΩΝ -ΘΡΕΨΗ ΦΥΤΩΝΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΗ ΑΣΚΗΣΗ 5. Διαθέσιμο:

<https://docplayer.gr/30315919-Prosdiiorismos-azotoy-se-fytikoys-istoys-me-ti-methodo-kjeldahl.html?fbclid=IwAR287PvJ7G6-lanV-GYiPTxrydOyj7jBBZ-gJwsadKUcsLOueP7D9Fu9kAA>

8. Άζωτο, 15 Απριλίου 2021 από τη Βικιπαίδεια, την ελεύθερη εγκυκλοπαίδεια. Διαθέσιμο: <https://el.wikipedia.org/wiki/Άζωτο>

9. Ε. Χ. Ναζίρη , Α Θ. Ζαμάνης , Β. Δ. Κουλός και Π. Ε. Μπαρούχας, 133 χρόνια από την παρουσίαση της μεθόδου Kjeldahl, σελ.11-13, Χημικά χρονικά, Απρίλιος 2017. Διαθέσιμο:

file:///C:/Users/hp/OneDrive/Υπολογιστής/πτυχιακη/10.59_2017_KJELDAHL.pdf

Σωτήριος Κανδρέλης, Χρήστος Ρούκος, Χαράλαμπος Κουτσούκης, Σημειώσεις εργαστηρίου βασικής διατροφής αγροτικών ζώων, Τεχνολογικό Εκπαιδευτικό Ίδρυμα Ηπείρου σχολή τεχνολογίας γεωπονίας τμήμα ζωικής παραγωγής, Άρτα 2009. Διαθέσιμο:

https://drive.google.com/drive/folders/1KOpqp_LQh09uxpmlKluTt9nCzvlvBSg4

11. Νίκος Καλογερόπουλος, Προσδιορισμός ολικής πρωτεΐνης κατά Kjeldahl pdf,201. Διαθέσιμο:

https://drive.google.com/drive/folders/1KOpqp_LQh09uxpmlKluTt9nCzvlvBSg4

- 12., Προσδιορισμός των επιπέδων νιτρικών και νιτρικών ιόντων των εδαφών περιοχής Αλμυρού Μαγνησίας, ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΘΕΣΣΑΛΙΑΣ, ΣΧΟΛΗ ΓΕΩΠΟΝΙΚΩΝ ΕΠΙΣΤΗΜΩΝ ΤΜΗΜΑ ΓΕΩΠΟΝΙΑΣ ΦΥΤΙΚΗΣ ΠΑΡΑΓΩΓΗΣ ΚΑΙ ΑΓΡΟΤΙΚΟΥ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝΤΟΣ, ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΕΔΑΦΟΛΟΓΙΑΣ, πτυχιακή, Βόλος 2005. Διαθέσιμο:
<https://core.ac.uk/download/pdf/132800229.pdf?fbclid=IwAR0azP0QTVNG7KVjK1AIV6cZIWQvi7ZDF8i2tSAnpjjOdgSXezHuLEL4l64>
13. Ομάδα γεωπόνων της Farmacon - Farmacon Team Άζωτο & Μορφές αζώτου, FARMABLOCK, 07 Ιουνίου 2021. Διαθέσιμο:
<https://blog.farmacon.gr/katigories/texniki-arthrografia/threpsi-lipansi/item/1886-azoto-ena-themeliodes-stoixeio-morfes-azotou?fbclid=IwAR1WVz959f13502ZochPqLEbvRIB-o9elcrzz5q9t91i1vccVzZtJWgKGM>
14. Kjeldahl method, 26 July 2021 from Wikipedia the free encyclopedia. Available:
https://en.wikipedia.org/wiki/Kjeldahl_method?fbclid=IwAR1WVz959f13502ZochPqLEbvRIB-o9elcrzz5q9t91i1vccVzZtJWgKGM
15. Johan Kjeldahl, 3 May 2021 from Wikipedia, the free encyclopedia. Available:
https://en.wikipedia.org/wiki/Johan_Kjeldahl?fbclid=IwAR3bwwRf3maTUxYrmPobUHgl9roFmy1T5F18CVBUcrM0s9rRSz-1X0tosbs
16. Environmental express a Cole- Parmer company, Charleston Regional Pkwy, Charleston, South Carolina. Available:
<http://www.envexp.com/pdf/FAQs/TKN%20FAQ.pdf?fbclid=IwAR287PvJ7G6-lanV-GYiPTxrydOyj7jBBZ-gJwsadKUcsLOueP7D9Fu9kA>
17. KJELDAHL ANALYSIS FOR THE DETERMINATION OF NITROGEN AND PROTEIN, C. Gerhardt GmbH & Co. KG. Available: https://www.gerhardt.de/en/analysis-methods/kjeldahl-analysis-for-nitrogen-and-protein/?fbclid=IwAR1D1m_exk4G_FCd
18. The Kjeldahl Method, VELP Scientifica Srl Via Stazione, 16. Available:
<https://www.velp.com/en-ww/kjeldahl-method->

[1.aspx?fbclid=IwAR287PvJ7G6-lanV-GYiPTxrydOyj7iBBZ-gJwsadKUcsLOueP7D9F](https://www.chemscan.com/total-nitrogen-in-wastewater.html)

19. Total Nitrogen in Wastewater, ChemScan, Inc. 2325 Parklawn Dr., Suite I, Waukesha, Wisconsin, USA. Available:

<https://www.chemscan.com/total-nitrogen-in-wastewater.html>

20. John Blamire, Kjeldahl Method, Science@ a Distance, 2003. Available:

http://www.brooklyn.cuny.edu/bc/ahp/SDKC/Chem/SD_KjeldahlMethod.html?fbclid=IwAR0hvm-WoJwn1Qljo2E_OT9QS2Yr_5ahUCjXrJsCJmS-a00Mm1PMM8mhPc

21. Dumas method of molecular weight determination, 15 April 2021 from Wikipedia, the free encyclopedia. Available:

https://en.wikipedia.org/wiki/Dumas_method_of_molecular_weight_determination

22. J. M. BREMNER 1960, Determination of nitrogen in soil by the Kjeldahl method, Roth Amsted Experimental Station, Harpenden, Herts, page 11-33. Available:

https://repository.rothamsted.ac.uk/download/3c2940b8ef9e05a3359a7521d6382d56acfe92e52daa181d579773b96ca061f9/2085534/determination_of_nitrogen_in_soil_by_the_kjeldahl_method.pdf?fbclid=IwAR2QNOaFiuBWG0vYp_YMBmAKvULwbrAb3kiAlpPui9rbYIHwy_Mt2ykvuMM

23. J. M. BREMNER 1965, Organic Nitrogen in Soils, Iowa State University Ailles, Iowa, page 93-149. Available:

<file:///C:/Users/hp/OneDrive/%CE%A5%CF%80%CE%BF%CE%BB%CE%BF%CE%B3%CE%B9%CF%83%CF%84%CE%AE%CF%82/%CF%80%CF%84%CF%85%CF%87%CE%B9%CE%B1%CE%BA%CE%B7/%CE%B1%CE%B6%CF%89%CF%84%CE%BF/Organic%20Nitrogen%20in%20Soils%20-%20%CE%91%CE%BD%CF%84%CE%B9%CE%B3%CF%81%CE%B1%CF%86%CE/AE.pdf>

24. S. H. YUEN and A. G. POLLARD 1953, DETERMINATION OF NITROGEN IN SOIL AND PLANT MATERIALS: USE OF BORIC ACID IN THE MICRO-KJELDAHL METHOD, J. Sci. Food Agric, page 490- 496. Available: <file:///C:/Users/hp/OneDrive/%CE%A5%CF%80%CE%BF%CE%BB%CE%BF%CE%B3%CE%B9%CF%83%CF%84%CE%AE%CF%82/%CF%80%CF%84%CF%85%CF%87%CE%B9%CE%B1%CE%BA%CE%B7/DETERMINATION%20OF%20NITROGEN%20IN%20SOIL%20AND%20%20PLANT%20MATERIALS%20USE%20OF%20BORIC%20%20ACID%20IN%20THE%20MICRO-KJELDAHL%20%20METHOD/DETERMINATION%20OF%20NITROGEN%20IN%20SOIL%20AND%20%20PLANT%20MATERIALS%20USE%20OF%20BORIC%20%20ACID%20IN%20THE%20MICRO-KJELDAHL%20%20METH.pdf>
25. Tadeu Eder da Silva, Edenio Detmann, Marcia de Oliveira Franco, Malber Nathan Nobre Palma and Gabriel Cipriano Rocha 2016, Evaluation of digestion procedures in Kjeldahl method to quantify total nitrogen in analyses applied to animal nutrition, Departamento de Zootecnia, Universidade Federal de Viçosa, Campus Universitário, Viçosa, Minas Gerais, Brazil, page 45-51. Available: <file:///C:/Users/hp/OneDrive/%CE%A5%CF%80%CE%BF%CE%BB%CE%BF%CE%B3%CE%B9%CF%83%CF%84%CE%AE%CF%82/%CF%80%CF%84%CF%85%CF%87%CE%B9%CE%B1%CE%BA%CE%B7/digestion/2016,Evaluation%20of%20digestion%20procedures%20in%20Kjeldahl%20method%20to%20quantify%20total%20nitrogen%20in%20analyses%20applied%20to%20animal%20nutrition.pdf>
26. A H Simonne, E H Simonne, R R Eitenmiller, H A Millsc and C P Cresman 1997, Could the Dumas Method Replace the Kjeldahl Digestion for Nitrogen and Crude Protein Determinations in Foods?, J Sci Food Agric, page 39-45. Available: <file:///C:/Users/hp/OneDrive/%CE%A5%CF%80%CE%BF%CE%BB%CE%BF%CE%B3%CE%B9%CF%83%CF%84%CE%AE%CF%82/%CF%80%CF%84%CF%85%CF%87%CE%B9%CE%B1%CE%BA%CE%B7/digestion/2016,Evaluation%20of%20digestion%20procedures%20in%20Kjeldahl%20method%20to%20quantify%20total%20nitrogen%20in%20analyses%20applied%20to%20animal%20nutrition.pdf>

[7%CE%B9%CE%B1%CE%BA%CE%B7/dumas/\(SICI\)1097-0010\(199701\)73 1 39 AID-JSFA717 3.0.CO%3B2-4.pdf](#)

27. Mohammad Amin and T. H. Flowers 2004, EVALUATION OF KJELDAHL DIGESTION METHOD, Journal of Research (Science), Bahauddin Zakariya University, Multan, Pakistan, Vol.15, No.2, page 159-179. Available:

[file:///C:/Users/hp/OneDrive/%CE%A5%CF%80%CE%BF%CE%BB%CE%BF%CE%B3%CE%B9%CF%83%CF%84%CE%AE%CF%82/%CF%80%CF%84%CF%85%CF%87%CE%B9%CE%B1%CE%BA%CE%B7/evaluation%20of%20kjendalh/2004%20Evaluation of Kjeldahl digestion method.pdf](#)

28. E.A. Sauer, A.B. Ershov 2019, Modern analyzers for nitrogen determination Kjeldahl method, For citation: Analytics and control. 2019. Vol. 23, No. 2. UDC 543.632.45 DOI: 10.15826 / analitika, page 168-192. Available:

[file:///C:/Users/hp/OneDrive/Υπολογιστής/πτυχιακη/modern%20analyzer%20technicks/3904-8436-1-SM.pdf](#)

29. Hugh A. McKenzie 1994, The Kjeldahl determination of nitrogen: retrospect and prospect, trends in analytical chemistry, vol. 13, no. 4, page 138-144. Available:

[file:///C:/Users/hp/OneDrive/%CE%A5%CF%80%CE%BF%CE%BB%CE%BF%CE%B3%CE%B9%CF%83%CF%84%CE%AE%CF%82/%CF%80%CF%84%CF%85%CF%87%CE%B9%CE%B1%CE%BA%CE%B7/%CE%B1%CF%81%CE%B8%CF%81%CE%BF/%CE%B1%CF%81%CE%B8%CF%81%CE%BF.pdf](#)

30. Željko A. Mihaljev, Sandra M. Jakšić, Nadežda B. Prica, Željko N. Čupić, Milica M. Živkov-Baloš 2015, Comparison of the Kjeldahl method, Dumas method and NIR method for total nitrogen determination in meat and meat products, Journal of Agroalimentary Processes and Technologies, 21(4), page 365-370. Available:

[file:///C:/Users/hp/OneDrive/%CE%A5%CF%80%CE%BF%CE%BB%CE%BF%CE%B3%CE%B9%CF%83%CF%84%CE%AE%CF%82/%CF%80%CF%84%CF%85%CF%87%CE%B9%CE%B1%CE%BA%CE%B7/%CF%83%CE%B9%CE%B3%CE%BA%CF%8](#)

[1%CE%B7%CF%83%CE%B7/7256757 L12 Manuscript submission 365-370.pdf](#)