

ΜΕΡΟΣ ΠΡΩΤΟ

Εισαγωγή

Κανόνες και μέτρα ασφαλείας εργαστηρίου

Βασικός εργαστηριακός εξοπλισμός

Στοιχειώδεις εργαστηριακές τεχνικές



Εισαγωγή

1. Κανόνες και μέτρα ασφαλείας εργαστηρίου

Ο πειραματιζόμενος σε ένα χημικό εργαστήριο διατρέχει τον κίνδυνο ατυχημάτων, τα οποία οφείλονται κυρίως στη χρήση διαβρωτικών και τοξικών ουσιών, σε εκρήξεις, σε πυρκαϊές και σε θραύσματα από γυάλινα σκεύη. Στη συνέχεια αναφέρονται οι βασικοί κανόνες και τα μέτρα ασφαλείας στο εργαστήριο για την πρόληψη τέτοιων ατυχημάτων. Η πιστή και χωρίς εξαίρεση εφαρμογή αυτών των κανόνων, πρέπει να γίνει συνήθεια σε όλους τους πειραματιζόμενους στο εργαστήριο. Έτσι, η πιθανότητα ατυχήματος θα ελαχιστοποιηθεί και η πειραματική δουλειά θα προχωρήσει απρόσκοπτα, αποδοτικά και ευχάριστα.

1. Φοράτε εργαστηριακή μπλούζα και προστατευτικά γυαλιά καθ' όλη τη διάρκεια της παρουσίας σας στο εργαστήριο και σε κάθε άλλο χώρο, όπου φυλάσσονται ή χρησιμοποιούνται χημικά. Τα προστατευτικά γυαλιά πρέπει να προφυλάσσουν τα μάτια σας έναντι εκτινάξεων θραυσμάτων και χημικών ουσιών από κάθε πλευρά. Ως πλέον κατάλληλα θεωρούνται τα γυαλιά τύπου μοτοσικλετιστή, τα οποία μπορούν να φορεθούν και πάνω από συνηθισμένα γυαλιά οράσεως.

- Αν στο μάτι σας εισέλθει χημική ουσία, ξεπλύνετε το με ισοτονικό αποστειρωτικό διάλυμα και στη συνέχεια με άφθονο τρεχούμενο νερό για τουλάχιστον 5 min, σκύβοντας το κεφάλι κάτω από τη βρύση και κρατώντας τα βλέφαρα ανοικτά. Για το ξέπλυμα με νερό, μπορείτε να χρησιμοποιήσετε και τον ειδικό υδροβολέα (eyewash bottle). Ζητήστε γρήγορα ιατρική βοήθεια.
- Μη φοράτε φακούς επαφής στο εργαστήριο, γιατί εμποδίζουν το ξέπλυμα του οφθαλμού σε περίπτωση ατυχήματος. Εξάλλου, οι διάφοροι ατμοί στο εργαστήριο (π.χ. HCl) διαλύονται στα υγρά του οφθαλμού και συσσωρεύονται πίσω από τους φακούς επαφής προκαλώντας σοβαρές βλάβες.

2. Σε περίπτωση πυρκαϊάς ή ατυχήματος, καλέστε *αμέσως* τον επιβλέποντα. Ενημερωθείτε για τη θέση και τη χρήση των πυροσβεστήρων, των ειδικών καταιωνιστήρων (ντους), του κιβωτίου πρώτων βοηθειών (φαρμακείου) και των κουβερτών πυρκαϊάς. Σημειώστε στην πρώτη σελίδα του εργαστηριακού σας βιβλίου όλα τα τηλέφωνα πρώτης ανάγκης.

- Χρησιμοποιήστε βρεγμένες πετσέτες για να κατασβέσετε μικρές φωτιές.
- Σε περίπτωση που χημικές ουσίες ήρθαν σε επαφή με το δέρμα ή τα ρούχα σας, πλύνετε με άφθονο τρεχούμενο νερό την πληγείσα περιοχή. Αφαιρέστε όποιο ρούχο έχει διαβραχεί από χημικά για να αποφύγετε παραπέρα προσβολή του δέρματος.

3. Αναφέρετε αμέσως *κάθε είδους* τραυματισμό στον επιβλέποντα. Με εξαίρεση κάποιους επιφανειακούς μικροτραυματισμούς, τα διάφορα εγκαύματα, κοψίματα και οι εισπνοές επιβλαβών ατμών *απαιτούν ιατρική περίθαλψη*.

4. Μην τρώτε και μην πίνετε *απολύτως τίποτε* μέσα στο εργαστήριο. Ο κίνδυνος δηλητηρίασης, λόγω μόλυνσης τροφίμων ή ποτών από επαφή με τοξικές ουσίες, είναι προφανής.

- Μην αγγίζετε με γυμνά χέρια χημικές ουσίες. Προστατεύετε τα χέρια σας με ελαστικά γάντια, διότι αρκετές ουσίες απορροφούνται από το δέρμα και ταυτόχρονα είναι τοξικές (π.χ. βενζόλιο). Ξεπλύνετε τα σημεία του δέρματος που ήρθαν σε επαφή με χημικές ουσίες με άφθονο τρεχούμενο νερό.
- Φεύγοντας από το εργαστήριο, πλύνετε επιμελώς τα χέρια σας με νερό και σαπούνι.

5. Μην καπνίζετε στην αίθουσα του εργαστηρίου. Πέρα από τον κίνδυνο πυρκαϊάς, ο καπνός του τσιγάρου συμπαρασύρει στους πνεύμονες και αέριες χημικές ουσίες, καθώς και σκόνη που υπάρχουν στην ατμόσφαιρα του εργαστηρίου.

6. Περιορίστε μακριά μαλλιά, γραβάτες, κασκόλ κ.λπ., επειδή αυτά μπορούν εύκολα να ακουμπήσουν είτε σε αναμμένους λύχνους και να αρπάξουν φωτιά, είτε σε χημικά αντιδραστήρια και να μολυνθούν.

7. Φοράτε κανονικά υποδήματα στο εργαστήριο. Με σανδάλια ή τελείως γυμνά πόδια κινδυνεύετε από σπασμένα γυαλιά και εκτινάξεις (πιτσιλίσματα) διαβρωτικών υγρών. Ακατάλληλα για το εργαστήριο είναι επίσης τα υποδήματα με υψηλά τακούνια.

8. Ποτέ μην εργάζεσθε μόνος/η στο εργαστήριο. Πάντοτε θα πρέπει να υπάρχει τουλάχιστον ένα ακόμα άτομο στον *ίδιο* χώρο. Επιπλέον εκεί κοντά θα πρέπει να είναι παρών και κάποιος από το προσωπικό του εργαστηρίου.

9. Μην εκτελείτε πειράματα, τα οποία δεν περιλαμβάνονται σε αυτό το βιβλίο. Ακολουθείτε επακριβώς την υποδεικνυόμενη πειραματική διαδικασία και μην προβαίνετε σε αυθαίρετες τροποποιήσεις. Συμβουλευθείτε τον επιβλέποντα για τυχόν αμφιβολίες που έχετε ως προς τα βήματα της ακολουθητέας πειραματικής πορείας.

10. Αποφεύγετε να εισπνέετε κάθε είδους ατμό.

- Για να εξετάσετε την οσμή ενός ατμού, εφαρμόστε την τεχνική που δείχνει το Σχήμα 1.1. Μην επιχειρείτε να μυρίσετε μια χημική αντίδραση τη στιγμή που αυτή βρίσκεται σε πλήρη εξέλιξη.
- Εργασθείτε στον απαγωγό αερίων, αν κατά τη διεξαγωγή κάποιου πειράματος υπάρχει πιθανότητα παραγωγής βλαβερών ατμών, δύσσομων αερίων ή καπνού.

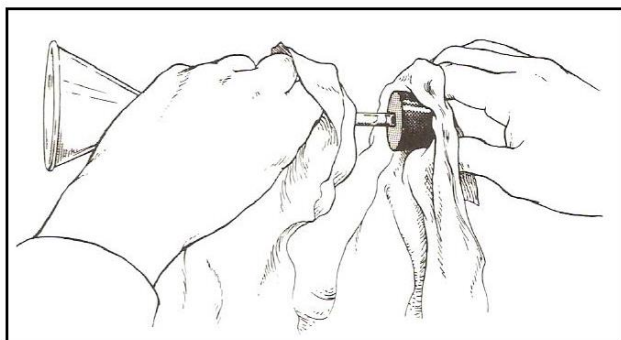
11. Ποτέ μη χρησιμοποιείτε το στόμα σας για την αναρρόφηση χημικών αντιδραστηρίων και την πλήρωση σιφωνίων. Χρησιμοποιείτε *πάντοτε* συσκευή αναρρόφησης (Σχήμα 2.3).

12. Κατά την αραίωση πυκνών οξέων προσθέστε *το οξύ στο νερό και ποτέ το νερό στο οξύ*, διότι υπάρχει κίνδυνος εκτίναξης σταγονιδίων του οξέος και πρόκληση εγκαυμάτων. Αυτό ισχύει ιδιαίτερα για την αραίωση του *πυκνού θειικού οξέος*.



Σχήμα 1.1 Όσφρηση ατμών ουσίας

Τις χημικές ουσίες δεν πρέπει να τις εισπνέετε ή να τις μυρίζετε, εκτός και αν αυτό αποτελεί μέρος του πειράματος. Σε μια τέτοια περίπτωση, κουνώντας κατάλληλα την παλάμη σας, μεταφέρετε προσεκτικά προς το πρόσωπό σας μικρή ποσότητα από τον ατμό της ουσίας, τον οποίον μυρίζετε.



Σχήμα 1.2 Εισαγωγή γυάλινου σωλήνα σε ελαστικό πόμα

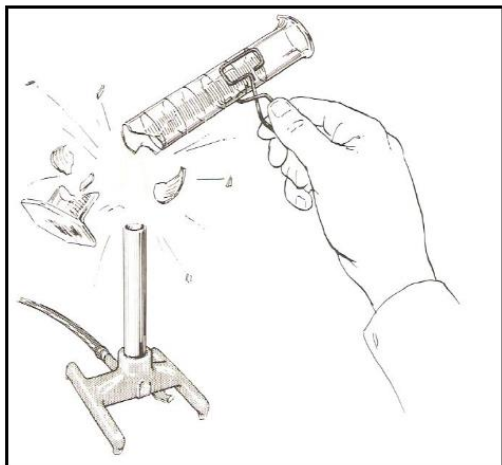
Μην εφαρμόζετε δύναμη σε μια τέτοια προσπάθεια, ενώ κρατάτε τον σωλήνα ή το χωνί *μακριά* από την οπή του πόματος. Αντίθετα, κρατείστε τον σωλήνα από θέση *κοντινή προς την άκρη* που θα εισχωρήσει στο πόμα *στρίβοντάς τον δεξιά – αριστερά*, καθώς τον πιέζετε. Τυλίγεται *πάντοτε* τα χέρια σας σε μια πετσέτα, όταν εισάγετε γυάλινους σωλήνες σε πόματα. Η διαβροχή του σωλήνα με νερό ή γλυκερίνη διευκολύνει την εισαγωγή του στο πόμα.

13. Για να περάσετε έναν γυάλινο σωλήνα (θερμόμετρο ή χωνί) μέσα από την οπή ελαστικού πόματος, λιπάνετε πρώτα τον σωλήνα ελαφρά με γλυκερίνη. Προωθήστε προσεκτικά τον σωλήνα στο πόμα, χωρίς να εφαρμόζετε μεγάλη πίεση. Χρησιμοποιήστε χαρτί ή μια πετσέτα για να προστατέψετε τα χέρια σας (Σχήμα 1.2).

14. Δώστε ιδιαίτερη προσοχή όταν θερμαίνετε υγρά. Προσθέστε *πετραδάκια βρασμού* για να αποφύγετε φαινόμενα υστέρησης βρασμού (βίαιη ατμοποίηση και εκτίναξη υγρού).

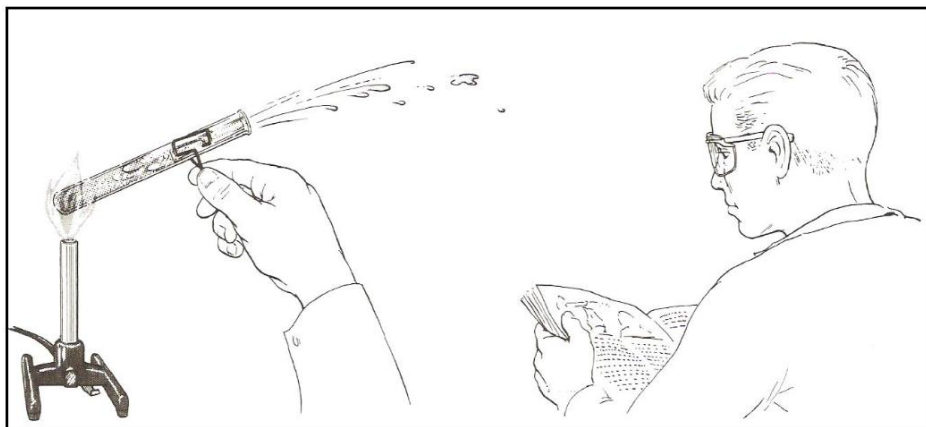
- Εύφλεκτα υγρά, όπως αιθέρες, αλκοόλες, υδρογονάνθρακες, κετόνες, διθειάνθρακας κ.ο.κ. δεν πρέπει να θερμαίνονται πάνω από γυμνή φλόγα. Χρησιμοποιήστε για τον σκοπό αυτό θερμαντικό μανδύα, ελαιόλουτρο ή υδρόλουτρο.
- Μη θερμαίνετε γυάλινα σκεύη με παχιά τοιχώματα, όπως π.χ. ογκομετρικούς κυλίνδρους, γιατί σπάζουν εύκολα (Σχήμα 1.3) και επίσης παραμορφώνεται το γυαλί τους, οπότε δεν ισχύει πλέον η βαθμονόμησή τους.

15. Μη στρέφεται προς το μέρος σας ή προς το μέρος κάποιου άλλου το στόμιο δοκιμαστικού σωλήνα, όταν τον θερμαίνετε. Η πιθανότητα απότομου βρασμού και εκτίναξης του περιεχομένου του σωλήνα είναι μεγάλη, ιδιαίτερα όταν ο σωλήνας θερμαίνεται τοπικά στον πυθμένα του (Σχήμα 1.4).



Σχήμα 1.3 Ορισμένα γυάλινα σκεύη δεν πρέπει να θερμαίνονται

Μη θερμαίνετε *ποτέ*, σε σχετικά υψηλές θερμοκρασίες, βαθμονομημένα γυάλινα σκεύη. Ανάλογα με τη θερμοκρασία, αυτά ή θα σπάσουν ή θα αλλοιωθεί η βαθμονόμησή τους.



Σχήμα 1.4 Δύο σημαντικά μέτρα προστασίας

Ποτέ το στόμιο ενός δοκιμαστικού σωλήνα που θερμαίνεται δεν "κοιτάζει" το πρόσωπό σας ή αυτό του συναδέλφου σας, επειδή το περιεχόμενο του σωλήνα μπορεί να βράσει απότομα και να εκτοξευθεί κατά επάνω σας. Τα προστατευτικά γυαλιά που ο πειραματιστής φορά σε όλη τη διάρκεια της παραμονής του στο εργαστήριο είναι εκείνα που θα σώσουν τα μάτια του σε περίπτωση εκτίναξης σταγονιδίων επικίνδυνων υγρών ή γυάλινων θραυσμάτων.

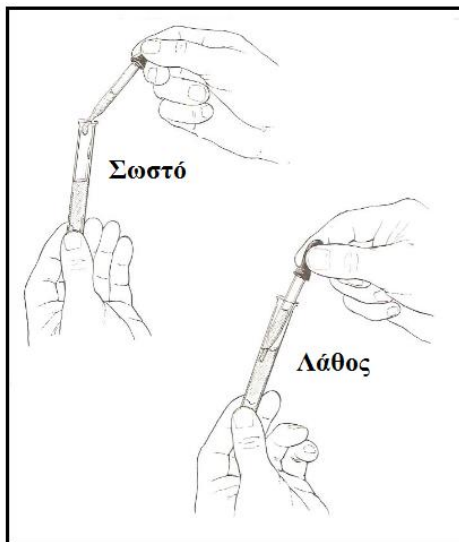
16. Εξουδετερώστε οξέα που έσταξαν πάνω σε ρούχα με αραιό διάλυμα υδρογονανθρακικού νατρίου (NaHCO_3). Για την εξουδετέρωση διαλυμάτων βάσεων, χρησιμοποιήστε διάλυμα βορικού οξέος, H_3BO_3 , (50 g/L). Αν κάποιο διάλυμα οξέος ή βάσεως χύθηκε πάνω στον πάγκο εργασίας ή στο πάτωμα, χρησιμοποιήστε τόσο για το οξύ όσο και για τη βάση στερεό NaHCO_3 και ξεπλύνετε με άφθονο νερό.

17. Διατηρείτε τον πάγκο εργασίας πάντοτε καθαρό. Σκουπίστε (αφού πρώτα εξουδετερώσετε αν χρειασθεί) χυμένα υγρά στον πάγκο σας και απομακρύνετε άμεσα και με προσοχή τυχόν σπασμένα γυαλιά. Οποιαδήποτε ακαταστασία στον πάγκο εργασίας όχι μόνο δυσχεραίνει την εκτέλεση των πειραμάτων σας, αλλά μπορεί να οδηγήσει και σε ατυχήματα. Τοποθετήστε όλες τις ουσίες και τα όργανα πίσω στη θέση τους και καθαρίστε τον πάγκο σας, πριν αποχωρήσετε από το εργαστήριο.

18. Μην κάνετε αλόγιστη χρήση αντιδραστηρίων διότι αυτό ισοδυναμεί με *αδικαιολόγητη σπατάλη* (αφού τα περισσότερα αντιδραστήρια κοστίζουν ακριβά) και με *μόλυνση του περιβάλλοντος* (αφού η περίσσεια τους δεν χρησιμοποιείται, αλλά απορρίπτεται ή καταστρέφεται).

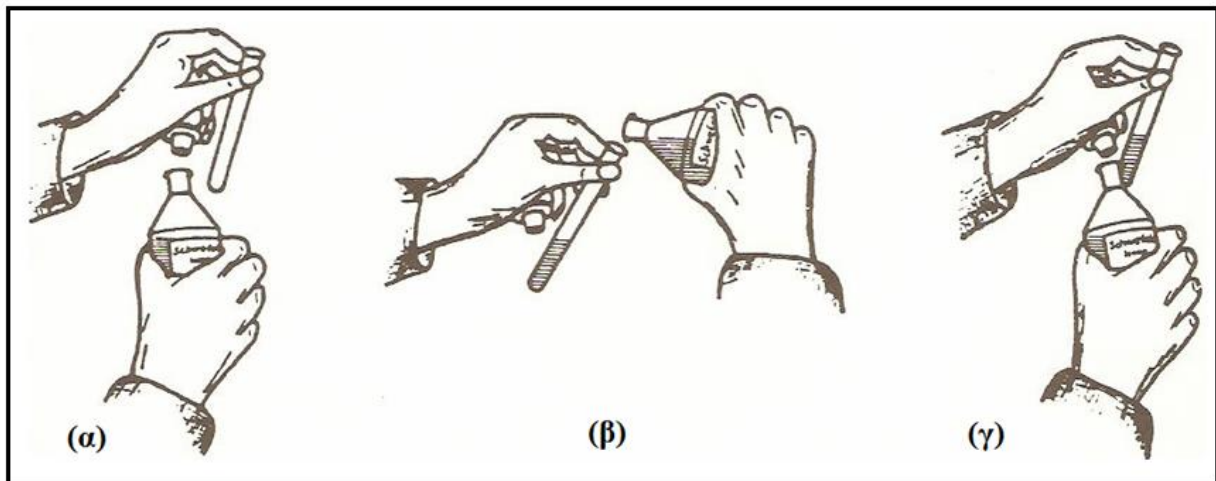
- Μην εισάγετε τα σιφώνια, τα σταγονόμετρα ή τις σπάτουλες σας μέσα στις αποθεματικές φιάλες των αντιδραστηρίων, επειδή υπάρχει κίνδυνος να μολύνετε όλο το απόθεμα λόγω μη καθαρών οργάνων (Σχήματα 1.5, 1.6 και 1.7). Χρησιμοποιείτε όλοι το ίδιο όργανο (σιφώνιο, σταγονόμετρο, σπάτουλα) που έχει διαθέσει ο επιβλέπων για το συγκεκριμένο αντιδραστήριο.
- Μην επαναφέρετε ποτέ περίσσεια αντιδραστηρίου στην αποθεματική φιάλη. Φυλάξτε χωριστά, απορρίψτε σε ειδικά δοχεία ή καταστρέψτε με τον ενδεδειγμένο οικολογικό τρόπο κάθε ποσότητα αντιδραστηρίου που περίσσεψε.

Προσθέστε ένα υγρό σε δοκιμαστικό σωλήνα μέσω σταγονομέτρου, κατά τον τρόπο που δείχνει η πρώτη εικόνα (Σχήμα 1.5), δηλαδή μη βυθίζετε το σταγονόμετρο στο περιεχόμενο του σωλήνα.



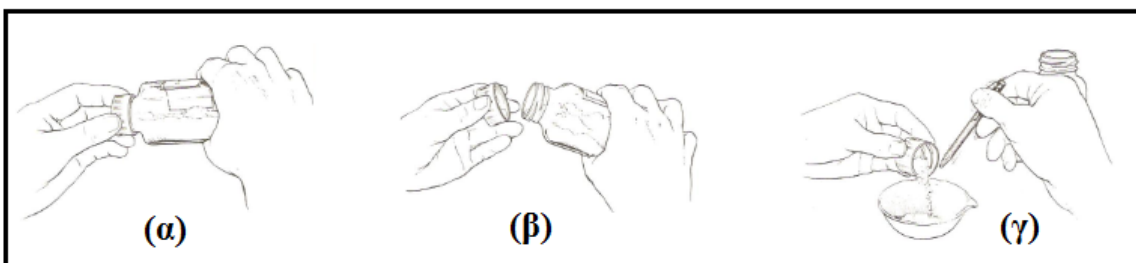
Σχήμα 1.5 Η σωστή χρήση του σταγονομέτρου

Προσθέστε ένα υγρό σε δοκιμαστικό σωλήνα μέσω σταγονομέτρου κατά τον τρόπο που δείχνει η πρώτη εικόνα, δηλαδή μη βυθίζετε το σταγονόμετρο στο περιεχόμενο του σωλήνα.



Σχήμα 1.6 Τα τρία βήματα για τη σωστή μετάγγιση υγρού

(α) Αφαίρεση του πώματος (β) Μετάγγιση του υγρού (γ) Επανατοποθέτηση του πώματος



Σχήμα 1.7 Ένας τρόπος αφαίρεσης ποσότητας στερεάς ουσίας από αποθεματική φιάλη

(α) Κρατώντας πλάγια τη φιάλη, την περιστρέφουμε μέχρις ότου μικρή ποσότητα από το περιεχόμενό της καταλήξει μέσα στο πλαστικό πώμα.

(β) Αφαιρούμε προσεκτικά το πώμα, έτσι ώστε η μικρή ποσότητα να παραμείνει σ' αυτό.

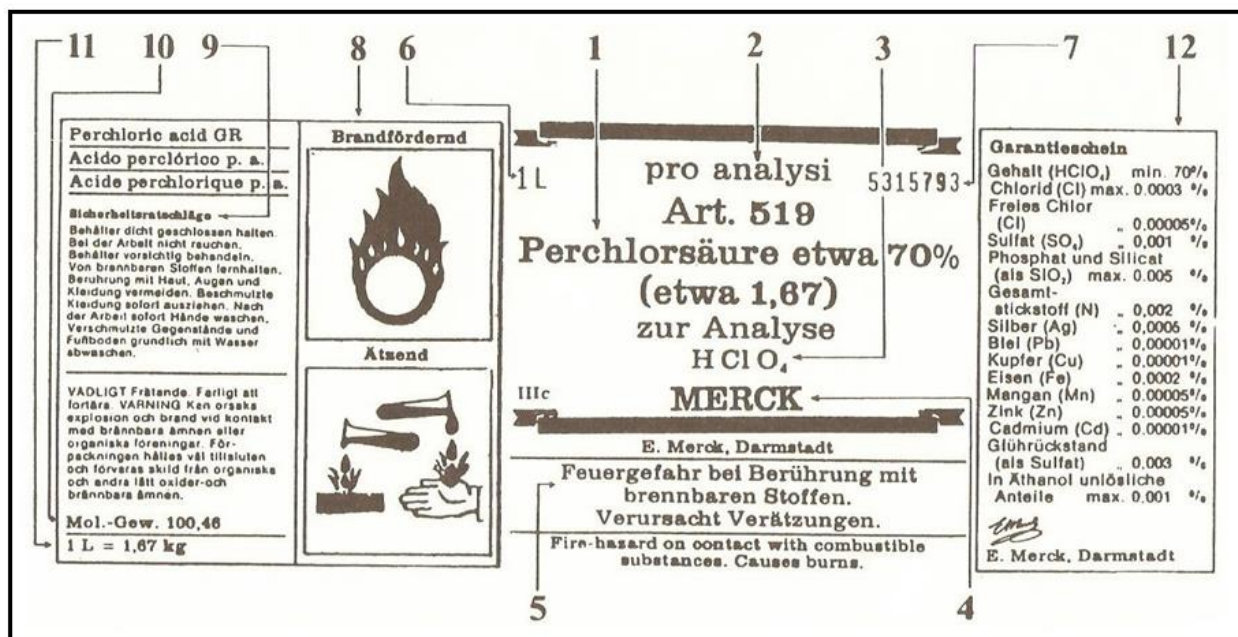
(γ) Χτυπάμε ελαφρά το πώμα με ένα στυλό μέχρι να πέσει η επιθυμητή ποσότητα.

19. Διαβάζετε πάντοτε δύο φορές την ετικέτα ενός χημικού αντιδραστήριου πριν το χρησιμοποιήσετε. Βεβαιωθείτε ότι τόσο η συγκέντρωση, όσο και το όνομα του αντιδραστήριου είναι σωστά (Σχήμα 1.8). Δώστε ιδιαίτερη προσοχή και στα σύμβολα κινδύνων που πιθανόν εικονίζονται στη συσκευασία ενός χημικού αντιδραστήριου (Πίνακας 1.1).

20. Μελετήστε επαρκώς στο σπίτι τη σχετική θεωρία και την πορεία της άσκησης που θα εκτελέσετε. Προσπαθήστε να συμπληρώσετε το Φύλλο με τις *Ερωτήσεις Προετοιμασίας*. Έτσι θα κατανοήσετε ευκολότερα τον σκοπό του πειράματος και τις αιτίες των φαινομένων, τα οποία θα παρατηρήσετε. Ένας απροετοίμαστος φοιτητής θέτει σε κίνδυνο τον εαυτό του και όλους τους υπόλοιπους.

21. Πριν αποχωρήσετε από το εργαστήριο, πρέπει να ελέγχετε αν οι στρόφιγγες των συσκευών υγραερίου, παροχής νερού κ.λπ. είναι καλά κλεισμένες.








22. Μη λησμονείτε ποτέ ότι σε περίπτωση ατυχήματος η διατήρηση της ψυχραιμίας και η υπεύθυνη συμπεριφορά είναι τα σημαντικότερα μέσα για την αντιμετώπιση του συμβάντος. Αντίθετα, η επικράτηση πανικού οδηγεί ασφαλώς στην επιδείνωση της κατάστασης.



Σχήμα 1.8 Οι σημαντικότερες πληροφορίες που μπορεί να μας δώσει η ετικέτα μιας χημικής ουσίας του εμπορίου (π.χ. HClO_4 , υπερχλωρικό οξύ)

- | | |
|-------------------------------------------------------------------|--------------------------------------|
| 1. Ονομασία και περιεκτικότητα επί τοις εκατό κατά μάζα (m/m) | 2. Χαρακτηρισμός καθαρότητας |
| 3. Χημικός τύπος | 4. Παρασκευάστρια εταιρεία |
| 5. Επικινδυνότητα (κίνδυνοι κατά τη χρήση) | 6. Ποσότητα που περιέχεται στη φιάλη |
| 7. Αριθμός παραγωγής | 8. Σύμβολα κινδύνου |
| 9. Οδηγίες ασφαλείας | 10. Μοριακό βάρος ουσίας |
| 11. Πυκνότητα | 12. Πιστοποιητικό ανάλυσης |

Πίνακας 1.1 Σύμβολα κινδύνων

| | | |
|-------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|  | <p>Εκρηκτικές ουσίες</p> | <p>Κίνδυνος: Το σύμβολο αυτό χαρακτηρίζει ουσίες οι οποίες μπορούν να εκραγούν κάτω από ορισμένες συνθήκες.</p> <p>Προφύλαξη: Αποφύγετε κρούσεις, τραντάγματα, τριβές, σπινθήρες και πηγές θερμότητας.</p> |
|  | <p>Οξειδωτικές ουσίες</p> | <p>Κίνδυνος: Οξειδωτικές ουσίες μπορούν να προκαλέσουν ανάφλεξη καύσιμων υλικών ή να ενισχύσουν υπάρχουσες φωτιές καθιστώντας δυσκολότερη την πυρόσβεση.</p> <p>Προφύλαξη: Κρατήστε μακριά τέτοιες ουσίες από καύσιμη ύλη.</p> |
|  | <p>Τοξικές ουσίες</p> | <p>Κίνδυνος: Οι ουσίες αυτές είναι πολύ επικίνδυνες για την υγεία, όταν εισπνέονται, καταπίνονται ή έρχονται σε επαφή με το δέρμα και μπορούν να προκαλέσουν ακόμα και τον θάνατο.</p> <p>Προφύλαξη: Αποφύγετε επαφή τους με ανθρώπινο σώμα και συμβουλευθείτε άμεσα έναν γιατρό σε περίπτωση δυσφορίας.</p> |
|  | <p>Ερεθιστικές ουσίες</p> | <p>Κίνδυνος: Το σύμβολο αυτό χαρακτηρίζει ουσίες οι οποίες μπορεί να έχουν ερεθιστική δράση στο δέρμα, τα μάτια ή στα αναπνευστικά όργανα.</p> <p>Προφύλαξη: Μην εισπνέετε τους ατμούς των ουσιών αυτών και αποφύγετε επαφή με το δέρμα και τα μάτια.</p> |
|  | <p>Πολύ εύφλεκτες ουσίες</p> | <p>Κίνδυνος: Το σύμβολο αυτό χαρακτηρίζει ουσίες οι οποίες είναι (α) αυτανάφλεξιμες ή (β) πολύ εύφλεκτα αέρια ή (γ) ευαίσθητες σε υγρασία, παράγουσες εύφλεκτα αέρια σε επαφή με το νερό ή (δ) εύφλεκτα υγρά με σημείο ανάφλεξης μικρότερο από 21°C .</p> <p>Προφύλαξη: (α) Αποφύγετε επαφή με τον αέρα. (β) Αποφύγετε σχηματισμό εύφλεκτων μιγμάτων αερίου με αέρα και την προσέγγιση σε πηγές θερμότητας. (γ) Αποφύγετε επαφή με νερό ή υγρασία. (δ) Κρατείστε τις μακριά από φλόγες, σπινθήρες και πηγές θερμότητας.</p> |
|  | <p>Καυστικές ουσίες</p> | <p>Κίνδυνος: Οι ουσίες αυτές καταστρέφουν ζωντανούς ιστούς και εργαστηριακό εξοπλισμό, όταν έρθουν σε επαφή με αυτά.</p> <p>Προφύλαξη: Μην εισπνέετε τους ατμούς αυτών των ουσιών και αποφύγετε επαφή με δέρμα, μάτια και ρούχα.</p> |
|  | <p>Επιβλαβείς ουσίες</p> | <p>Κίνδυνος: Όταν εισχωρήσουν στο σώμα, οι ουσίες αυτές προκαλούν μικρές βλάβες.</p> <p>Προφύλαξη: Αποφύγετε επαφή με ανθρώπινο σώμα και εισπνοή ατμών. Συμβουλευθείτε άμεσα έναν γιατρό σε περίπτωση δυσφορίας.</p> |

2. Βασικός εργαστηριακός εξοπλισμός

Παρακάτω περιγράφονται ορισμένα σκεύη και απλά όργανα ενός χημικού εργαστηρίου, κυρίως αυτά που χρησιμοποιούνται για την εκτέλεση συνήθων πειραμάτων ανόργανης και οργανικής χημείας. Επίσης, δίνονται συνοπτικές οδηγίες για τη χρήση τους. Για μια πληρέστερη κατανόηση των περιγραφών, υπάρχει και αντίστοιχη σχηματική παράσταση των οργάνων. Σε πρώτη φάση, ο φοιτητής θα πρέπει να εξοικειωθεί με τα ονόματα των ειδών του εργαστηριακού του εξοπλισμού. Ο τρόπος χειρισμού μερικών από αυτά και ο σκοπός τον οποίον εξυπηρετούν, θα περιγραφούν αναλυτικά από τους αρμόδιους εκπαιδευτές στην πορεία των εργαστηριακών ασκήσεων. Για μια συστηματική περιγραφή, κατατάσσουμε τα είδη του εργαστηριακού εξοπλισμού σε τέσσερις κατηγορίες:

- (1) Το στήριγμα και τα εξαρτήματά του
- (2) Συνήθη γυάλινα σκεύη
- (3) Άλλα απαραίτητα σκεύη και υλικά
- (4) Ηλεκτρικές συσκευές

2.1 Το στήριγμα και τα εξαρτήματά του

1. Στήριγμα: είναι μεταλλικό και υπάρχει κυρίως σε δύο τύπους που διαφέρουν στη μορφή της βάσεως (επίπεδη πλάκα ή τρίποδας). Επάνω στο στήριγμα βιδώνονται μεταλλικοί δακτύλιοι, σφικτήρες της προχοΐδας, διπλοκοχλίες κ.λπ. Έτσι, το στήριγμα με τα εξαρτήματά του είναι απαραίτητο για την εγκατάσταση κάθε χημικής συσκευής.

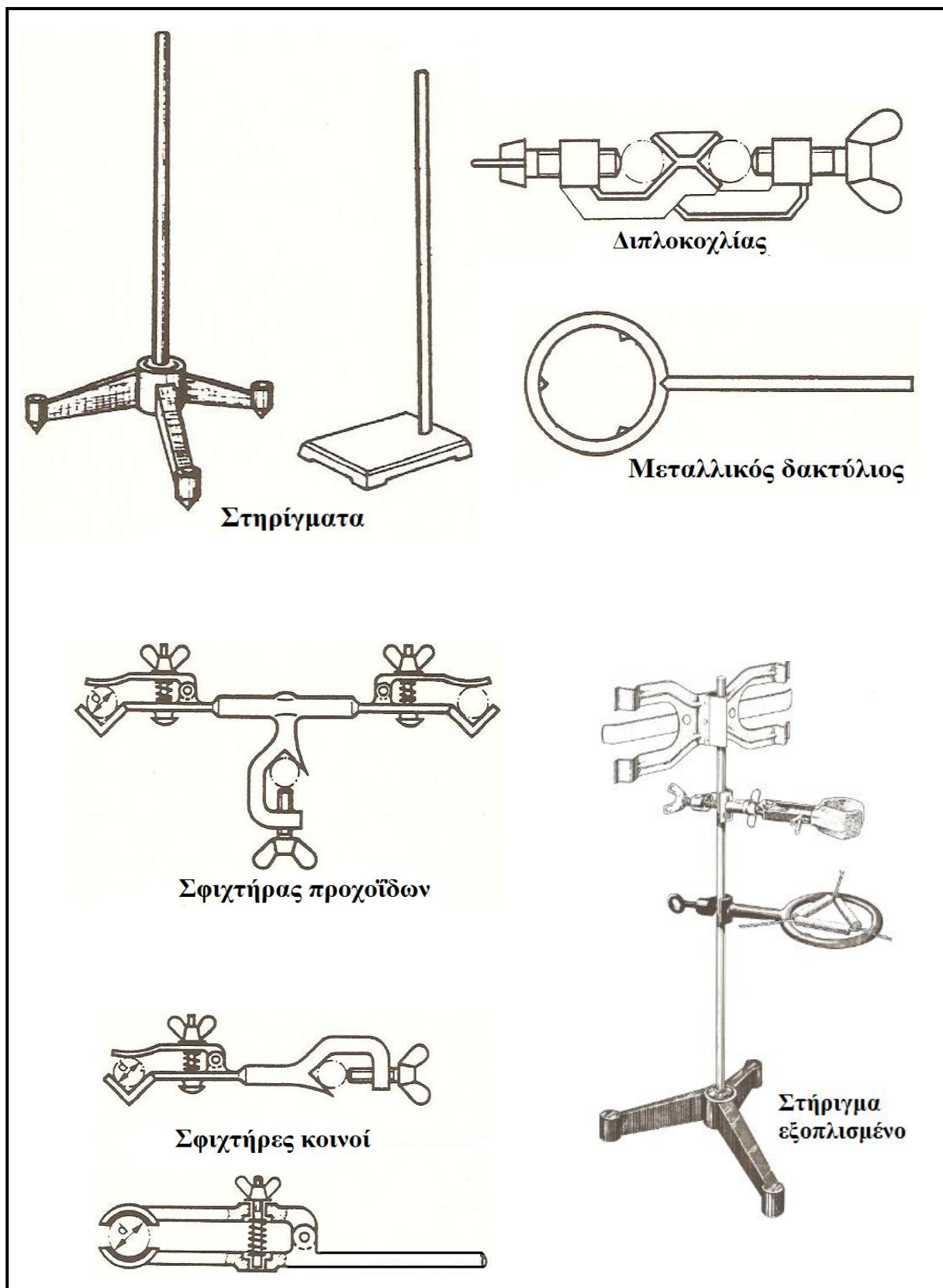
2. Σφικτήρες: Είναι μεταλλικοί και χρησιμοποιούνται για τη στερέωση γυάλινων σκευών. Τα άκρα των βραχιόνων του σφικτήρα θα πρέπει να είναι επενδυμένα εσωτερικά με φελλό ή ελαστικό, ώστε να ελαχιστοποιείται ο κίνδυνος θραύσης του σκεύους κατά το σφίξιμο, το οποίο σημειωτέον δεν πρέπει να είναι υπερβολικό. Όπως βλέπουμε στο Σχήμα 2.1, υπάρχουν διάφοροι τύποι σφικτήρων, ανάλογα με τον σκοπό που εξυπηρετούν.

3. Διπλοκοχλίας: Ο διπλοκοχλίας είναι μεταλλικός και χρησιμεύει για τη στήριξη σφικτήρων, μεταλλικών δακτυλίων κ.λπ. πάνω στο στήριγμα. Ο δεξιός κοχλίας βιδώνει πάνω στο στήριγμα και στον αριστερό βιδώνουμε τον μεταλλικό δακτύλιο ή τον σφικτήρα. Ανάλογα με τις ανάγκες του πειράματος, επιλέγουμε σε ποιο ύψος του στηρίγματος θα βιδώσουμε τον δεξιό κοχλία.

4. Μεταλλικός δακτύλιος: Υπάρχει σε διάφορες διαμέτρους και χρησιμεύει για τη στήριξη του πυρίμαχου τριγώνου, ή ενός χωνιού ή του πλέγματος αμιάντου ή της διαχωριστικής χοάνης.

2.2 Συνήθη γυάλινα σκεύη (αλφαβητικά)

1. Δοκιμαστικοί σωλήνες: Χρησιμοποιούνται συχνά σε χημικά και βιοχημικά εργαστήρια, ως σκεύη διεξαγωγής δοκιμασιών (τεστ), πειραμάτων περιορισμένης κλίμακας ή επιδείξεων. Κατασκευάζονται σε διάφορα μεγέθη από γυαλί ανθεκτικό στις μεταβολές της θερμοκρασίας.



Σχήμα 2.1 Το στήριγμα και τα εξαρτήματά του

2. Ηθμοί γυάλινοι (ή χωνευτήρια διηθήσεως): Οι ηθμοί αυτοί έχουν πορώδη πυθμένα από ειδικό γυαλί. Προσαρμόζονται, με τη βοήθεια ελαστικών δακτυλίων, σε φιάλες κενού και χρησιμοποιούνται σε περιπτώσεις, όπου, για διάφορους λόγους δεν είναι δυνατή η εφαρμογή χάρτινων ηθμών.

Ανάλογα με τη διάμετρο των πόρων, οι ηθμοί διακρίνονται σε $G_0, G_1, G_2, \dots, G_5$ (όσο μεγαλύτερος ο δείκτης, τόσο μικρότερης διαμέτρου οι πόροι του ηθμού). Έτσι, π.χ. οι ηθμοί G_3 είναι κατάλληλοι για ιζήματα με μέτριο μέγεθος σωματιδίων και οι G_4 για λεπτοκρυσταλλικά ιζήματα (π.χ. $BaSO_4$).

Με την εφαρμογή κενού, μπορούμε να επιταχύνουμε τη διήθηση, καθώς και να ξηράνουμε το ίζημα, το οποίο στη συνέχεια, μπορούμε να ζυγίσουμε, ενώ αυτό βρίσκεται μέσα στον ηθμό.

3. Κωνικές φιάλες ή φιάλες Erlenmeyer: Είναι κατασκευασμένες από γυαλί και τις χρησιμοποιούμε ως δοχεία αντιδράσεων, κυρίως σε ογκομετρήσεις. Αποτελούν προσεγγιστικά ογκομετρικά όργανα. Υπάρχουν σε στενόλαιμη και ευρύλαιμη μορφή, με ή χωρίς εσμύρισμα.

4. Ξηραντήρας: Οι ξηραντήρες είναι αεροστεγή κλειστά γυάλινα δοχεία, μέσα στα οποία φυλάγουμε πρότυπες ουσίες και δείγματα ουσιών, χωνευτήρια μετά από πύρωση, φιαλίδια ζυγίσεως και γενικά οτιδήποτε πρέπει να διατηρήσουμε στεγνό. Μέσα στον ξηραντήρα, οι διάφορες ουσίες και τα μικροαντικείμενα προφυλάγονται από τους ατμούς των αντιδραστηρίων και τη σκόνη του εργαστηρίου.

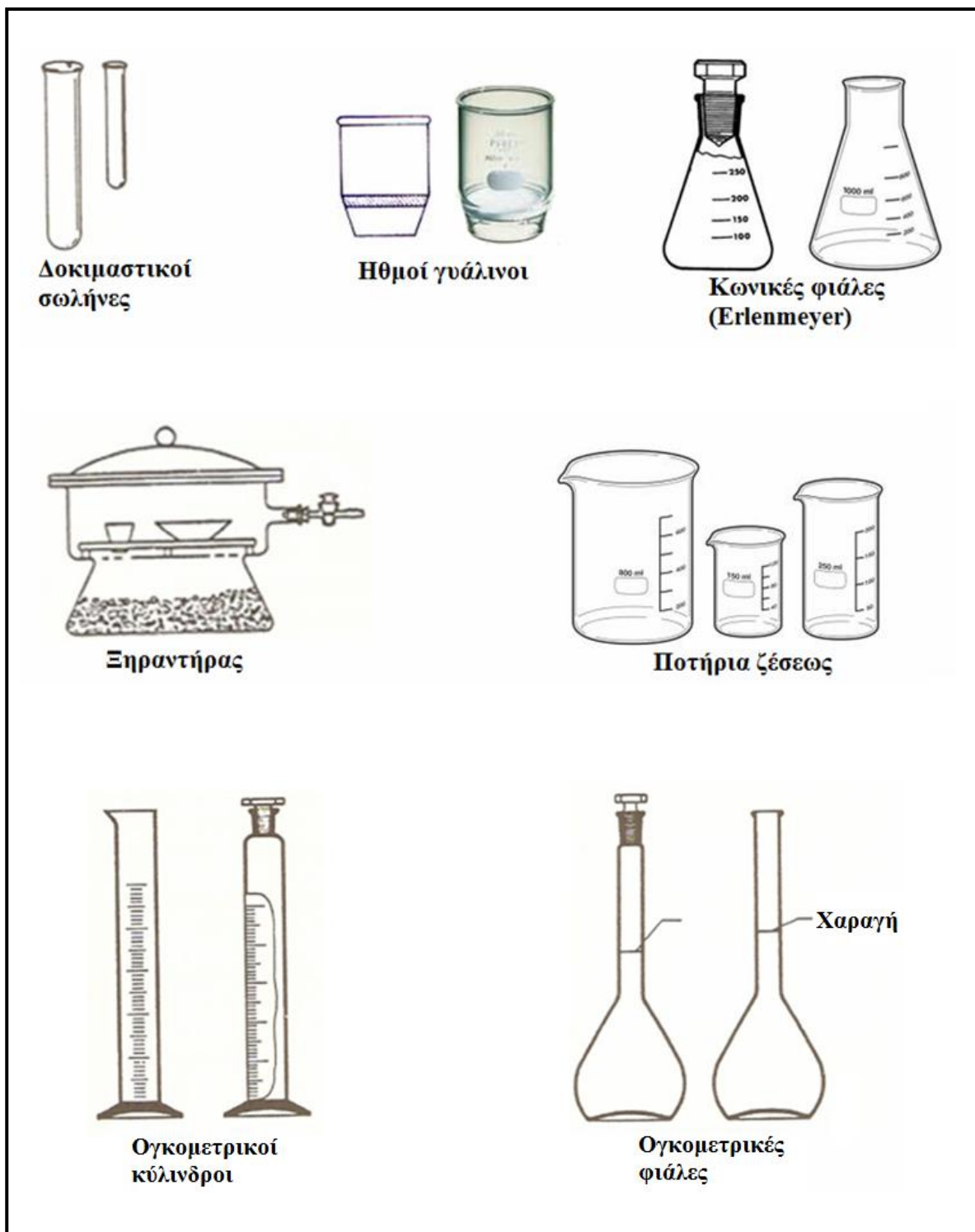
Ένας ξηραντήρας αποτελείται βασικά από τρία μέρη: το κύριο δοχείο, το κάλυμμα και το υπόβαθρο. Στον πυθμένα του δοχείου τοποθετούμε το ξηραντικό μέσο, που μπορεί να είναι πυκνό θειικό οξύ (H_2SO_4), οξείδιο του ασβεστίου (CaO), δεκαοξείδιο του τετραφωσφόρου (P_4O_{10}), χλωρίδιο του ασβεστίου ($CaCl_2$) κ.λπ. Το υπόβαθρο (συνήθως από πορσελάνη) φέρνει οπές για σταθερότερη τοποθέτηση των διαφόρων αντικειμένων επάνω σ' αυτό. Το κάλυμμα του ξηραντήρα καλύπτει αεροστεγώς το κύριο δοχείο. Ο ξηραντήρας, στην κορυφή του, μπορεί να φέρει επίθεμα με στρόφιγγα για εφαρμογή κενού ή πλήρωση με αδρανές αέριο.

Όταν χρησιμοποιούμε τον ξηραντήρα, θα πρέπει να προσέχουμε ιδιαίτερα στην αφαίρεση του καλύμματός του, καθώς και στη μεταφορά του. Τα εσμυρισμένα μέρη του ξηραντήρα πρέπει να λιπαίνονται με λίπος σιλικόνης.

5. Ογκομετρικές φιάλες: Είναι μακρόλαιμες φιάλες χωρητικότητας 5, 10, 50, 100, 250, 500, 1000 mL κ.λπ. Στον λαιμό φέρουν χαραγή που δείχνει τη θέση μέχρι την οποία πρέπει να πληρωθεί η φιάλη με το υγρό για να ληφθεί όγκος ίσος με αυτόν που αναγράφεται επάνω της, πρόκειται δηλαδή για ογκομετρικά όργανα ακριβείας. Οι ογκομετρικές φιάλες είναι βαθμονομημένες να περιέχουν και όχι να παρέχουν ορισμένο όγκο υγρού. Χρησιμοποιούνται για την παρασκευή προτύπων διαλυμάτων, δηλαδή διαλυμάτων ορισμένης συγκέντρωσης. Κατά την παρασκευή τέτοιων διαλυμάτων απαιτείται πολύ καλή ανάμιξη αυτών, η οποία επιτυγχάνεται με ανακίνηση και επανειλημμένες αναστροφές της πωματισμένης φιάλης, πριν από την τελική συμπλήρωσή της μέχρι τη χαραγή.

Τα πόματα των ογκομετρικών φιαλών είναι εσμυρισμένα.

6. Ογκομετρικός κύλινδρος: Με τους βαθμονομημένους αυτούς γυάλινους σωλήνες μετρούμε τους όγκους υγρών που πρόκειται να μεταφέρουμε σε κάποιο άλλο δοχείο. Επειδή η διάμετρος των ογκομετρικών αυτών οργάνων είναι σχετικά μεγάλη, η ακρίβεια μετρήσεως είναι μικρή. Πολύ θερμά υγρά δεν πρέπει να τοποθετούνται μέσα στους ογκομετρικούς κυλίνδρους και γενικά σε ογκομετρικά γυάλινα σκεύη, επειδή μπορεί να προκαλέσουν μόνιμες μεταβολές στον όγκο τους. Για τον ίδιο λόγο τα ογκομετρικά σκεύη δεν πρέπει να θερμαίνονται. Επίσης, δεν πρέπει να εκτελούνται χημικές αντιδράσεις και παρασκευές διαλυμάτων με διάλυση στερεών μέσα σε ογκομετρικούς κυλίνδρους. Υπάρχουν και ογκομετρικοί κύλινδροι με πόμα, κατάλληλοι για ανάμιξη υγρών.



Σχήμα 2.2 Συνήθη γυάλινα σκεύη χημικού εργαστηρίου

7. Ποτήρια ζέσεως: Πρόκειται για λεπτότοιχα, κυλινδρικά γυάλινα σκεύη, μέσα στα οποία μπορούμε να θερμάνουμε διάφορα υγρά. Επίσης, είναι κατάλληλα για την ανάμιξη υγρών ή την παρασκευή διαλυμάτων. Τα ποτήρια ζέσεως υπάρχουν σε υψηλή και χαμηλή μορφή και σε διάφορα μεγέθη (50, 100, 250, 400 mL κ.λπ.). Είναι *προσεγγιστικά* όργανα μέτρησης όγκου.

8. Προχοΐδες: Όργανα για την *ακριβή* μέτρηση όγκων υγρών. Χρησιμοποιούνται κυρίως στην ποσοτική ανάλυση. Οι συνηθισμένες προχοΐδες είναι των 50 mL με αρίθμηση ανά mL και υποδιαιρέσεις ανά δέκατο του mL. Αποτελούνται από έναν γυάλινο βαθμονομημένο σωλήνα, που στο κάτω άκρο του έχει μία στρόφιγγα για τον έλεγχο της ροής του υγρού. Η στρόφιγγα της προχοΐδας είναι από γυαλί ή τεφλόν. Ο τρόπος χειρισμού της προχοΐδας περιγράφεται αναλυτικά στην Ενότητα 3, «Στοιχειώδεις εργαστηριακές τεχνικές».

9. Ράβδοι αναδέυσεως: Είναι γυάλινες και χρησιμοποιούνται για την ανάδευση και τη μεταφορά διαλυμάτων, καθώς και για τη μεταφορά και έκπλυση ιζημάτων. Στην τελευταία περίπτωση, η ράβδος φέρνει στο ένα της άκρο πτερύγιο από καουτσούκ. Για την κατασκευή τους, κόβονται τεμάχια μήκους 15-25 cm από ράβδο μαλακού γυαλιού.

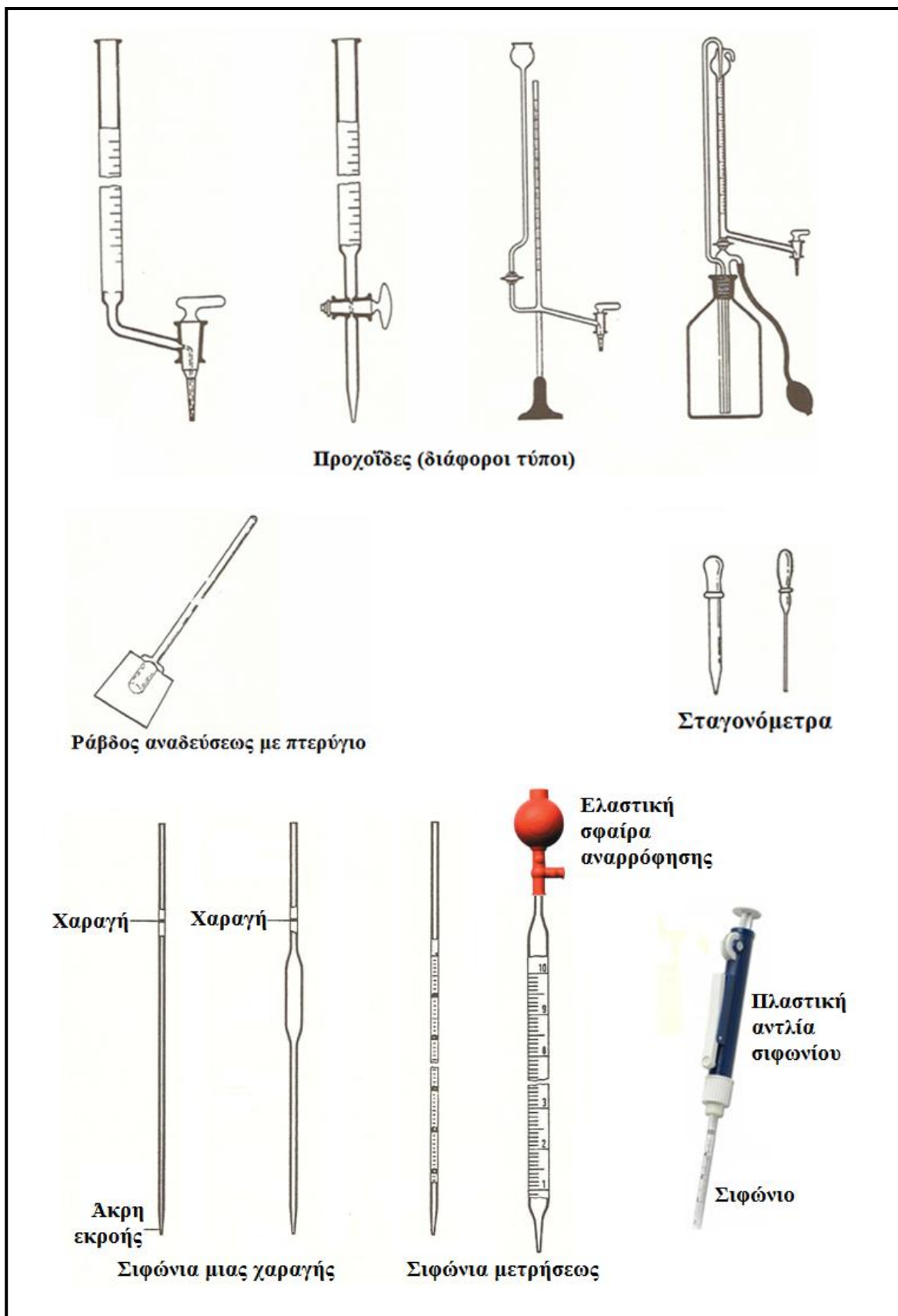
10. Σιφώνια: Τα σιφώνια χρησιμοποιούνται για την *ακριβή* μέτρηση όγκου υγρών. Αποτελούνται από έναν σωλήνα κατασκευασμένο από λεπτό γυαλί, ανοικτό και κατά τα δύο άκρα του. Ο σωλήνας είναι στενότερος στο κατώτερο άκρο του. Για τη λήψη δείγματος υγρού, βυθίζεται το κατώτερο άκρο του σιφωνίου μέσα στο υγρό και ταυτόχρονα αφαιρείται με ειδική συσκευή ο περιεχόμενος αέρας. Υπάρχουν *σιφώνια μιας χαραγής* που χρησιμοποιούνται για τη μέτρηση ενός μόνον σταθερού όγκου υγρού, ο οποίος αναγράφεται πάνω στο σιφώνιο. Ο σωλήνας αυτού του τύπου σιφωνίων είναι διογκωμένος στο μέσον του, για να μπορεί να χωρέσει τον προβλεπόμενο όγκο υγρού. Έτσι, έχουμε σιφώνια του ενός, των 2, των 5, των 10, των 25, των 50 και των 100 mL. Τα λεγόμενα *σιφώνια μετρήσεως* είναι βαθμονομημένα και χρησιμοποιούνται για τη μέτρηση διαφόρων όγκων υγρού.

Η πλήρωση των σιφωνίων γίνεται συνήθως με αναρρόφηση μέσω ειδικής ελαστικής σφαίρας. Εκτός από τη σφαίρα αναρρόφησης, υπάρχουν και άλλες συσκευές πλήρωσης σιφωνίων, όπως η πλαστική αντλία σιφωνίων (Σχήμα 2.3). Αφού στερεώσουμε κατάλληλα το σιφώνιο στο άνοιγμα της αντλίας, όπως φαίνεται στο σχήμα, περιστρέφουμε τον τροχό προς τα κάτω με τον αντίχειρα. Έτσι, δημιουργούμε υποπίεση μέσα στο σιφώνιο και το υγρό ανέρχεται. Για να εκρεύσει ποσότητα υγρού ή όλο το υγρό, πέζουμε το έμβολο που βρίσκεται κάτω από τον τροχό.

Αναλυτικά, ο τρόπος χειρισμού των σιφωνίων περιγράφεται στην Ενότητα 3, «Στοιχειώδεις εργαστηριακές τεχνικές».

Πολύ μικροί όγκοι υγρών λαμβάνονται με μικροσύριγγες χωρητικότητας 0,001 – 1 mL. Οι μικροσύριγγες με βελόνα από ανοξείδωτο χάλυβα χρησιμοποιούνται για την έκχυση δειγμάτων σε κλειστά συστήματα (π.χ. στην υγρή διάχυση ή στην αέρια χρωματογραφία).

11. Σταγονόμετρα: Τα χρησιμοποιούμε για την προσθήκη υγρών κατά σταγόνες σε δοχεία αντιδράσεων, καθώς και για την αφαίρεση και μεταφορά μικρών ποσοτήτων υγρών. Ένα σταγονόμετρο αποτελείται από μικρό γυάλινο ή πλαστικό σωλήνα, ο οποίος στο ένα άκρο του καταλήγει σε στένωση. Το άλλο άκρο του κλείνεται με ελαστική προέκταση, με τη βοήθεια της οποίας αναρροφάται το υγρό μέσα στο σωλήνα και στη συνέχεια με μικρή πίεση της προέκτασης το υγρό ρέει κατά σταγόνες, οι οποίες μπορούν να καταμετρώνται.



Σχήμα 2.3 Συνήθη γυάλινα σκεύη χημικού εργαστηρίου

12. Σταγονομετρικά φιαλίδια: Είναι γυάλινες φιάλες, συνήθως των 100 κυβικών εκατοστών, για τη φύλαξη υγρών αντιδραστηρίων τα οποία χρησιμοποιούμε συχνά και σε ποσότητες μερικών σταγόνων κάθε φορά, όπως π.χ. κοινά οξέα (υδροχλωρικό, θειικό ή νιτρικό οξύ), διαλύματα δεικτών (φαινολοφθαλεΐνη, ερυθρό του μεθυλίου) κ.λπ. Σε ορισμένα φιαλίδια, η κατά σταγόνες προσθήκη του αντιδραστηρίου επιτυγχάνεται χάρις στην εγκοπή που φέρει το ρυγχοειδές πώμα και ο λαιμός της φιάλης. Η εκροή υγρού από το φιαλίδιο είναι δυνατή μόνο στην περίπτωση που η εγκοπή του πώματος συμπέσει απόλυτα με την εγκοπή του λαιμού του φιαλιδίου.

Για υγρά που είναι ευαίσθητα στο φως, χρησιμοποιούνται σταγονομετρικά φιαλίδια με σκούρο χρώμα.

13. Σφαιρικές φιάλες: Τις χρησιμοποιούμε κυρίως ως δοχεία αντιδράσεων. Υπάρχουν σε πολλά μεγέθη, ως ευρύλαιμες ή στενόλαιμες, συνήθως με εσμύρισμα. Συχνά, για πειράματα με ενδιάμεσες ή ταυτόχρονες διεργασίες, όπως μηχανική ανάδευση, διαβίβαση αερίου, εφαρμογή κενού, προσθήκη αντιδραστηρίου κατά σταγόνες κ.λπ., απαιτούνται πολύλαιμες φιάλες (δίλαιμες, τρίλαιμες κ.ο.κ.), με πλάγιους ή κάθετους λαιμούς.

14. Ύαλοι ωρολογίου: Είναι διαφόρων διαμέτρων με σφαιρικό πυθμένα. Χρησιμοποιούνται για να καλύπτουν κάψες και ποτήρια ζέσεως, για την παραλαβή και ζύγιση μη υγροσκοπικών ουσιών, καθώς και για την εκτέλεση σταγονοδοκίμασιών.

15. Φιάλη διηθήσεως με κενό: Μοιάζει με τη φιάλη Erlenmeyer. Επιπλέον φέρνει πλευρικό σωλήνα και το τοίχωμά της είναι παχύ για να αντέχει στις διαφορές πίεσεως. Χρησιμοποιείται για διηθήσεις υπό ελαττωμένη πίεση στην υδραντλία κενού και σε συνδυασμό με τον ηθμό Büchner ή με το χωνευτήριο διηθήσεως (βλ. και Σχήμα 2.6).

16. Φιαλίδια ζυγίσεως: Είναι γυάλινα δοχεία με εσμυρισμένο πώμα, υψηλού ή χαμηλού τύπου και χωρητικότητας 10 έως 100 mL. Τα χρησιμοποιούμε κυρίως για τη ζύγιση, αλλά και την αποθήκευση υγροσκοπικών ουσιών ή ουσιών που απορροφούν διοξείδιο του άνθρακα από την ατμόσφαιρα, όπως είναι το NaOH, καθώς και ουσιών που εξαχνώνονται εύκολα, όπως π.χ. το ιώδιο.

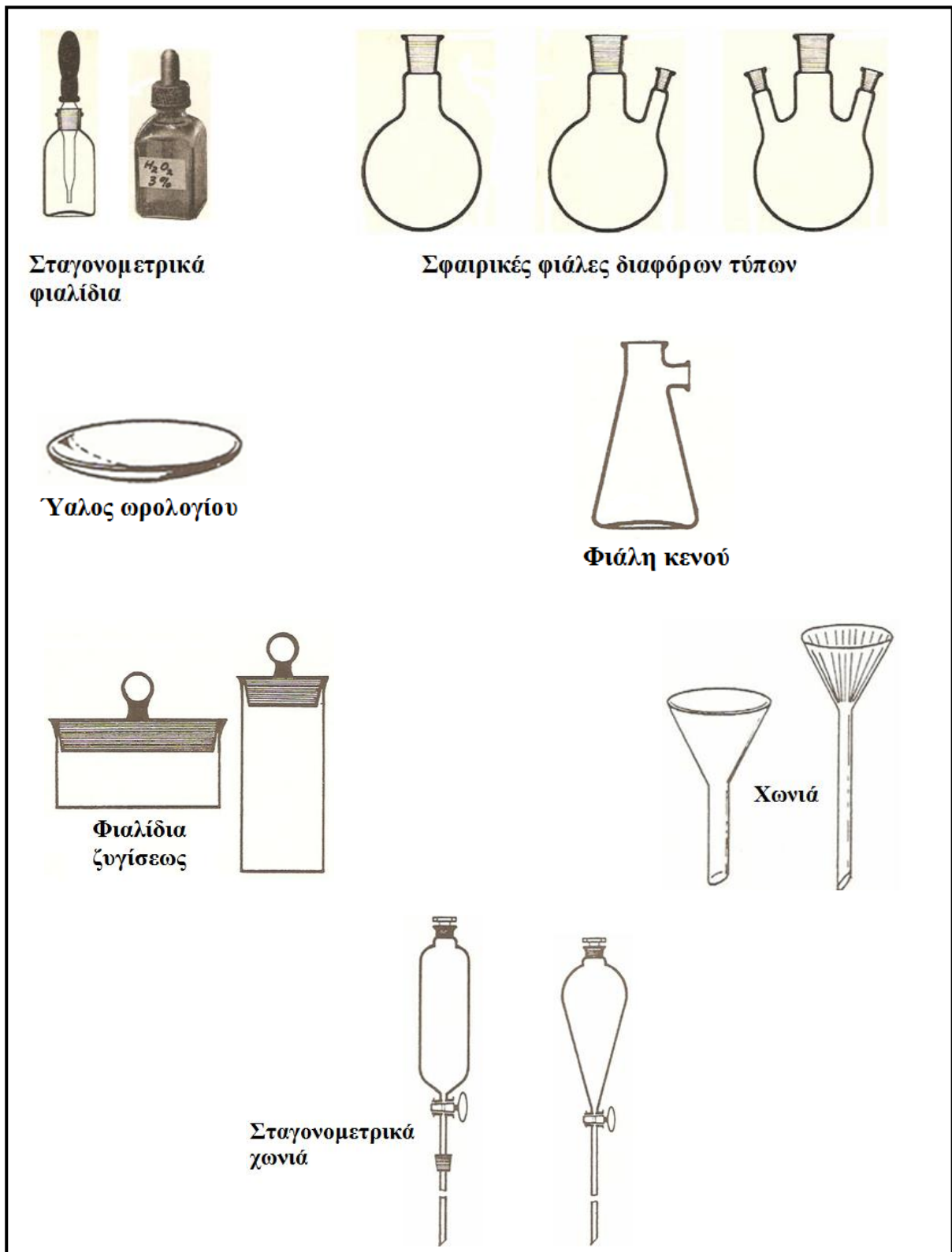
Για ακριβείς ζυγίσεις, τα φιαλίδια δεν πρέπει να κρατιούνται απευθείας με τα δάκτυλα αλλά με μια διπλωμένη ταινία χαρτιού.

17. Χωνιά: Είναι κατασκευασμένα από γυαλί. Τα χρησιμοποιούμε για διηθήσεις, μεταγγίσεις υγρών, γέμισμα φιαλών, προχοϊδων κ.λπ. Υπάρχουν σε διάφορους τύπους και μεγέθη. Τα χωνιά ταχείας διηθήσεως είναι κατασκευασμένα από χονδρό γυαλί με ραβδώσεις και έχουν μακρύ στέλεχος.

Η μεγάλη ταχύτητα διηθήσεως οφείλεται στο ότι ο ηθμός κρέμεται ελεύθερα πάνω στις ραβδώσεις και το στέλεχος του χωνιού είναι συνήθως γεμάτο. Τα χωνιά από πλαστικό, με πολύ κοντό και ευρύ στέλεχος, είναι κατάλληλα για μεταφορά στερεών ουσιών.

18. Χωνιά σταγονομετρικά: Τα χωνιά αυτά είναι απαραίτητα σε περιπτώσεις που θέλουμε να προσθέσουμε ένα αντιδραστήριο ή ένα διάλυμα κατά σταγόνες. Υπάρχουν σε κυλινδρική και αποιοειδή μορφή. Για τέλεια εφαρμογή πάνω σε φιάλες αντιδράσεων, φέρουν στο κάτω μέρος εσμύρισμα.

Σταγονομετρικά χωνιά χρησιμοποιούμε και σε παρασκευαστικές εργασίες ως *διαχωριστικές χοάνες*, προκειμένου να διαχωρίσουμε δύο υγρά που δεν αναμιγνύονται.



Σχήμα 2.4 Συνήθη γυάλινα σκεύη χημικού εργαστηρίου

2.3 Άλλα απαραίτητα σκεύη και υλικά

1. Γουδί με γουδοχέρι: Το χρησιμοποιούμε για τη θραύση και το άλεσμα στερεών ουσιών. Κατασκευάζεται σε διάφορους τύπους από πορσελάνη ή αχάτη. Το γουδί από αχάτη χρησιμεύει για την άλεση και ανάμειξη στερεών δειγμάτων με KBr (παρασκευή δισκίων για τη λήψη φασμάτων υπερύθρου).

2. Θερμόμετρα: Τα χρησιμοποιούμε για τη μέτρηση θερμοκρασιών και είναι πολλών τύπων, ανάλογα προς τον σκοπό που θα εξυπηρετήσουν. Ένα κοινό θερμόμετρο αποτελείται από γυάλινο βολβό συνδεδεμένο με κλειστό βαθμονομημένο τριχοειδές αγγείο. Η λειτουργία των συνηθισμένων θερμομέτρων στηρίζεται πάνω στο φαινόμενο της διαστολής και συστολής των σωμάτων, δηλαδή της αύξησης ή ελάττωσης του όγκου των σωμάτων, όταν αυτά θερμαίνονται ή ψύχονται. Η στάθμη του υγρού ανέρχεται στο εσωτερικό του τριχοειδούς, όταν αυξάνεται η θερμοκρασία του βολβού, διότι ο υδράργυρος διαστέλλεται περισσότερο από το γυαλί που τον περιέχει. Το σημείο πήξης του Hg, που είναι -39°C , προσδιορίζει το κάτω όριο λειτουργίας του υδραργυρικού θερμομέτρου.

Ένα θερμόμετρο χαμηλών θερμοκρασιών περιέχει στη θέση του υδραργύρου κάποιο χρωματισμένο οργανικό υγρό, όπως αιθυλική αλκοόλη, για θερμοκρασίες μέχρι -80°C , ή πεντάνιο, για θερμοκρασίες μέχρι τους -200°C .

3. Κάψες εξάτμισης: Είναι κατασκευασμένες από πορσελάνη ή γυαλί και χρησιμοποιούνται για την εξάτμιση ενός διαλύματος ή τη συμπύκνωσή του. Για να τις θερμάνουμε, τις τοποθετούμε πάνω σε πλέγμα αμιάντου, υδρόλουτρο ή αμμόλουτρο.

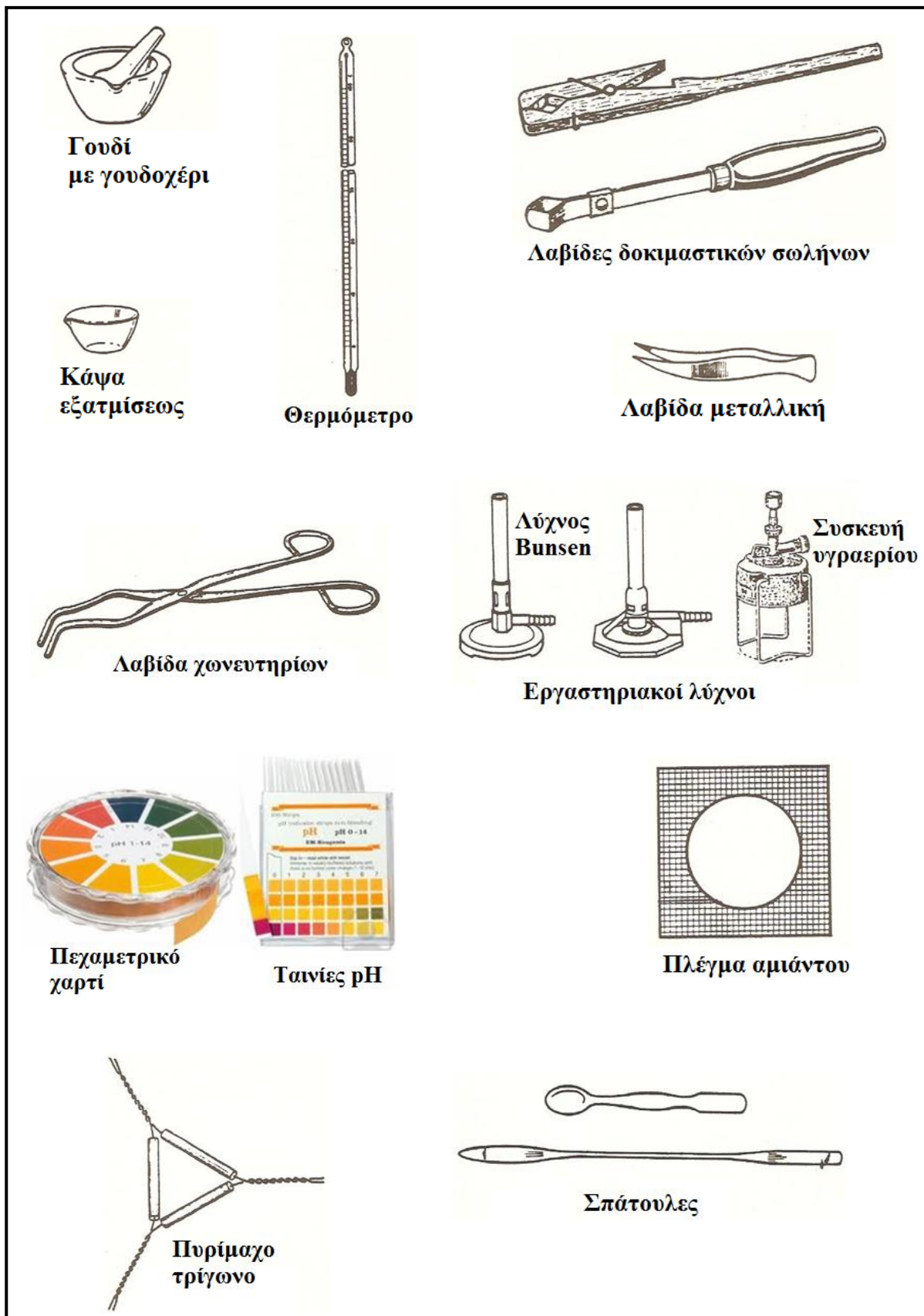
4. Λαβίδα δοκιμαστικών σωλήνων: Αυτή είναι ξύλινη ή μεταλλική και χρησιμεύει για το κράτημα των δοκιμαστικών σωλήνων, όταν τους θερμαίνουμε είτε σε υδρόλουτρο είτε σε γυμνή φλόγα.

5. Λαβίδα μεταλλική: Λέγεται και ιατρική λαβίδα. Στην απλούστερη μορφή της αποτελείται από δύο σκέλη ενωμένα κατά το ένα άκρο, που μπορούν να συλλάβουν και να συγκρατήσουν ένα αντικείμενο μεταξύ των δύο ελεύθερων άκρων της. Το βοηθητικό αυτό όργανο θεωρείται απαραίτητο για κάθε καθαρή δουλειά στο εργαστήριο. Για να μην προσβάλλεται από διαβρωτικούς ατμούς και υγρά, είναι επικαλυμμένη με νικέλιο ή χρώμιο.

6. Λαβίδα χωνευτηρίων: Τη χρησιμοποιούμε για τη μεταφορά χωνευτηρίων από και προς τους φούρνους πυρώσεως. Είναι κατασκευασμένη από καθαρό νικέλιο ή σίδηρο επινικελωμένο ή επιχρωμιωμένο. Έχει μακριά σκέλη με γυριστά άκρα για διευκόλυνση της σύλληψης των χωνευτηρίων.

7. Λύχνος: Ο λύχνος Bunsen είναι ο βασικός τύπος όλων των εργαστηριακών λύχνων (βλ. και Σχήμα 3.1). Το καύσιμο αέριο είναι υγραέριο, φωταέριο ή φυσικό αέριο, το οποίο αναμιγνύεται με τον αέρα και καίγεται. Η παροχή του καυσίμου αερίου ρυθμίζεται συνήθως με τη βίδα που βρίσκεται απέναντι ή κάτω από τον σωλήνα εισόδου του αερίου. Ο αέρας που απαιτείται για την καύση εισέρχεται από πλευρικές οπές των οποίων το άνοιγμα ρυθμίζεται από έναν κινητό δακτύλιο. Η γνώση των διαφόρων περιοχών της φλόγας είναι πολύ χρήσιμη στη διεξαγωγή πυροχημικών αντιδράσεων.

Όπου δεν υπάρχει δίκτυο παροχής φωταερίου ή φυσικού αερίου χρησιμοποιούμε συνήθως τον λύχνο υγραερίου, το γνωστό μας «γκαζάκι» (camping gas). Το υγραέριο, που είναι προπάνιο ή βουτάνιο υπό πίεση, κυκλοφορεί στο εμπόριο σε φιαλίδια μιας χρήσεως, τα οποία προσαρμόζονται κατάλληλα στη βάση του λύχνου.



Σχήμα 2.5 Συνήθη βοηθητικά σκεύη και υλικά χημικού εργαστηρίου

8. Πεχαμετρικό χαρτί: Είναι ένα ειδικό απορροφητικό χαρτί διαποτισμένο με μίγμα δεικτών και χρησιμοποιείται για τον κατά προσέγγιση προσδιορισμό του pH ενός διαλύματος. Με τη βοήθεια μιας γυάλινης ράβδου, φέρουμε μια σταγόνα από το υπό εξέταση διάλυμα πάνω σε ένα μικρό κομμάτι πεχαμετρικού χαρτιού και συγκρίνουμε το χρώμα που αποκτά το χαρτί με τα χρώματα που δείχνει το ρολό συσκευασίας του χαρτιού. Σε κάθε χρώμα αντιστοιχεί μια τιμή pH από 1 έως 14. Για να μην αλλοιώνονται τα χρώματα, θα πρέπει τα δάκτυλά μας που πιάνουν το χαρτί να είναι τελείως στεγνά. Αντί του «κλασικού» πεχαμετρικού χαρτιού, χρησιμοποιούνται και ταινίες μιας χρήσεως, ανάλογες εκείνων που χρησιμοποιούν οι διαβητικοί για τη μέτρηση του επιπέδου του σακχάρου.

9. Πλέγμα αμιάντου: Πρόκειται για μεταλλικό πλέγμα, το οποίο φέρνει στο μέσον του έναν κυκλικό δίσκο αμιάντου για να μην καίγεται. Τοποθετείται πάνω σε τρίποδες ή σε δακτυλίου και χρησιμεύει ως βάση για την απόθεση ποτηριών ζέσεως, κωνικών φιαλών κ.λπ., όταν αυτά πρόκειται να θερμανθούν. Χάρη σ' αυτό, αποτρέπεται η απευθείας επαφή του θερμαινόμενου σκεύους με τη φλόγα και ο κίνδυνος θραύσης του σκεύους. Επίσης, διευκολύνεται η μεταφορά θερμότητας σε μια μεγαλύτερη επιφάνεια.

10. Πυρίμαχο τρίγωνο: Το πυρίμαχο υλικό είναι άργιλος. Το τρίγωνο το τοποθετούμε πάνω στον τρίποδα ή τον μεταλλικό δακτύλιο για τη στήριξη χωνευτηρίων κατά την πύρωση ιζημάτων. Υπάρχει σε διάφορα μεγέθη, ανάλογα με τη διάμετρο των χωνευτηρίων.

11. Σπάτουλες: Είναι κατασκευασμένες από ανοξείδωτο χάλυβα, νικέλιο, πλαστικό κ.λπ. και υπάρχουν σε διάφορα μεγέθη και σχήματα. Τις χρησιμοποιούμε για τη λήψη στερεών ουσιών από τα δοχεία των αντιδραστηρίων και πρέπει να τις διατηρούμε σε πολύ καθαρή κατάσταση. Για διευκόλυνση της λήψης στερεών ουσιών, το ένα άκρο τους μπορεί να είναι διαμορφωμένο σε κοχλιάριο (κουταλάκι).

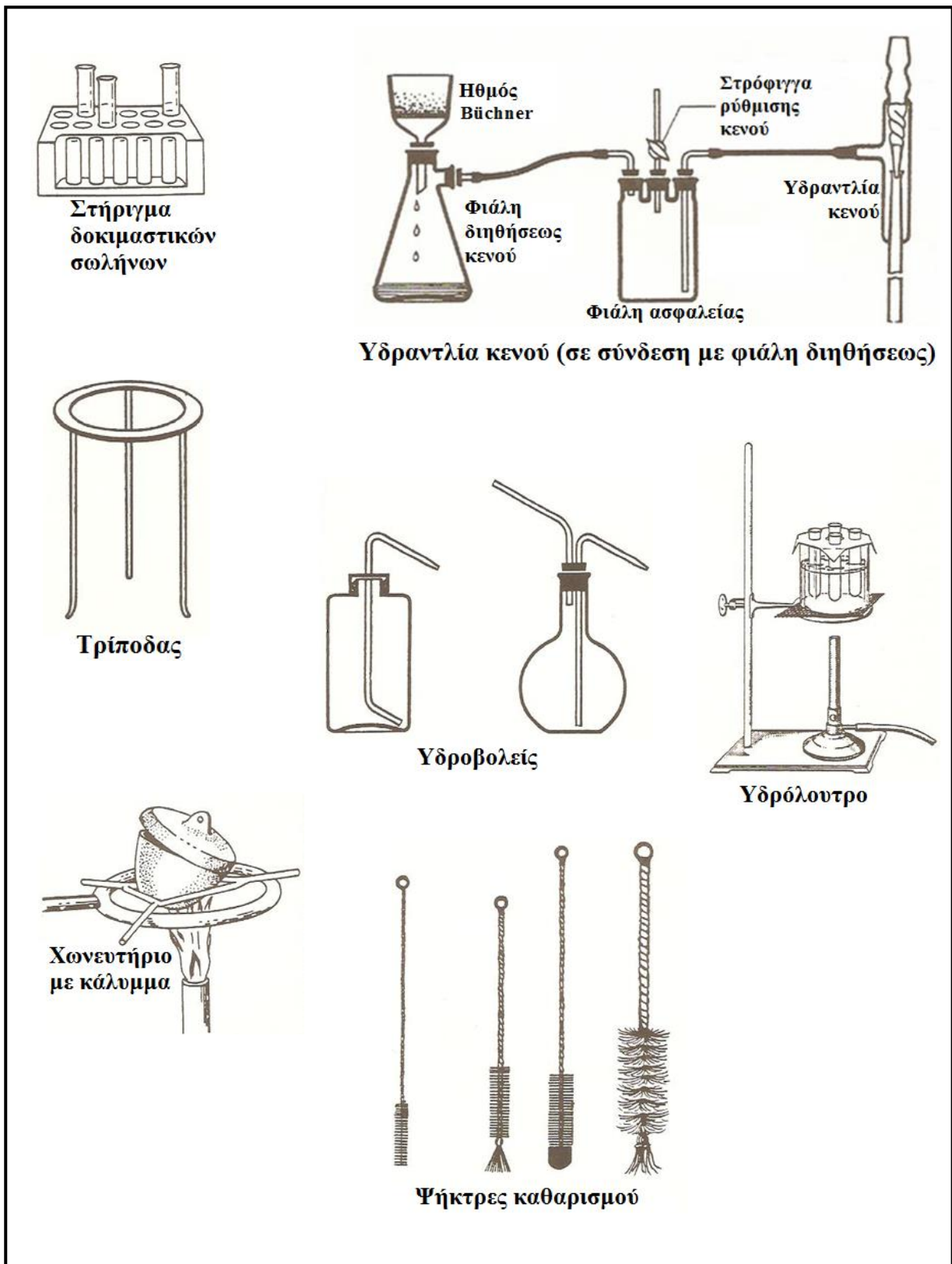
12. Στήριγμα δοκιμαστικών σωλήνων: Είναι μεταλλικό ή πλαστικό και χρησιμεύει για τη στήριξη των δοκιμαστικών σωλήνων. Συνήθως, μπορούμε να τοποθετήσουμε 12 ή 24 δοκιμαστικούς σωλήνες σε δύο ή τρεις σειρές.

13. Τρίποδας: Είναι μεταλλικός. Το ύψος και η διάμετρος του δακτυλίου του ποικίλλουν. Ο τρίποδας είναι απαραίτητος για τη θέρμανση διαλυμάτων και την πύρωση χωνευτηρίων με τον λύχνο Bunsen. Πάνω στον τρίποδα τοποθετούμε το πλέγμα αμιάντου ή το πυρίμαχο τρίγωνο.

14. Υδραντλία κενού: Κατασκευάζεται από γυαλί, πλαστικό ή μέταλλο. Χρησιμοποιείται για τη δημιουργία κενού, δηλαδή ελαττωμένης πίεσης, σε διεργασίες διήθησης και ξήρανσης ιζημάτων, εξαχνώσεις, αποστάξεις κ.λπ. Για να λειτουργήσει καλά η υδραντλία, θα πρέπει η πίεση του νερού του δικτύου να είναι τουλάχιστον 2 ατμόσφαιρες. Τότε, το κενό που επιτυγχάνεται με την υδραντλία κενού κυμαίνεται από 10 – 20 mmHg.

Αρχή λειτουργίας: Σε μια τέτοια αντλία, το νερό περνά με μεγάλη ταχύτητα από το στενό ακροφύσιο του βασικού σωλήνα. Ο δεύτερος σωλήνας που περιβάλλει τον πρώτο, έχει ένα στένωμα ακριβώς στο ύψος του ακροφυσίου. Κατά το νόμο του Bernulli, η πίεση στο στένωμα είναι ελαττωμένη σε σχέση με την πίεση στο ελεύθερο στόμιο. Η ελαττωμένη πίεση προκαλεί ροή του αέρα, ο οποίος περιέχεται στο χώρο που θέλουμε να κενώσουμε. Ο αέρας αυτός παρασύρεται από το νερό.

Ανάμεσα στην υδραντλία κενού και στη συσκευή που πρόκειται να κενωθεί, παρεμβάλλεται μια φιάλη ασφαλείας (φιάλη Woulff). Αυτή έχει σκοπό να αποτρέψει τον κίνδυνο εισόδου νερού στη συσκευή. Η είσοδος νερού μπορεί να προκληθεί από αιφνίδια ελάττωση της πίεσης του νερού ή από λανθασμένη διακοπή του κενού. Γι' αυτό, η παροχή του νερού διακόπτεται, αφού προηγουμένως ανοιχθεί η στρόφιγγα της φιάλης ασφαλείας.



Σχήμα 2.6 Συνήθη όργανα, υλικά και συσκευές χημικού εργαστηρίου

15. Υδροβολέας: Κατασκευάζεται συνήθως από πολυαιθυλένιο και χρησιμοποιείται κυρίως ως αποθεματική φιάλη για απεσταγμένο ή απιοντισμένο νερό. Μπορούμε βέβαια να τον χρησιμοποιήσουμε και για άλλα υγρά, όπως ακετόνη, αιθυλική αλκοόλη κ.λπ. Σε μια τέτοια περίπτωση όμως θα πρέπει να γράψουμε ανεξίτηλα πάνω στη φιάλη το περιεχόμενό της.

16. Υδρόλουτρο: Πρόκειται για ένα δοχείο (συνήθως ποτήρι ζέσεως των 400 mL), μέσα στο οποίο θερμαίνεται νερό. Χρησιμοποιείται για τη θέρμανση υδατικών διαλυμάτων σε θερμοκρασίες μέχρι 100°C, καθώς και για μια βραδεία και ομαλή εξάτμιση διαλυμάτων. Αν η εξάτμιση συνοδεύεται από έκλυση επιβλαβών ή δύσοσμων αερίων, τότε αυτή εκτελείται σε απαγωγό.

17. Χωνευτήρια: Αυτά τα χρησιμοποιούμε στην ποσοτική ανάλυση, κυρίως για την πύρωση οξειών, αλλά και για την ξήρανση και απανθράκωση ηθμών. Οι πυρώσεις σε θερμοκρασία 500 έως 1000°C γίνονται σε χωνευτήρια από πορσελάνη, ενώ για υψηλότερες θερμοκρασίες χρησιμοποιούνται χωνευτήρια από λευκόχρυσο. Το κάλυμμα, ανάλογα με το στάδιο της πύρωσης, καλύπτει πλήρως ή εν μέρει το χωνευτήριο.

18. Χωνί ή ηθμός Büchner: Είναι κατασκευασμένος από πορσελάνη. Τον χρησιμοποιούμε για παρασκευαστικούς σκοπούς στη διήθηση κρυσταλλικών ιζημάτων. Στον διάτρητο πυθμένα του τοποθετούμε ένα κυκλικό διηθητικό χαρτί, το οποίο το διαβρέχουμε για να εφαρμόσει τέλεια. Τον ηθμό Büchner τον προσαρμόζουμε σε μια ειδική φιάλη με παχύ τοίχωμα, τη φιάλη κενού (Σχήμα 2.6). Επιταχύνουμε τη διήθηση εφαρμόζοντας υποπίεση που δημιουργούμε με υδραντλία κενού.

19. Ψήκτρες καθαρισμού: Χρησιμοποιούνται για τον καθαρισμό των γυάλινων σκευών. Το κάτω μέρος της ψήκτρας πρέπει πάντοτε να είναι καλυμμένο και μαλακό, για να μην υπάρχει κίνδυνος γδαρσίματος, ραγίσματος ή θραύσεως των γυάλινων σκευών κατά τον καθαρισμό τους.

2.4 Ηλεκτρικές συσκευές

1. Αγωγιμόμετρο: Είναι το όργανο με το οποίο προσδιορίζεται η ηλεκτρική αγωγιμότητα ενός διαλύματος. Προς αποφυγή ηλεκτρολυτικής διασπάσεως, οι μετρήσεις αγωγιμότητας γίνονται με εναλλασσόμενο ρεύμα. Η πιο κοινή μονάδα μέτρησης της αγωγιμότητας είναι το Siemens/cm (S/cm), με υποδιαρέσεις: το microsiemens/cm ($\mu\text{S/cm}$) ίσο με 10^{-6} S/cm και το millisiemens/cm (mS/cm) ίσο με 10^{-3} S/cm. Η αυτόματη ρύθμιση της θερμοκρασίας επιτρέπει μεγάλη ακρίβεια μετρήσεων.

Για τη σωστή λειτουργία του οργάνου, ακολουθούμε πιστά τις οδηγίες χρήσεως και συντήρησης που αναφέρει ο κατασκευαστής.

2. Ζυγός: Είναι το όργανο με το οποίο προσδιορίζουμε τη μάζα ενός σώματος. Κύρια χαρακτηριστικά των ζυγών είναι: η *μέγιστη φόρτιση* (σε g), η *ευαισθησία* (σε υποδιαρέσεις κλίμακας ανά mg) και η *ακρίβεια ανάγνωσης* (σε mg). Στα εργαστήρια χημείας χρησιμοποιούνται σήμερα, κατά βάση, δύο είδη ζυγών, ο ηλεκτρονικός ζυγός ακριβείας και ο αναλυτικός ηλεκτρονικός ζυγός.

Ηλεκτρονικός ζυγός ακριβείας: Συνήθως πρόκειται για ψηφιακό ζυγό, με μία ή δύο περιοχές ζύγισης (π.χ. η πρώτη περιοχή μέχρι 300 g και η δεύτερη περιοχή μέχρι 3000 g). Η ακρίβεια ανάγνωσης κυμαίνεται από 0,1 μέχρι 0,001 g (100 έως 1 mg). Η ακρίβεια ανάγνωσης είναι αντιστρόφως ανάλογη προς τη μέγιστη φόρτιση. Έτσι, ένας ζυγός με ακρίβεια ανάγνωσης 0,1 g μπορεί να έχει μέγιστη φόρτιση μέχρι και 5000 g, ενώ ένας ζυγός με ακρίβεια ανάγνωσης 0,001 g έχει συνήθως μέγιστη φόρτιση μέχρι και 150 g. Η ζύγιση με έναν τέτοιο ζυγό είναι πολύ απλή και ταχύτατη: μετά τον μηδενισμό της ένδειξης του ζυγού, τοποθετούμε το προς ζύγιση αντικείμενο πάνω στον δίσκο του ζυγού και διαβάζουμε τη φωτεινή ένδειξη της μάζας.

Αναλυτικός ηλεκτρονικός ζυγός: Αποτελεί το βασικό και ακριβέστερο όργανο ενός εργαστηρίου ποσοτικής ανάλυσης, με ακρίβεια ζύγισης που φθάνει συνήθως το 0,0001 g (0,1 mg). Είναι ταχύς, απλός στη χρήση του και πολύ ακριβής στη ζύγιση. Για να ζυγίσουμε ένα αντικείμενο, μηδενίζουμε τον ζυγό πατώντας το σχετικό πλήκτρο, τοποθετούμε το αντικείμενο που θέλουμε να ζυγίσουμε πάνω στον δίσκο του ζυγού, κλείνουμε τις θύρες του θαλάμου και διαβάζουμε τη φωτεινή ένδειξη της μάζας. Οι συρόμενες θύρες του γυάλινου θαλάμου έχουν σκοπό να προφυλάγουν τον ζυγό από τη σκόνη και να μην επιτρέπουν να επηρεάζεται η ζύγιση από ρεύματα αέρος.

Περισσότερα περί ζυγών, βλ. ΜΕΤΡΗΣΗ ΜΑΖΑΣ, Ενότητα 3.3.

3. Μαγνητικός αναδευτήρας: Πρόκειται για μια ηλεκτρική συσκευή που επιτρέπει, ταυτόχρονα, θέρμανση και ανάδευση υγρών τα οποία βρίσκονται σε δοχείο πάνω στη θερμαντική πλάκα της συσκευής. Με το κουμπί δεξιά (HEAT) ρυθμίζουμε τη θερμοκρασία (μέχρι τους 250 ή 300°C). Κάτω από τη θερμαντική πλάκα υπάρχει ένας ισχυρός μαγνήτης. Με το κουμπί αριστερά (STIR) ρυθμίζουμε την ταχύτητα περιστροφής του μαγνήτη (μέχρι 1400 – 1500 στροφές ανά λεπτό). Την περιστροφή αυτού του μαγνήτη, παρακολουθεί ένα μαγνητικό ραβδάκι που βρίσκεται μέσα στη φιάλη αντίδρασης και το οποίο, με την περιστροφή του, αναδεύει το περιεχόμενο της φιάλης. Μαγνητικά ραβδάκια ανάδευσης υπάρχουν σε διάφορα μεγέθη και σχήματα. Είναι επενδυμένα με τεφλόν, ένα πολύ αδρανές υλικό, προκειμένου να μην έχουμε την παραμικρή πιθανότητα αντίδρασής τους με το υγρό που αναδευούμε.

Για να ανελκύσουμε τα ραβδάκια ανάδευσης από ένα διάλυμα, βυθίζουμε σε αυτό τη *ράβδο ανέλκυσης*. Η ράβδος αυτή, μήκους 25-40 cm, επενδυμένη με τεφλόν, έχει το ένα άκρο της μαγνητικό, με αποτέλεσμα το ραβδάκι να «κολλάει» επάνω της και να ανασύρεται εύκολα από το δοχείο αντίδρασης. Επιπλέον, η ράβδος ανέλκυσης είναι ευλύγιστη για να μπορεί να εισέρχεται και σε πολύπλοκες συσκευές.

4. Πεχάμετρο: Ονομάζεται η συσκευή που χρησιμοποιείται για την ακριβή και ταχεία μέτρηση του pH ενός διαλύματος. Η λειτουργία του πεχαμέτρου στηρίζεται στο γεγονός ότι το δυναμικό του ηλεκτροδίου του υδρογόνου E είναι ευθέως ανάλογο προς το pH. Συγκεκριμένα, για τους 25°C ισχύει η σχέση

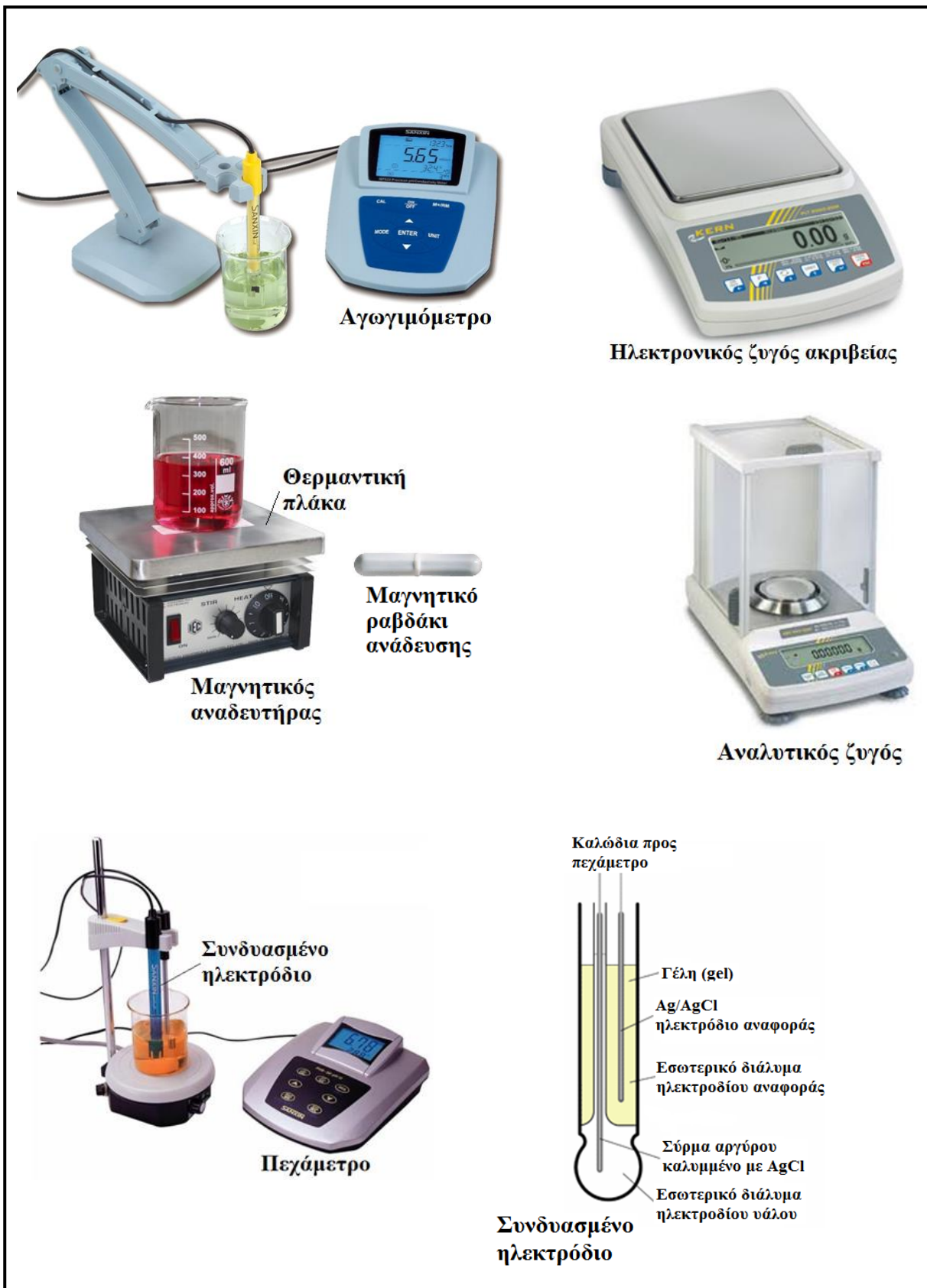
$$E = (59,2 \text{ mV}) \times \text{pH}$$

Δηλαδή, ενώ στην πραγματικότητα ένα πεχάμετρο μετρά διαφορά δυναμικού, η κλίμακά του είναι βαθμονομημένη έτσι ώστε να δίνει απευθείας το pH.

Το πεχάμετρο είναι συνδεδεμένο με ένα ηλεκτρόδιο ευαίσθητο στις μεταβολές του pH (ηλεκτρόδιο υάλου) και με ένα ηλεκτρόδιο αναφοράς. Το ηλεκτρόδιο υάλου αποτελείται από σύρμα αργύρου επενδυμένου με AgCl και είναι εμβαπτισμένο σε διάλυμα HCl που βρίσκεται μέσα σε ειδική γυάλινη μεμβράνη σχήματος βολβού. Το ηλεκτρόδιο αναφοράς είναι καλομέλανας (Hg/Hg₂Cl₂) ή Ag/AgCl/KCl (κορεσμένο διάλυμα). Στα περισσότερα πεχάμετρα, τα δύο ηλεκτρόδια συνδυάζονται σε ένα στέλεχος, το οποίο ονομάζεται *συνδυασμένο ηλεκτρόδιο*.

Για τη μέτρηση του pH, εμβαπτίζουμε το συνδυασμένο ηλεκτρόδιο στο υδατικό διάλυμα του οποίου την τιμή pH θέλουμε να προσδιορίσουμε και ακολούθως διαβάζουμε την τιμή του pH στην οπτική ένδειξη (αναλογική ή ψηφιακή) του πεχαμέτρου. Το συνδυασμένο ηλεκτρόδιο επιτρέπει την μέτρηση του pH, χωρίς να αλλοιώνεται το εξεταζόμενο διάλυμα, ενώ δεν απαιτείται καμιά κατεργασία του. Ένα ιδιαίτερο πλεονέκτημα του συνδυασμένου ηλεκτροδίου είναι η δυνατότητα συνεχούς ελέγχου μιας διεργασίας, όταν κατ' αυτήν μεταβάλλεται το pH.

Το ηλεκτρόδιο είναι ευαίσθητο όργανο και θα πρέπει, για τη χρήση και τη συντήρησή του, να ακολουθούνται αυστηρά οι οδηγίες του κατασκευαστή.



Σχήμα 2.7 Ηλεκτρικές συσκευές χημικού εργαστηρίου



Σχήμα 2.8 Ηλεκτρικές συσκευές χημικού εργαστηρίου

5. Φούρνοι: Διακρίνονται σε φούρνους ξηράνσεως και σε φούρνους πυρώσεως. Οι *φούρνοι ξηράνσεως* ή αλλιώς *πυριατήρια* χρησιμοποιούνται για την ξήρανση ουσιών, το στέγνωμα γυάλινων οργάνων ή τη διατήρηση μιας ουσίας για αρκετό χρόνο σε κάποια σταθερή θερμοκρασία. Η θερμοκρασία μπορεί να ρυθμίζεται αυτόματα (συνήθως μέχρι 200°C). Οι *φούρνοι πυρώσεως* χρησιμοποιούνται στη σταθμική ανάλυση για την πύρωση χωνευτηρίων και ιζημάτων πριν τη ζύγιση. Επιτυγχάνουν θερμοκρασίες μέχρι 1200°C.

Στους φούρνους δεν τοποθετούμε ουσίες οι οποίες κατά τη θέρμανση ελευθερώνουν διαβρωτικούς ατμούς, ούτε ενώσεις του υδραργύρου, επειδή αυτές προσβάλλουν την εσωτερική επιφάνεια του φούρνου.

6. Φυγόκεντρος: Είναι ειδικό όργανο, με το οποίο επιτυγχάνουμε τον διαχωρισμό ενός ιζήματος από το μητρικό υγρό, δηλαδή το υγρό μέσα στο οποίο παράχθηκε το ίζημα. Με το κουμπί αριστερά ρυθμίζουμε την ταχύτητα περιστροφής και με το κουμπί δεξιά ρυθμίζουμε τον χρόνο φυγοκέντρωσης. Κύριο μέρος της φυγοκέντρου αποτελεί η περιστρεφόμενη κεφαλή με τους υποδοχείς των δειγμάτων. Λόγω της μεγάλης συχνότητας περιστροφής (1000 – 2000 στροφές/min), αυξάνει σημαντικά η δύναμη που ασκείται πάνω στα σωματίδια του ιζήματος, με αποτέλεσμα αυτά να καθιζάνουν ταχύτατα.

Για τη διαδικασία της φυγοκέντρωσης, βλ. Ενότητα 3.7 (ΦΥΓΟΚΕΝΤΡΩΣΗ ΚΑΙ ΔΙΗΘΗΣΗ).

3. Στοιχειώδεις εργαστηριακές τεχνικές

3.1 Θέρμανση – Πύρωση

Πηγές θερμότητας

Η ενέργεια, υπό τη μορφή της θερμότητας, απαιτείται σε ένα χημικό εργαστήριο, επειδή πολλές αντιδράσεις λαμβάνουν χώρα μόνο σε υψηλές θερμοκρασίες. Αλλά και κατά τον καθαρισμό ή τον διαχωρισμό μιας ουσίας από ένα μίγμα ουσιών με τη μέθοδο της απόσταξης ή της εξάχνωσης, καθώς και σε πολλές άλλες διεργασίες απαιτείται προσφορά θερμότητας. Το ποια πηγή θερμότητας (φυσικό αέριο, ηλεκτρικό ρεύμα, υδρατμός κ.λπ.) θα χρησιμοποιηθεί σε καθεμιά περίπτωση, εξαρτάται από τον εκάστοτε επιδιωκόμενο σκοπό, τις ουσίες που συμμετέχουν και τις επιθυμητές θερμοκρασίες.

Από τις πηγές θερμότητας που αναφέρθηκαν παραπάνω, το *φυσικό αέριο* (αποτελούμενο κυρίως από μεθάνιο) κατέχει ξεχωριστή θέση στο χημικό εργαστήριο. Σε εργαστήρια που δεν διαθέτουν δίκτυο παροχής φυσικού αερίου χρησιμοποιούνται φιάλες με υγραέριο. Τα *υγραέρια* αποτελούνται βασικά από προπάνιο ή βουτάνιο ή μίγμα προπανίου – βουτανίου. Η εύκολη υγροποίησή τους, παρά το γεγονός ότι είναι αέρια σε ατμοσφαιρική πίεση και θερμοκρασία δωματίου, επιτρέπει την απρόσκοπτη αποθήκευση, μεταφορά και την άνετη χρήση τους σε υγρή κατάσταση.

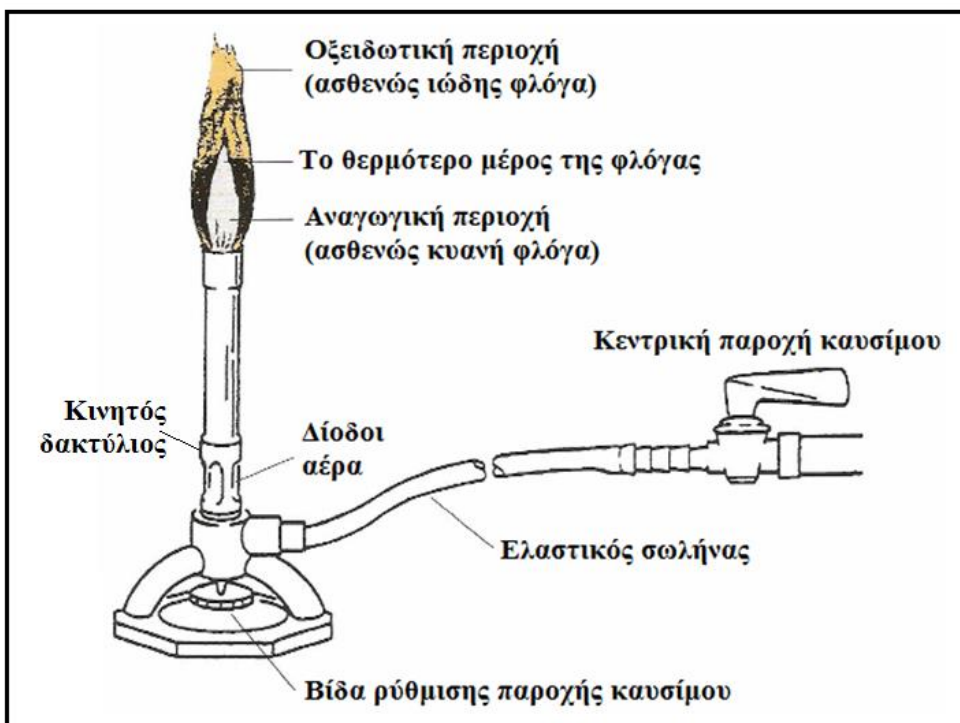
Το *ηλεκτρικό ρεύμα* αποτελεί επίσης σπουδαία πηγή θερμότητας, δεδομένου ότι πολλές θερμαντικές συσκευές, ιδιαίτερα απαραίτητες σε ένα χημικό εργαστήριο, λειτουργούν με ηλεκτρικό ρεύμα. Τέτοιες συσκευές είναι π.χ. *οι φούρνοι ξηράνσεως, οι θερμαντικές πλάκες και οι θερμαντικοί μανδύες*. Το βασικό πλεονέκτημα της ηλεκτρικής θέρμανσης είναι η εύκολη ρύθμιση της προσφερόμενης θερμότητας που γίνεται με τη βοήθεια θερμομέτρων επαφής και ηλεκτρονόμων (relais).

Η μετάδοση της θερμότητας μπορεί να είναι είτε άμεση (π.χ. με *εργαστηριακό λύχνο*), είτε έμμεση (π.χ. με *θερμαντικό λουτρό*, όπως *υδρόλουτρο, ελαιόλουτρο, ατμόλουτρο* κ.ο.κ.). Στη δεύτερη περίπτωση, η θέρμανση γίνεται ομοιόμορφα και επιπλέον ασφαλέστερα για εύφλεκτα υγρά.

Ο εργαστηριακός λύχνος

Ο εργαστηριακός λύχνος βρίσκεται στην πρώτη γραμμή του βασικού εξοπλισμού κάθε χημικού εργαστηρίου. Ο πρώτος εργαστηριακός λύχνος ανακαλύφθηκε από τον Robert Bunsen. Ο *λύχνος Bunsen* στη συνέχεια τροποποιήθηκε και βελτιώθηκε από άλλους ερευνητές (Tirrill, Meker, Fischer, Teclu κ.λπ.), κυρίως ως προς το σχήμα του στελέχους του και τον τρόπο εισαγωγής του αέρα. Όμως, η αρχή λειτουργίας παρέμεινε η ίδια: σε όλους τους λύχνους το καύσιμο αέριο αναμιγνύεται με τον αέρα και καίγεται.

Στον λύχνο Bunsen, η παροχή του καυσίμου αερίου ρυθμίζεται συνήθως με βίδα που βρίσκεται στη βάση του λύχνου ή απέναντι από τον σωλήνα εισόδου του αερίου. Ο αέρας που απαιτείται για την καύση εισέρχεται από πλευρικές οπές των οποίων το άνοιγμα ρυθμίζεται από έναν κινητό δακτύλιο (Σχήμα 3.1). Κλείνοντας την εισαγωγή του αέρα παράγεται μια *φωτιστική φλόγα*, οφειλόμενη στα διάπυρα σωματίδια άνθρακα. Ανοίγοντας την εισαγωγή του αέρα, η φλόγα εμφανίζεται με τη μορφή διπλού κώνου: ενός εξωτερικού, ασθενώς ιώδους χρώματος και ενός εσωτερικού, κυανής απόχρωσης (*μη φωτιστική φλόγα*). Η περιφέρεια του εξωτερικού κώνου, όπου η καύση είναι πλήρης και το οξυγόνο πλεονάζει, χαρακτηρίζεται ως *οξειδωτική φλόγα*. Αντίθετα, ο εσωτερικός κώνος, στον οποίον η καύση είναι ατελής και πλεονάζει το άκαυστο φυσικό αέριο, χαρακτηρίζεται ως *αναγωγική φλόγα*. Η θερμότερη περιοχή της φλόγας βρίσκεται στην κορυφή του εσωτερικού κώνου (Σχήμα 3.1).



Σχήμα 3.1 Ο λύχνος Bunsen

Η γνώση των διαφόρων περιοχών της φλόγας είναι πολύ χρήσιμη στη διεξαγωγή πυροχημικών αντιδράσεων. Τέτοιες αντιδράσεις χρησιμοποιούνται κυρίως κατά την προκαταρκτική εξέταση των ορυκτών, για τον έλεγχο της καθαρότητας ουσιών και γενικά στην ανίχνευση στοιχείων.

Αν ελαττώσουμε την εισαγωγή αερίου με τελείως ανοικτή την είσοδο αέρα, η φλόγα θα "αναρροφηθεί" και θα εμφανισθεί μια "χλωμή" και χωρίς "διάρθρωση" φλόγα, ενώ ταυτόχρονα θα γίνει αισθητή η παρουσία δύσσομων αερίων, λόγω της ατελούς καύσεως. Επίσης, ολόκληρος ο λύχνος θα θερμανθεί. Σε μια τέτοια περίπτωση, πρέπει να διακόψουμε αμέσως την παροχή καυσίμου και, πριν ανάψουμε πάλι τον λύχνο, να ελαττώσουμε την παροχή του αέρα. Με τον κοινό λύχνο Bunsen οι θερμοκρασίες που επιτυγχάνουμε (σε καλυμμένο χωνευτήριο λευκοχρύσου) δεν ξεπερνούν τους 700°C . Ανώτερες θερμοκρασίες (περίπου 1000°C) επιτυγχάνουμε με τον λύχνο Tirrill, ενώ για ακόμα υψηλότερες θερμοκρασίες χρησιμοποιούμε τους λύχνους Meeker και Teclu.

Παραλλαγή του λύχνου Bunsen αποτελούν και οι λύχνοι ή συσκευές υγραερίου (camping gas, Σχήμα 2.5). Το πλέγμα που υπάρχει στην κορυφή του στελέχους των λύχνων υγραερίου εμποδίζει την "αναρρόφηση" της φλόγας. Η τροφοδοσία των λύχνων αυτών γίνεται με ειδικά φιαλίδια υγραερίου μιας χρήσεως, τα οποία προσαρμόζονται κατάλληλα στη βάση του λύχνου. Προσοχή απαιτείται κατά την αντικατάσταση των φιαλιδίων, η οποία πρέπει να γίνεται σε χώρο καλά αεριζόμενο, ποτέ κοντά σε φλόγα και μόνο όταν αυτά είναι τελείως άδεια. Επίσης, πριν την τοποθέτηση του νέου φιαλιδίου ελέγχουμε αν το λαστιχάκι στεγανότητας βρίσκεται στη θέση του.

3.2 Ψύξη

Πολλά πειράματα σε ένα χημικό εργαστήριο, όπως η υγροποίηση και συλλογή πτητικών προϊόντων, η απομόνωση και μελέτη θερμικά ευαίσθητων ενώσεων, η διεξαγωγή ισχυρά εξώθερμων αντιδράσεων κ.ο.κ., απαιτούν χαμηλές θερμοκρασίες, δηλαδή ψύξη του χώρου γύρω από την πειραματική συσκευή.

Ως ψυκτικά μέσα για τον σκοπό αυτό χρησιμοποιούνται: ο αέρας, το νερό, ο πάγος, τα ψυκτικά μίγματα, ο ξηρός πάγος (στερεό CO₂ με θερμοκρασία εξαχνώσεως -78,5°C) και το υγρό άζωτο. Για επίτευξη θερμοκρασιών μέχρι -100°C, κατάλληλα είναι τα διάφορα ψυκτικά μίγματα, όπως δείχνει ο Πίνακας 3.1. Συχνά χρησιμοποιείται η μεθανόλη, η οποία μπορεί να ψυχθεί σε ψυκτικό μηχάνημα μέχρι -80°C. Για θερμοκρασίες κάτω των -100°C χρησιμοποιείται σχεδόν αποκλειστικά το υγρό άζωτο (σημείο ζέσεως -196°C).

Τα ψυκτικά μίγματα χρησιμοποιούνται σε συνδυασμό με συσκευές, όπως ψυκτήρες, ψυκτικές παγίδες και ψυκτικοί μανδύες.

Πίνακας 3.1 Ψυκτικά μίγματα και αντίστοιχες ελάχιστες θερμοκρασίες

| Ψυκτικό μίγμα | Επιτυγχανόμενη ελάχιστη θερμοκρασία (°C) |
|------------------------------------------|------------------------------------------|
| 3 Μέρη* πάγου + 1 μέρος NaCl | -20 |
| 1 Μέρος πάγου + 1 μέρος KNO ₃ | -30 |
| Ξηρός πάγος / μεθανόλη | -80 |
| Ξηρός πάγος / αιθανόλη | -80 |
| Ξηρός πάγος / ακετόνη | -87 |
| Ξηρός πάγος / αιθέρας | -95 |

*Για παράδειγμα: 60 g πάγου + 20 g NaCl

Οι ψυκτήρες ψύχονται με ψυκτικό μίγμα, μόνον όταν το σ.ζ. της ουσίας που θα υγροποιηθεί είναι μικρότερο των 40°C. Για ουσίες με σ.ζ. από 40–120°C οι ψυκτήρες ψύχονται με νερό, ενώ για ουσίες με σ.ζ. από 120–150°C ψυκτικό μέσο είναι ο αέρας.

Η ψύξη είναι τόσο μεγαλύτερη και αποτελεσματικότερη, όσο μεγαλύτερη είναι η ψυχόμενη επιφάνεια. Εξάλλου, για να αποφύγουμε τη διαρροή θερμότητας από το περιβάλλον, η οποία θα είχε ως αποτέλεσμα τη γρήγορη θέρμανση του ψυκτικού μέσου, το ψυχόμενο δοχείο περιβάλλεται από δυσθερμαγωγό σώμα (αφρώδες πλαστικό, φελλό κ.λπ.).

Διαρκής και αποτελεσματική μόνωση επιτυγχάνεται με τη χρησιμοποίηση των δοχείων Dewar (ανάλογα των γνωστών δοχείων Thermos). Τέτοια δοχεία απαιτούνται επίσης για τη φύλαξη του ξηρού πάγου και του υγρού αζώτου. Για τη διατήρηση στερεών και υγρών ουσιών για σχετικά μεγάλο χρονικό διάστημα σε χαμηλή θερμοκρασία χρησιμοποιούνται ειδικά ψυγεία και καταψύκτες.

3.3 Μέτρηση μάζας

Η ποσότητα της ύλης καθενός αντικειμένου εκφράζεται από τη *μάζα* του. Η μάζα m ενός σώματος είναι σταθερή και ανεξάρτητη από την επιτάχυνση της βαρύτητας g , το γεωγραφικό πλάτος και το ύψος από την επιφάνεια της Γης. Στο σύστημα SI, η μάζα είναι θεμελιώδες μέγεθος με μονάδα μετρήσεως το χιλιόγραμμα (kg).

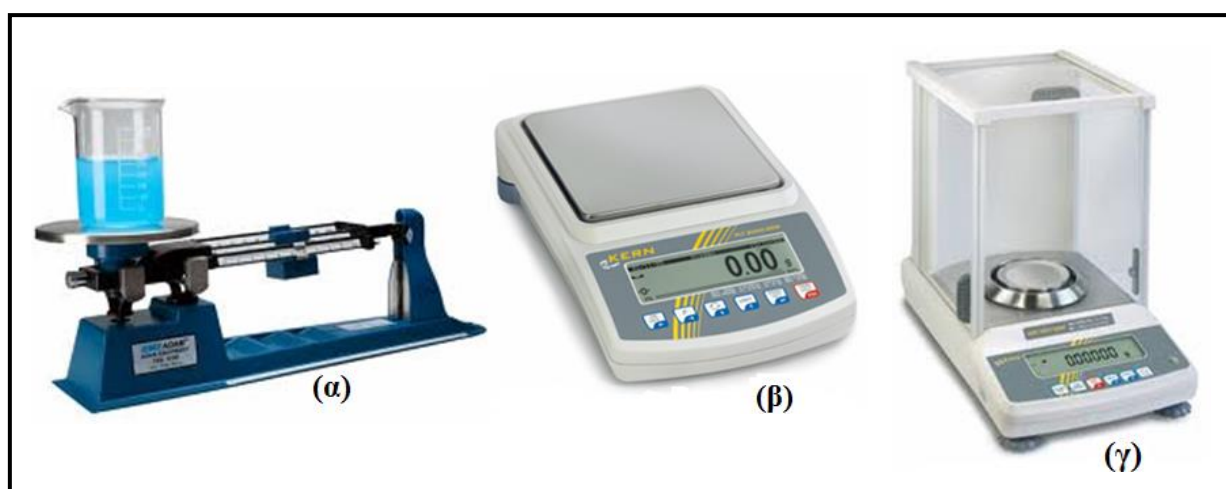
Η μάζα ενός σώματος δεν πρέπει να συγχέεται με το *βάρος* του σώματος W , το οποίο είναι η δύναμη με την οποία το σώμα έλκεται από τη Γη. Μάζα και βάρος συνδέονται μέσω της σχέσεως $W = m g$. Κατά συνέπεια, μονάδα βάρους στο σύστημα SI είναι η μονάδα δυνάμεως, δηλαδή το Newton, N ($1 \text{ N} = 1 \text{ kg m s}^{-2}$). Επειδή η Γη είναι κάπως εξογκωμένη στον ισημερινό, η επιτάχυνση της βαρύτητας g , άρα και το βάρος W ενός σώματος, θα μεταβάλλονται ελαφρά από τόπο σε τόπο. Η μάζα ενός σώματος μετρείται με όργανο, το οποίο ονομάζεται *ζυγός*. Η μέτρηση αυτή γίνεται με σύγκριση της μάζας του σώματος προς τη γνωστή μάζα σταθμών. Τα διάφορα είδη ζυγών που χρησιμοποιούμε στο εργαστήριο χαρακτηρίζονται από τη *μέγιστη φόρτιση* (σε g), την *ευαισθησία* (σε υποδιαιρέσεις κλίμακας ανά mg) και την *ακρίβεια ανάγνωσης* (σε g ή mg). Με αυξανόμενη μέγιστη φόρτιση, η ευαισθησία ενός ζυγού ελαττώνεται σημαντικά.

Στο Σχήμα 3.2 απεικονίζονται μερικοί σύγχρονοι τύποι εργαστηριακών ζυγών. Ο μηχανικός ζυγός με τρεις βραχίονες (triple-beam balance) χρησιμοποιείται για τον προσδιορισμό μαζών με ακρίβεια ανάγνωσης περίπου $\pm 0,01$ g. Ο ηλεκτρονικός ζυγός είναι όργανο που χρησιμοποιεί έναν ηλεκτρομαγνήτη για την ισοστάθμιση του φορτίου το οποίο βρίσκεται πάνω στον δίσκο. Ο ηλεκτρονικός φαρμακευτικός ζυγός (top-loading balance), μπορεί να διαθέτει δύο περιοχές ζυγίσεως (π.χ. 300 g και 3.000 g). Για τη μικρότερη περιοχή η ακρίβεια ανάγνωσης είναι μεγαλύτερη (π.χ. για την περιοχή 300 g, ακρίβεια ανάγνωσης $\pm 0,01$ g, ενώ για την περιοχή 3.000 g, ακρίβεια ανάγνωσης $\pm 0,1$ g). Ο ηλεκτρονικός αναλυτικός ζυγός είναι το βασικό και ακριβέστερο όργανο ενός εργαστηρίου ποσοτικής αναλύσεως και μπορεί να χρησιμοποιηθεί για να προσδιορίσουμε μάζες με ακρίβεια ανάγνωσης μέχρι $\pm 0,0001$ g.

Η ζύγιση με ηλεκτρονικό ζυγό είναι πολύ απλή και ταχύτατη: Αφού θέσουμε τον ζυγό σε λειτουργία και πάρουμε την ένδειξη του μηδενός, τοποθετούμε το προς ζύγιση αντικείμενο πάνω στον δίσκο του ζυγού και διαβάζουμε τη φωτεινή ένδειξη της μάζας. Αν πρόκειται να ζυγίσουμε μια ουσία μέσα σε κάποιο δοχείο, τότε τοποθετούμε το κενό δοχείο πάνω στον δίσκο του ζυγού, πιάζουμε το πλήκτρο με την επιγραφή Tare (απόβαρο), και αφού μηδενισθεί η ένδειξη του ζυγού, προσθέτουμε την προς ζύγιση ουσία. Η νέα ένδειξη που θα έχουμε μετά την προσθήκη της ουσίας θα είναι η καθαρή μάζα της ουσίας.

Επειδή οι ηλεκτρονικοί αναλυτικοί ζυγοί είναι όργανα ευαίσθητα και πολύ ακριβά, θα πρέπει να τηρούμε ορισμένους γενικούς κανόνες ως προς τη χρήση τους.

- Πριν από τη ζύγιση, οφείλουμε να μελετήσουμε προσεκτικά τις οδηγίες χειρισμού του ζυγού, οι οποίες συνήθως βρίσκονται τοιχοκολλημένες πάνω από τη θέση του ζυγού.
- Πρέπει να προφυλάσσουμε τους ζυγούς από ρεύματα αέρα και από μηχανική καταπόνηση, όπως τραντάγματα και κτυπήματα.
- Ο ζυγός δεν πρέπει να είναι εκτεθειμένος σε σκόνη, υγρασία, καθώς και διαβρωτικά αέρια και ατμούς.
- Τα αντικείμενα που ζυγίζουμε πρέπει να είναι καθαρά και στεγνά και να έχουν τη θερμοκρασία του περιβάλλοντος. Χωνευτήρια που έχουμε πυρώσει σε υψηλές θερμοκρασίες, τα αφήνουμε να κρυώσουν μέσα σε ξηραντήρα, πριν τα ζυγίσουμε.
- Τα προς ζύγιση αντικείμενα τοποθετούνται, αν είναι δυνατόν, στο κέντρο του δίσκου του ζυγού.
- Ουσίες προς ζύγιση δεν τις τοποθετούμε ποτέ απευθείας πάνω στη μεταλλική επιφάνεια του δίσκου, αλλά σε ποτήρια ζέσεως, φιαλίδια ζυγίσεως, υάλους ωρολογίου ή πάνω σε ειδικό χαρτί.
- Σε περίπτωση που ο ζυγός χρειάζεται ρύθμιση, ή υποστεί βλάβη, ειδοποιούμε τον υπεύθυνο του εργαστηρίου.
- Διατηρούμε τον ζυγό και τον χώρο γύρω από τον ζυγό πάντοτε καθαρό.



Σχήμα 3.2 Τρεις τύποι εργαστηριακών ζυγών: (α) μηχανικός ζυγός με τρεις βραχίονες, (β) ηλεκτρονικός φαρμακευτικός ζυγός και (γ) ηλεκτρονικός αναλυτικός ζυγός

3.4 Μέτρηση όγκου

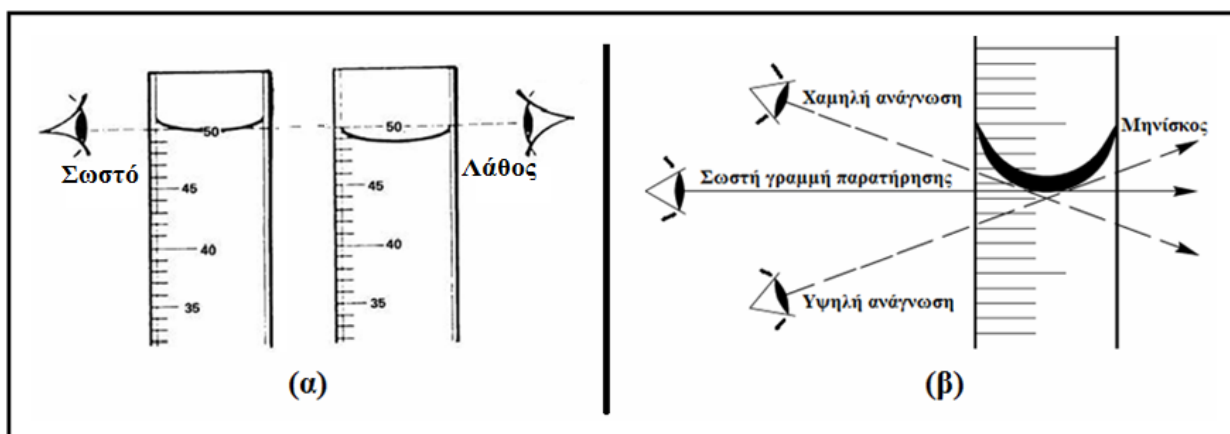
Γενικά

Την ποσότητα μιας ουσίας που απαιτείται σε μια χημική αντίδραση μπορούμε να την εκφράσουμε και δια του όγκου της, ιδιαίτερα μάλιστα όταν η ουσία είναι υγρή ή αέρια. Όγκος είναι το μέγεθος του χώρου που καταλαμβάνει ένα σώμα. Σε αντίθεση προς τη μάζα, ο όγκος V ενός σώματος εξαρτάται από τη θερμοκρασία και την πίεση. Στο σύστημα SI ο όγκος είναι παράγωγο φυσικό μέγεθος με μονάδα μετρήσεως το κυβικό μέτρο (m^3). Στη Χημεία όμως, ως μονάδες μετρήσεως όγκου χρησιμοποιούμε σχεδόν αποκλειστικά τα υποπολλαπλάσια του κυβικού μέτρου, λίτρο (L) και κυβικό εκατοστό (cm^3) ή χιλιοστόλιτρο (mL). Οι σχέσεις που συνδέουν τις μονάδες αυτές μεταξύ τους είναι

$$1 m^3 = 1.000 L \quad \text{και} \quad 1 L = 1.000 mL$$

Τα όργανα που χρησιμοποιούμε στο εργαστήριο για να μετρήσουμε τους όγκους υγρών χωρίζονται, ανάλογα με την ακρίβεια που παρέχουν, σε *όργανα προσεγγιστικά* (π.χ. ποτήρια ζέσεως, κωνικές φιάλες, ογκομετρικοί κύλινδροι) και *όργανα ακριβείας* (π.χ. ογκομετρικές φιάλες, σιφώνια, προχοϊδες, Σχήματα 2.2 και 2.3). Η βαθμονόμηση των ογκομετρικών οργάνων είναι τέτοια, ώστε αυτά να περιέχουν ή να παρέχουν καθορισμένο όγκο υγρού. Έτσι για παράδειγμα, οι ογκομετρικές φιάλες βαθμονομούνται να περιέχουν, ενώ οι προχοϊδες να παρέχουν. Η βαθμονόμηση αναφέρεται σε νερό καθορισμένης θερμοκρασίας (συνήθως $20^\circ C$), η οποία και αναγράφεται πάνω στο όργανο. Για να μετρήσουμε τον όγκο ενός υγρού με όργανο ακριβείας, προσδιορίζουμε τη θέση του *μηνίσκου*, δηλαδή της κοίλης επιφάνειας του υγρού σε σχέση προς τις βαθμονομημένες χαραγές που υπάρχουν πάνω στο γυαλί. Κατά την ανάγνωση, η χαραγή πρέπει να εφάπτεται με τον πυθμένα του μηνίσκου και ο οφθαλμός να βρίσκεται στο ύψος της χαραγής (Σχήμα 3.3). Σε έγχρωμα αδιαφανή υγρά (π.χ. διάλυμα $KMnO_4$), όπου ο πυθμένας του μηνίσκου δεν διακρίνεται, η ανάγνωση γίνεται σε σχέση με την κορυφή του μηνίσκου.

Βαθμονομημένα όργανα ακριβείας δεν τα ξηραίνουμε σε φούρνους, επειδή μπορεί να προκαλέσουμε μόνιμες μεταβολές στον όγκο τους. Για τον ίδιο λόγο, μέσα σε τέτοια όργανα δεν πρέπει να τοποθετούμε πολύ θερμά υγρά. Η ξήρανση των βαθμονομημένων οργάνων, μετά τον καθαρισμό και την τελική τους έκπλυση με απιοντισμένο νερό, γίνεται δια παραμονής στον αέρα, εφαρμογής κενού ή με διαδοχικές εκπλύσεις με μικρές ποσότητες ακετόνης.



Σχήμα 3.3 (α) Κατά την ανάγνωση του όγκου, η χαραγή πρέπει να εφάπτεται με τον πυθμένα του μηνίσκου και ο οφθαλμός να βρίσκεται στο ύψος της χαραγής.

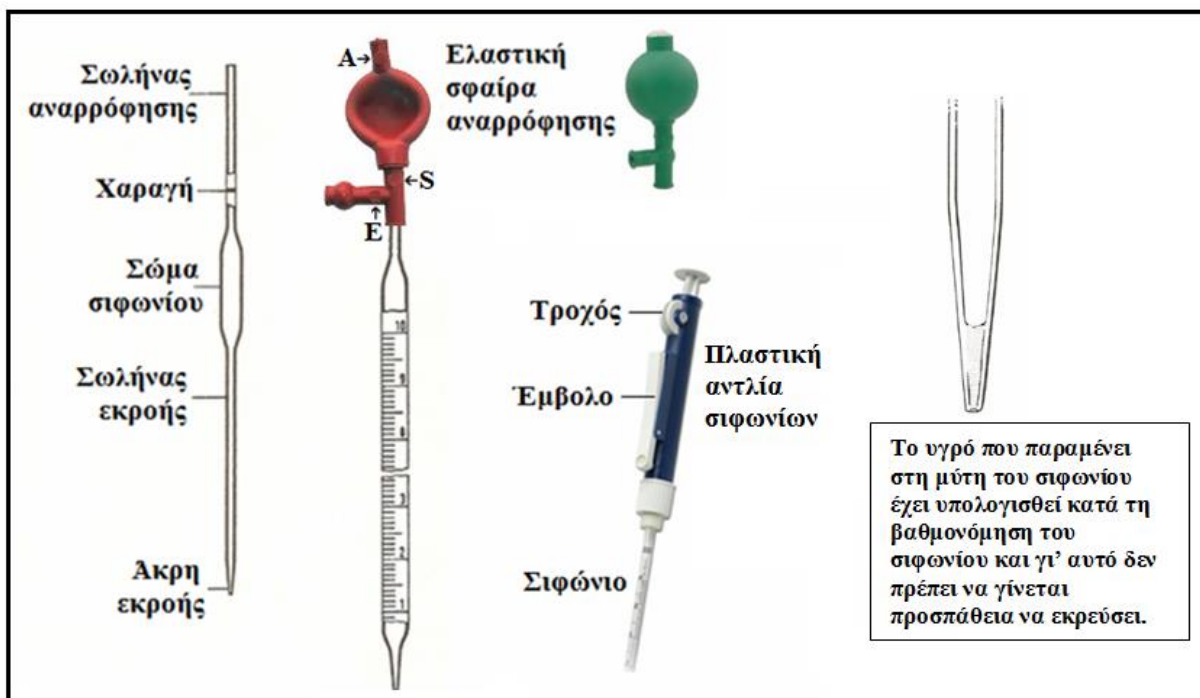
(β) Ο σωστός τρόπος ανάγνωσης του μηνίσκου για την αποφυγή σφάλματος παράλλαξης (φαινομενικής μετάθεσης της στάθμης ενός υγρού, καθώς ο παρατηρητής αλλάζει θέση). Στην υψηλή ανάγνωση η μετάθεση της στάθμης είναι κατώτερη από την πραγματική και στη χαμηλή ανάγνωση ανώτερη.

Χειρισμός σιφωνίων

Τα σιφώνια είναι ογκομετρικά όργανα ακριβείας και διακρίνονται σε *σιφώνια μετρήσεως*, χρησιμοποιούμενα για τη μέτρηση διαφόρων όγκων υγρού και σε *σιφώνια μιας χαραγής*, βαθμονομημένα έτσι ώστε να παρέχουν ακριβώς έναν μόνο σταθερό όγκο υγρού (βλ. και Σχήμα 2.3).

Η εργασία με σιφώνια απαιτεί κάποια εξάσκηση. Η αναρρόφηση των υγρών γίνεται *πάντοτε* με τη βοήθεια ειδικών συσκευών (π.χ. ελαστική σφαίρα), όπως περιγράφεται στη συνέχεια, και *ποτέ* με το στόμα, ακόμα και στην περίπτωση φαινομενικά ακίνδυνων υγρών. Η αναρρόφηση υγρού με τη βοήθεια ελαστικής σφαίρας γίνεται ως εξής: Αφαιρούμε τον αέρα από τη σφαίρα πιέζοντας την βαλβίδα A στο άνω μέρος της σφαίρας, καθώς και την ίδια τη σφαίρα με το άλλο χέρι. Κατόπιν, εισάγουμε το άνω άκρο του σιφωνίου στο κάτω στέλεχος της σφαίρας (Σχήμα 3.4). Πιέζουμε τη βαλβίδα S που βρίσκεται ακριβώς πάνω από το άκρο του σιφωνίου, οπότε η σφαίρα αναρροφά τον αέρα που βρίσκεται στο σιφώνιο και το υγρό μέσα στο σιφώνιο αρχίζει να ανέρχεται. Όταν το υγρό ξεπεράσει λίγο τη χαραγή, σταματούμε να πιέζουμε τη βαλβίδα S και αρχίζουμε να πιέζουμε αργά τη βαλβίδα E που επιτρέπει την είσοδο αέρα, ο οποίος κατεβάζει τη στάθμη του υγρού. Σταματούμε να πιέζουμε, όταν το υγρό φθάσει στο ύψος της χαραγής. Για τη μετάγγιση του αναρροφημένου υγρού σε άλλο δοχείο, πιέζουμε τη βαλβίδα E μέχρι να εκρεύσει όλο το υγρό, προσέχοντας το άκρο του σιφωνίου να βρίσκεται από την αρχή σε επαφή με το τοίχωμα του δοχείου υποδοχής του υγρού.

Απλούστερη είναι η λειτουργία της πλαστικής αντλίας σιφωνίων που δείχνει το Σχήμα 3.4. Αφού στερεώσουμε κατάλληλα το σιφώνιο στο άνοιγμα της αντλίας, περιστρέφουμε τον τροχό προς τα κάτω με τον αντίχειρα. Έτσι, δημιουργούμε υποπίεση μέσα στο σιφώνιο και το υγρό ανέρχεται. Για να εκρεύσει ποσότητα υγρού ή όλο το υγρό, πιέζουμε το έμβολο που βρίσκεται κάτω από τον τροχό.

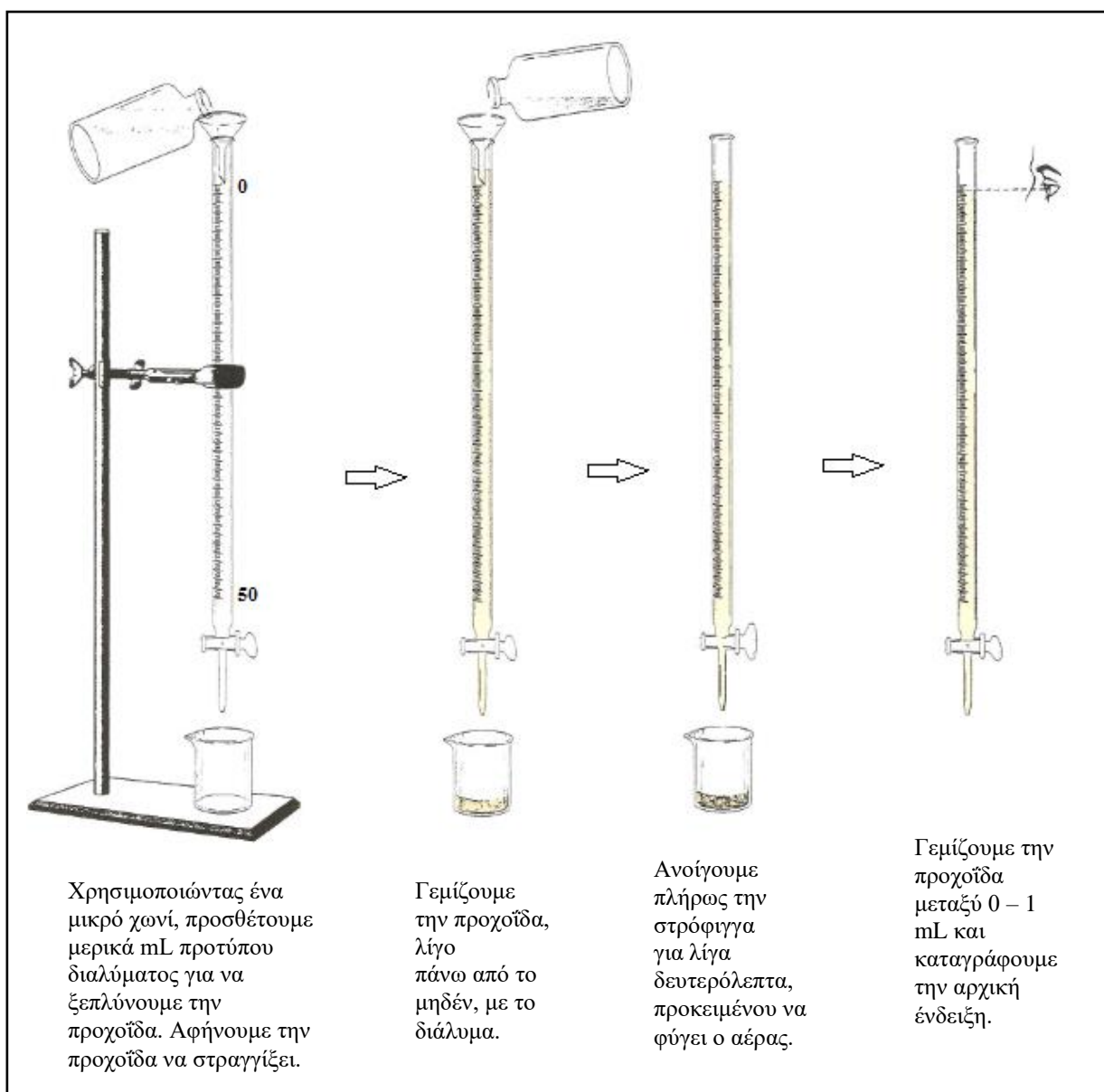


Σχήμα 3.4 Η σωστή χρησιμοποίηση σιφωνίου για τη μεταφορά υγρού

Χειρισμός προχοΐδας

Η προχοΐδα είναι όργανο, το οποίο χρησιμοποιείται κυρίως στην ποσοτική ανάλυση για την ακριβή μέτρηση όγκων υγρών, συνήθως *προτύπων διαλυμάτων*, δηλαδή διαλυμάτων γνωστής συγκεντρώσεως (Σχήμα 2.3). Οι συνηθισμένες προχοΐδες είναι των 50 mL με αρίθμηση ανά mL και υποδιαιρέσεις ανά 0,1 mL (Σχήμα 3.5).

Ο χειρισμός της προχοΐδας απαιτεί μεγαλύτερη εξάσκηση σε σχέση με το σιφόνιο. Αρχικά, ελέγχουμε τη σωστή λειτουργία της στρόφιγγας. Για να λειτουργεί καλά η στρόφιγγα πρέπει να την καθαρίζουμε περιοδικά και να την λιπαίνουμε με ειδικό λιπαντικό. Η λίπανση γίνεται σε λεπτό στρώμα και ομοιόμορφα *γύρω* από τις τρύπες της στρόφιγγας. Έτσι, αποφεύγουμε τον κίνδυνο να φράξει είτε το άκρο της προχοΐδας είτε αυτές οι ίδιες οι τρύπες της στρόφιγγας από περίσσεια λιπαντικού. Τα τελευταία χρόνια, ευρύτερη χρήση έχουν οι στρόφιγγες από τεφλόν, οι οποίες κανονικά δεν χρειάζονται καμία λίπανση, πρέπει όμως να ελέγχονται ως προς το αν το βίδωμα είναι πολύ σφιχτό ή πολύ χαλαρό.

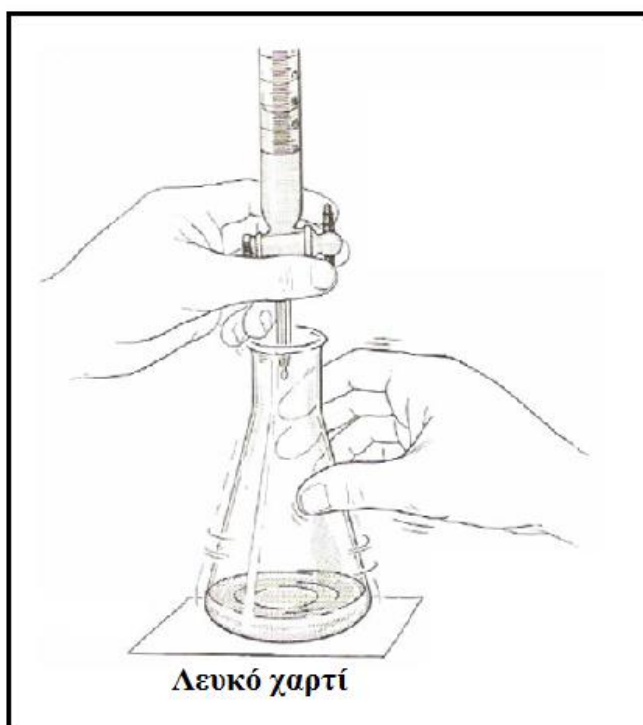


Σχήμα 3.5 Διαδοχικά στάδια για την πλήρωση της προχοΐδας με πρότυπο διάλυμα

Το επόμενο βήμα, πριν από μια ογκομέτρηση, είναι να ελέγξουμε αν η προχοΐδα μας είναι καθαρή. Αν κατά την εκροή του υγρού μένουν σταγόνες κολλημένες στο τοίχωμα της προχοΐδας, τότε η προχοΐδα μας είναι ακάθαρτη και πρέπει να την πλύνουμε με καυτό νερό και απορρυπαντικό χρησιμοποιώντας ειδική ψήκτρα. Στη συνέχεια, προσθέτουμε στην προχοΐδα 5–10 mL από το πρότυπο διάλυμα και την περιστρέφουμε υπό κλίση, ώστε το διάλυμα να ξεπλύνει πλήρως τα τοιχώματα της προχοΐδας. Αφού επαναλάβουμε αυτή τη διαδικασία τουλάχιστον δύο φορές ακόμα, στερεώνουμε την προχοΐδα στο στήριγμα και τη γεμίζουμε μέχρι 2 cm περίπου πάνω από το μηδέν. Ανοίγουμε *απότομα* και για ελάχιστα δευτερόλεπτα τη στρόφιγγα, προκειμένου να εκδιώξουμε κάποιες φυσαλίδες αέρα που συνήθως υπάρχουν εγκλωβισμένες στην προχοΐδα και να γεμίσει με διάλυμα *όλο* το στέλεχος κάτω από τη στρόφιγγα. Ακολουθώντας, ανοίγουμε με προσοχή τη στρόφιγγα και αφήνουμε το διάλυμα να εκρεύσει αργά μέχρι την υποδιαίρεση του μηδενός. Η αρχική ανάγνωση της προχοΐδας μπορεί να είναι και κάποια άλλη υποδιαίρεση, εκτός από το μηδέν, αρκεί ο πυθμένας του μηνίσκου να εφάπτεται με την υποδιαίρεση αυτή (Σχήμα 3.5).

Για την εκτέλεση μιας ογκομέτρησης, χειριζόμαστε την προχοΐδα, όπως δείχνει το Σχήμα 3.6. Δηλαδή, με το δεξιό χέρι ανακινούμε κυκλικά την κωνική φιάλη, στην οποία συνήθως βρίσκεται το άγνωστης συγκέντρωσης διάλυμα, και με το αριστερό ρυθμίζουμε τη ροή του υγρού περιστρέφοντας την στρόφιγγα της προχοΐδας. Η προσθήκη του προτύπου διαλύματος γίνεται αρχικά γρήγορα. Προς το τέλος όμως, στην περιοχή του λεγόμενου τελικού σημείου, η οποία αναγνωρίζεται από τη μείωση της ταχύτητας αλλαγής χρώματος του δείκτη (βλ. Πειράματα 4 και 5), η προσθήκη του διαλύματος γίνεται κατά σταγόνες. Για μια προχοΐδα με υποδιαίρεσεις ανά 0,1 mL, η εκτίμηση του όγκου του προτύπου διαλύματος που δαπανήσαμε σε μια ογκομέτρηση μπορεί να γίνει με προσέγγιση 0,02 mL.

Αφού τελειώσουμε την ογκομέτρηση, αδειάζουμε την προχοΐδα, την ξεπλένουμε καλά με νερό, τη γεμίζουμε με νερό και σκεπάζουμε το άνοιγμά της με ένα μικρό ποτήρι ζέσεως ή την προσαρμόζουμε στο στήριγμά της ανεστραμμένη για να αποφύγουμε την είσοδο σκόνης.



Σχήμα 3.6 Ενδεικτική τεχνική για τον χειρισμό της στρόφιγγας μιας προχοΐδας κατά την ογκομέτρηση

Οι δεξιόχειρες χειρίζονται τη στρόφιγγα με το αριστερό χέρι και περιστρέφουν τη φιάλη με το δεξιό χέρι. Οι αριστερόχειρες κάνουν το αντίθετο: χειρίζονται τη στρόφιγγα με το δεξιό χέρι και περιστρέφουν τη φιάλη με το αριστερό χέρι.

3.5 Διαλύματα

Γενικά

Διάλυμα ονομάζουμε κάθε ομογενές σύστημα που αποτελείται από δύο ή περισσότερες ουσίες. Ανάλογα προς τη φυσική κατάσταση, υπό την οποία εμφανίζονται σε συνηθισμένες συνθήκες, τα διαλύματα διακρίνονται σε *αέρια*, *στερεά* και *υγρά*. Όλα τα αέρια μίγματα είναι ομογενή, άρα θα είναι και διαλύματα (π.χ. ο ατμοσφαιρικός αέρας). Από τα στερεά διαλύματα, σπουδαιότερα είναι τα κράματα, τα οποία λαμβάνονται με σύντηξη δύο ή περισσότερων μετάλλων (π.χ. ο ορείχαλκος: κράμα Cu/Zn). Υγρά διαλύματα σχηματίζονται με διάφορους τρόπους, όπως είναι η ανάμιξη δύο υγρών (π.χ. νερό και αιθανόλη), η διάλυση ενός στερεού σε υγρό (π.χ. NaCl σε νερό) και η διάλυση ενός αερίου σε υγρό (π.χ. αμμωνία σε νερό).

Σε ένα διάλυμα, η ουσία που βρίσκεται σε μεγαλύτερη αναλογία χαρακτηρίζεται ως *διαλυτικό μέσο* ή *διαλύτης*, ενώ η ουσία με τη μικρότερη συγκέντρωση ονομάζεται *διαλυμένη ουσία*. Μέσα στα διαλύματα οι διαλυμένες ουσίες μπορούν να βρίσκονται είτε υπό μορφή μορίων (*μοριακά διαλύματα*, π.χ. καλαμοσάκχαρο σε νερό), είτε υπό μορφή ιόντων (*ιοντικά διαλύματα*, π.χ. NaCl σε νερό), είτε τέλος υπό μορφή συγκροτημάτων μορίων ή μικκυλίων (*κολλοειδή διαλύματα*, π.χ. άμυλο σε νερό).

Οι περισσότερες ουσίες δεν διαλύονται απεριόριστα σε έναν διαλύτη. Η μέγιστη ποσότητα μιας ουσίας που μπορεί να διαλυθεί σε ορισμένη ποσότητα ενός διαλύτη και σε ορισμένη θερμοκρασία, ονομάζεται *διαλυτότητα* της ουσίας στον συγκεκριμένο διαλύτη. Ο γενικός όρος *συγκέντρωση* αναφέρεται στην ποσότητα της διαλυμένης ουσίας σε μια καθορισμένη ποσότητα διαλύματος. Ποιοτικά λέμε ότι ένα διάλυμα είναι *αραιό*, όταν η συγκέντρωση της διαλυμένης ουσίας είναι χαμηλή, και *πυκνό*, όταν η συγκέντρωση της διαλυμένης ουσίας είναι υψηλή. Συνήθως οι όροι αυτοί χρησιμοποιούνται υπό συγκριτική έννοια και δεν αναφέρονται σε μια ορισμένη συγκέντρωση. Λέμε δηλαδή ότι ένα διάλυμα είναι περισσότερο αραιό ή λιγότερο πυκνό από ένα άλλο. Όμως, για διαλύματα διατιθέμενα στο εμπόριο, ο όρος *πυκνό* αναφέρεται στη μέγιστη ή σχεδόν στη μέγιστη διαθέσιμη συγκέντρωση. Παράδειγμα, πυκνό υδατικό διάλυμα αμμωνίας περιέχει περίπου 28% NH₃ κατά μάζα.

Όταν σε ορισμένη ποσότητα υγρού (π.χ. H₂O), προσθέτουμε συνεχώς ένα στερεό (π.χ. NaCl) παρατηρούμε ότι πέρα από ένα όριο η επιπλέον προστιθέμενη ποσότητα του στερεού δεν διαλύεται, αλλά καθιζάνει. Τότε, το διάλυμα αυτό που περιέχει τη μέγιστη ποσότητα διαλυμένης ουσίας και βρίσκεται σε ισορροπία με ποσότητα αδιάλυτης ουσίας, ονομάζεται *κορεσμένο*. Αντίθετα, το διάλυμα ονομάζεται *ακόρεστο*, όταν σε αυτό μπορεί να διαλυθεί και άλλη ποσότητα ουσίας. Μερικές φορές, είναι δυνατόν ένα διάλυμα να περιέχει ποσότητα διαλυμένης ουσίας, μεγαλύτερη από εκείνη που απαιτείται για να προκύψει κορεσμένο διάλυμα. Στην περίπτωση αυτή το διάλυμα ονομάζεται *υπέρκορο*.

Η διαλυτότητα των στερεών ουσιών στα υγρά κυμαίνεται ανάμεσα σε ευρέα όρια. Ουσίες που διαλύονται άφθονα σε έναν διαλύτη χαρακτηρίζονται ως *ευδιάλυτες* (π.χ. NaCl σε νερό), ενώ εκείνες που διαλύονται ελάχιστα ως *δυσδιάλυτες* (π.χ. AgCl σε νερό).

Τρόποι εκφράσεως της συγκεντρώσεως

Οι συγκεντρώσεις των προτύπων διαλυμάτων εκφράζονται γενικά σε μονάδες molarity (*M*) ή normality (*N*). Η *molarity* (ή γραμμομοριακή συγκέντρωση) δίνει τον αριθμό των moles (γραμμομορίων) της διαλυμένης ουσίας ανά λίτρο διαλύματος (moles/L ή mmol/mL). Η *normality* (ή κανονικότητα) δίνει τον αριθμό των γραμμοϊσοδυνάμων ανά λίτρο διαλύματος. Το *γραμμοϊσοδύναμο* (*eq*) ορίζεται από τη σχέση $eq = mole / n$, όπου το *n* είναι καθαρός αριθμός και η τιμή του εξαρτάται από τον τύπο της αντίδρασης, με αποτέλεσμα να μην μπορούμε να καθορίσουμε τη normality ενός διαλύματος, αν δεν γνωρίζουμε σε ποια αντίδραση θα χρησιμοποιηθεί το διάλυμα. Για παράδειγμα, όταν το KMnO₄ σε μια αντίδραση οξειδοαναγωγής ανάγεται προς ιόντα Mn²⁺, η μεταβολή του αριθμού οξειδώσεως του Mn είναι 5 και έχουμε $n = 5$, ενώ όταν το KMnO₄ ανάγεται

προς MnO_2 έχουμε $n = 3$. Κατά συνέπεια, το γραμμοϊσοδύναμο του KMnO_4 (M.B. 158,14 amu) στην πρώτη περίπτωση είναι $158,14 \text{ g} / 5 = 31,63 \text{ g}$ και στη δεύτερη $158,14 \text{ g} / 3 = 52,71 \text{ g}$.

Στη Φυσικοχημεία, και ειδικότερα στη μελέτη των αθροιστικών ιδιοτήτων των διαλυμάτων (π.χ. οσμωτική πίεση, τάση ατμών διαλυμάτων), οι συγκεντρώσεις των διαλυμάτων εκφράζονται σε μονάδες molality (m). Η molality δίνει τον αριθμό των moles της διαλυμένης ουσίας σε 1.000 g διαλύτη. Από τον τρόπο ορισμού της, συμπεραίνουμε ότι η molality είναι ανεξάρτητη από τη θερμοκρασία.

Μερικές φορές, όταν έχουμε μίγματα, είναι απαραίτητο να γνωρίζουμε τον σχετικό αριθμό moles καθενός συστατικού στο μίγμα. Το γραμμομοριακό κλάσμα (x) μιας ουσίας A που βρίσκεται σε μίγμα με την ουσία B είναι ο λόγος του αριθμού των moles της ουσίας A προς τον συνολικό αριθμό των moles των ουσιών A και B του μίγματος. Δηλαδή, είναι $x_A = n_A / (n_A + n_B)$, όπου τα n_A και n_B εκφράζουν τους αριθμούς των moles των ουσιών A και B, αντίστοιχα.

Συχνά οι χημικοί εκφράζουν τις συγκεντρώσεις επί τοις εκατό. Δυστυχώς, η πρακτική αυτή δημιουργεί ασάφεια, επειδή η επί τοις εκατό σύσταση ενός διαλύματος μπορεί να εκφράζεται με διάφορους τρόπους, όπως:

$$\text{Επί τοις εκατό κατά μάζα (\% m/m)} = \frac{\text{μάζα διαλυμένης ουσίας}}{\text{μάζα διαλύματος}} \times 100\%$$

$$\text{Επί τοις εκατό κατ' όγκο (\% V/V)} = \frac{\text{όγκος διαλυμένης ουσίας}}{\text{όγκος διαλύματος}} \times 100\%$$

$$\text{Επί τοις εκατό κατά μάζα προς όγκο (\% m/V)} = \frac{\text{μάζα διαλυμένης ουσίας, g}}{\text{όγκος διαλύματος mL}} \times 100\%$$

Τέλος, για πολύ αραιά διαλύματα, ένας πρακτικός τρόπος για να εκφράσουμε συγκεντρώσεις είναι τα *μέρη ανά εκατομμύριο* (parts per million, ppm):

$$c_{\text{ppm}} = \frac{\text{μάζα διαλυμένης ουσίας}}{\text{μάζα διαλύματος}} \times 10^6 \text{ ppm}$$

όπου c_{ppm} είναι η συγκέντρωση σε ppm. Προφανώς, οι μονάδες μάζας στον αριθμητή και στον παρονομαστή πρέπει να είναι ίδιες. Για ακόμα αραιότερα διαλύματα, χρησιμοποιείται ανάλογα η συγκέντρωση c_{ppb} , *μέρη ανά δισεκατομμύριο* (parts per billion, ppb).

Αραίωση διαλυμάτων

Η υδατική αμμωνία του εμπορίου (28,0% m/m) είναι 14,8 M σε NH_3 . Ας υποθέσουμε όμως ότι χρειαζόμαστε ένα διάλυμα αμμωνίας 1,00 M. Θα πρέπει να αραιώσουμε το πυκνό διάλυμα με μια ορισμένη ποσότητα νερού. Για τον σκοπό αυτό είναι απαραίτητο να γνωρίζουμε τη σχέση μεταξύ της molarity του διαλύματος πριν την αραιώση (*αρχική molarity*) και της molarity μετά την αραιώση (*τελική molarity*).

Για να βρούμε αυτή τη σχέση, ας θυμηθούμε πρώτα την εξίσωση ορισμού της molarity:

$$\text{molarity} = \frac{\text{moles διαλυμένης ουσίας}}{\text{λίτρα διαλύματος}}$$

Από την εξίσωση αυτή προκύπτει ότι $\text{moles διαλυμένης ουσίας} = \text{molarity} \times \text{λίτρα διαλύματος}$

Το γινόμενο molarity επί όγκος (σε λίτρα) μας δίνει τα moles της διαλυμένης ουσίας. Συμβολίζοντας με M_i την αρχική γραμμομοριακή συγκέντρωση και V_i τον αρχικό όγκο του διαλύματος, λαμβάνουμε

$$\text{moles διαλυμένης ουσίας} = M_i \times V_i$$

Όταν το διάλυμα αραιώνεται με προσθήκη επιπλέον νερού, η συγκέντρωση και ο όγκος μεταβάλλονται σε M_f (τελική molarity) και V_f (τελικός όγκος), οπότε τα moles της διαλυμένης ουσίας γίνονται

$$\text{moles διαλυμένης ουσίας} = M_f \times V_f$$

Επειδή τα moles της διαλυμένης ουσίας δεν αλλάζει κατά την αραιώση, έχουμε

$$M_i \times V_i = M_f \times V_f$$

(Παρατήρηση: Μπορούμε να χρησιμοποιήσουμε οποιεσδήποτε μονάδες όγκου, αρκεί τα V_i και V_f να έχουν τις ίδιες μονάδες.)

Το επόμενο παράδειγμα δείχνει πώς μπορούμε να εφαρμόσουμε αυτόν τον τύπο για να βρούμε τον όγκο ενός πυκνού διαλύματος που απαιτείται, προκειμένου να παρασκευάσουμε ορισμένον όγκο ενός αραιού διαλύματος.

Παράδειγμα 3.1

Δίνεται διάλυμα αμμωνίας 14,8 M. Πόσα mL από αυτό το διάλυμα χρειαζόμαστε για να παρασκευάσουμε με αραιώση 100,0 mL διαλύματος NH_3 1,00 M;

Απάντηση

Γνωρίζουμε τον τελικό όγκο ($V_f = 100,0$ mL), την τελική συγκέντρωση ($M_f = 1,00$ M) και την αρχική συγκέντρωση ($M_i = 14,8$ M). Γράφουμε λοιπόν τον τύπο της αραιώσης και λύνουμε ως προς αρχικό όγκο:

$$M_i \times V_i = M_f \times V_f \quad \Rightarrow \quad V_i = (M_f \times V_f) / M_i$$

Αντικαθιστούμε τώρα τις γνωστές τιμές στο δεξιό σκέλος της εξίσωσης, οπότε λαμβάνουμε

$$V_i = \frac{1,00 \text{ M} \times 100,0 \text{ mL}}{14,8 \text{ M}} = 6,76 \text{ mL}$$

3.6 Ξήρανση

Σε πολλές περιπτώσεις οι ουσίες που παίρνουν μέρος στις χημικές αντιδράσεις πρέπει να είναι απαλλαγμένες από υγρασία, επειδή η παρουσία της αλλοιώνει όχι μόνο τα αποτελέσματα των ζυγίσεων, αλλά μπορεί να οδηγήσει και σε ανεπιθύμητες αντιδράσεις. Επίσης, τα προϊόντα μιας αντίδρασης, προκειμένου να ταυτοποιηθούν και να μελετηθούν, πρέπει να είναι απαλλαγμένα τόσο από υγρασία, όσο και από ίχνη διαλυτών. Η απομάκρυνση της υγρασίας ή ενός διαλύτη από μια ουσία ονομάζεται *ξήρανση*.

Επειδή η υγρασία είναι "πανταχού παρούσα" και τα περισσότερα προβλήματα προέρχονται από αυτήν, ο όρος "ξήρανση" αναφέρεται συνήθως στην απαλλαγή μιας ουσίας από την υγρασία, δηλαδή το νερό. Το νερό μπορεί να "συνοδεύει" μια ουσία είτε ενωμένο χημικά με αυτήν, είτε εγκλωβισμένο σε αυτήν, είτε τέλος υπό μορφή προσροφημένης υγρασίας. Η μέθοδος που ακολουθούμε για τη ξήρανση μιας ουσίας εξαρτάται εκτός των άλλων και από τη φυσική κατάσταση της ουσίας (στερεά, υγρά, αέρια).

Στερεές ουσίες

Για την ξήρανση στερεών ουσιών στη θερμοκρασία δωματίου χρησιμοποιούμε τον *ξηραντήρα* (Σχήμα 2.2). Ένας ξηραντήρας αποτελείται βασικά από τρία μέρη: το κύριο δοχείο, στον πυθμένα του οποίου τοποθετούμε το ξηραντικό μέσο, το κάλυμμα και το πορσελάνινο υπόβαθρο. Το υπόβαθρο έχει οπές για σταθερότερη τοποθέτηση των χωνευτηρίων, γυάλινων ηθμών κ.λπ. Υπάρχουν και ξηραντήρες κενού, όπως αυτός του Σχήματος 2.2, για ταχύτερη ξήρανση μιας ουσίας ή τη διαφύλαξή της υπό κενό. Όταν χρησιμοποιούμε τον ξηραντήρα θα πρέπει να προσέχουμε

ιδιαίτερα στην αφαίρεση του καλύμματός του, καθώς και στην μεταφορά του. Τα εσφυρισμένα μέρη του ξηραντήρα πρέπει να λιπαίνονται περιοδικά.

Τα ξηραντικά μέσα που τοποθετούμε σε έναν ξηραντήρα είναι ουσίες πολύ υγροσκοπικές, οι οποίες δεσμεύουν το νερό με χημική δράση ή προσρόφηση. Τέτοιες ουσίες είναι οι ακόλουθες: P_4O_{10} , πυκνό H_2SO_4 , CaO , $NaOH$, KOH , άνυδρο $Mg(ClO_4)_2$, silica gel (SiO_2), Na_2SO_4 , $CaSO_4$ κ.λπ. Το πιο συνηθισμένο ξηραντικό μέσο είναι το $CaCl_2$.

Για ουσίες που είναι σταθερές σε υψηλότερες θερμοκρασίες και δεν ελευθερώνουν διαβρωτικούς ατμούς κατά τη θέρμανση, μπορούμε να χρησιμοποιήσουμε ειδικό φούρνο ξηράνσεως (πυριατήριο) (Σχήμα 2.8). Τοποθετούμε την ουσία που βρίσκεται σε μια αβαθή κάψα ή πάνω σε ύαλο ωρολογίου μέσα στο πυριατήριο και την ξηραίνουμε στην επιθυμητή θερμοκρασία μέχρι σταθερού βάρους.

Υγρές ουσίες (διαλύτες)

Η απομάκρυνση του νερού από έναν διαλύτη γίνεται μέσω μιας διεργασίας που ονομάζεται *απόσταξη*. Όμως το νερό δεν απομακρύνεται τελείως με απόσταξη και, προκειμένου να λάβουμε άνυδρο διαλύτη, χρειάζεται να προσθέσουμε σε αυτόν ένα κατάλληλο ξηραντικό. Διαλύτης και ξηραντικό ανακινούνται για ένα διάστημα ή αφήνονται σε ηρεμία για περισσότερο χρόνο. Ο διαχωρισμός του ξηραντικού από τον διαλύτη γίνεται με διήθηση. Αν όμως χρειαζόμαστε *απόλυτους διαλύτες* (χωρίς ίχνος υγρασίας), η ξήρανση γίνεται βράζοντας τον διαλύτη παρουσία ξηραντικού με κάθετο ψυκτήρα και κάτω από αδρανή ατμόσφαιρα αζώτου ή αργού. Για την ξήρανση των διαλυτών χρησιμοποιούμε, εκτός από τα ξηραντικά μέσα που αναφέραμε παραπάνω (με εξαίρεση το πυκνό H_2SO_4), και πολύ δραστικά μέταλλα, όπως Na , K , Ca , καθώς και τα επίσης δραστικά υδρίδια LiH , NaH , $LiAlH_4$.

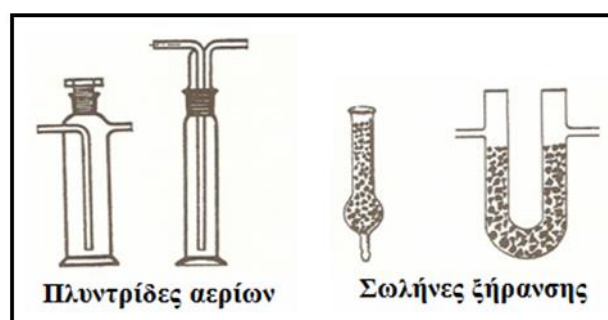
Κατά την επιλογή του ξηραντικού απαιτείται ιδιαίτερη προσοχή, επειδή αυτό δεν πρέπει να αντιδρά με τον διαλύτη. Αλλά και η αντίδραση με το νερό πρέπει να είναι ελεγχόμενη. Έτσι, π.χ. τα αλκυλαλογονίδια RCI , RBr κ.λπ. δεν ξηραίνονται ποτέ με μεταλλικό νάτριο, επειδή αντιδρούν με αυτό. Εξάλλου, ο αιθέρας πρέπει πρώτα να ξηραίνεται με $CaCl_2$ και στη συνέχεια με μεταλλικό νάτριο, διαφορετικά υπάρχει κίνδυνος ανάφλεξης του, λόγω του μεγάλου ποσού θερμότητας που εκλύεται.

Αέριες ουσίες

Η ξήρανση των αερίων γίνεται με διαβίβαση αυτών μέσα από δοχεία που περιέχουν τα κατάλληλα ξηραντικά μέσα, όπως πυκνό H_2SO_4 , $CaCl_2$, P_4O_{10} , KOH , CaO κ.λπ. Και εδώ απαιτείται προσοχή κατά την επιλογή του ξηραντικού, επειδή αυτό δεν πρέπει να αντιδρά με το ξηραίνόμενο αέριο. Ο κανόνας που ισχύει εν προκειμένω είναι ότι τα όξινα αέρια ξηραίνονται με όξινα ξηραντικά και τα βασικά αέρια με βασικά ξηραντικά. Για παράδειγμα, το αέριο HCl (όξινο αέριο) μπορεί να ξηραθεί με πυκνό H_2SO_4 (οξύ), όχι όμως και με CaO (βασικό οξείδιο).

Ως δοχεία για την τοποθέτηση του ξηραντικού και τη διαβίβαση του αερίου χρησιμοποιούμε τις *πλυντρίδες αερίων*, αν το ξηραντικό είναι υγρό, ή τους *σωλήνες ξήρανσης*, αν το ξηραντικό είναι στερεό (Σχήμα 3.7).

Σχήμα 3.7 Πλυντρίδες αερίων και σωλήνες ξήρανσης



3.7 Φυγοκέντρηση και διήθηση

Εισαγωγή

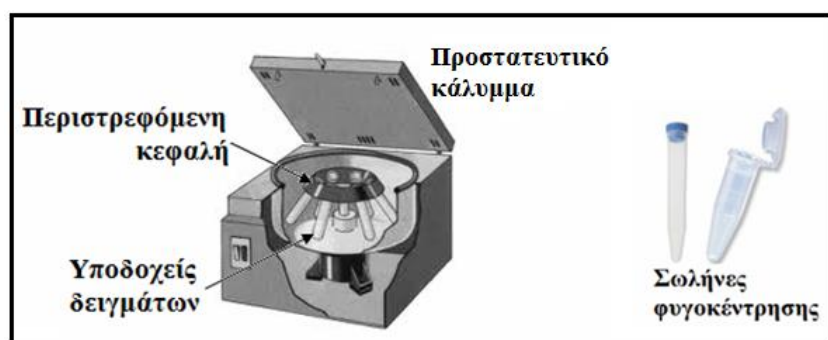
Στην Παρασκευαστική Χημεία και στην Ποιοτική Ανάλυση μια πολύ συνηθισμένη διεργασία είναι ο διαχωρισμός ενός ιζήματος από το *μητρικό υγρό* του, δηλαδή το υγρό μέσα στο οποίο σχηματίστηκε. Υπάρχουν για τον σκοπό αυτό διάφορες μέθοδοι, από τις οποίες σπουδαιότερες είναι η φυγοκέντρηση και η διήθηση.

Φυγοκέντρηση είναι η μηχανική διεργασία διαχωρισμού της στερεάς από την υγρή φάση σε ένα ετερογενές σύστημα, με τη βοήθεια ειδικού οργάνου, της *φυγοκέντρου*. Κύριο μέρος της φυγοκέντρου αποτελεί η περιστρεφόμενη κεφαλή με τους υποδοχείς των δειγμάτων (Σχήμα 3.8). Λόγω της μεγάλης συχνότητας περιστροφής (1.000 – 20.000 στροφές/min), αυξάνεται σημαντικά η δύναμη που εξασκείται πάνω στα στερεά σωματίδια, με αποτέλεσμα αυτά να καθιζάνουν ταχύτατα.

Για την φυγοκέντρηση ενός αιωρήματος, μεταφέρουμε το δείγμα σε *σωλήνα φυγοκέντρωσης* (ειδικό παχύτοιχο γυάλινο σωλήνα με κωνικό πυθμένα), τον οποίον τοποθετούμε σε υποδοχέα της φυγοκέντρου. Προκειμένου να έχουμε ισοζύγισή της φυγοκέντρου, τοποθετούμε έναν δεύτερο σωλήνα με δείγμα ή νερό αντιδιαμετρικά προς τον πρώτο. Οι ποσότητες υγρού στους δύο αντιδιαμετρικούς σωλήνες πρέπει να είναι ίδιες, για σωστή λειτουργία της φυγοκέντρου. Συνήθως, 1–2 min φυγοκέντρηση είναι αρκετή για την πλήρη απόθεση ενός αιωρήματος υπό μορφή συμπαγούς στερεού, γεγονός που επιτρέπει την τέλεια απόχυση του υπερκείμενου υγρού και τον διαχωρισμό του από το ίζημα.

Διήθηση είναι η μηχανική διεργασία διαχωρισμού της στερεάς από την υγρή φάση σε ένα ετερογενές σύστημα, με τη βοήθεια *ηθμού*, δηλαδή πορώδους υλικού που επιτρέπει μεν τη διέοδο του υγρού, συγκρατεί όμως το στερεό. Στο εργαστήριο χρησιμοποιούμε συνήθως ηθμούς από διηθητικό χαρτί ή γυάλινους ηθμούς.

Η επιλογή του ηθμού γίνεται με βάση το μέγεθος των σωματιδίων του ιζήματος. Εξάλλου, είναι ευνόητο ότι η ουσία που θα διηθήσουμε δεν πρέπει να προσβάλλει τον ηθμό. Το μέγεθος των πόρων των διαφόρων ηθμών υποδηλώνεται με αριθμούς ή ταινίες χαρακτηριστικού χρώματος. Έτσι, ο ηθμός μαύρης ταινίας S & S 589¹ ή Whatman No 41 είναι *ηθμός ταχείας διηθήσεως* (ή *μαλακός ηθμός*), κατάλληλος για ζελατινώδη και χονδροκρυσταλλικά ιζήματα. Αντίθετα, ο ηθμός κυανής ταινίας S & S 589³ ή Whatman No 42 είναι *ηθμός βραδείας διηθήσεως* (ή *σκληρός ηθμός*), κατάλληλος για πολύ μικροκρυσταλλικά ιζήματα.



Σχήμα 3.8 Φυγόκεντρος (σε τομή) και σωλήνες φυγοκέντρωσης

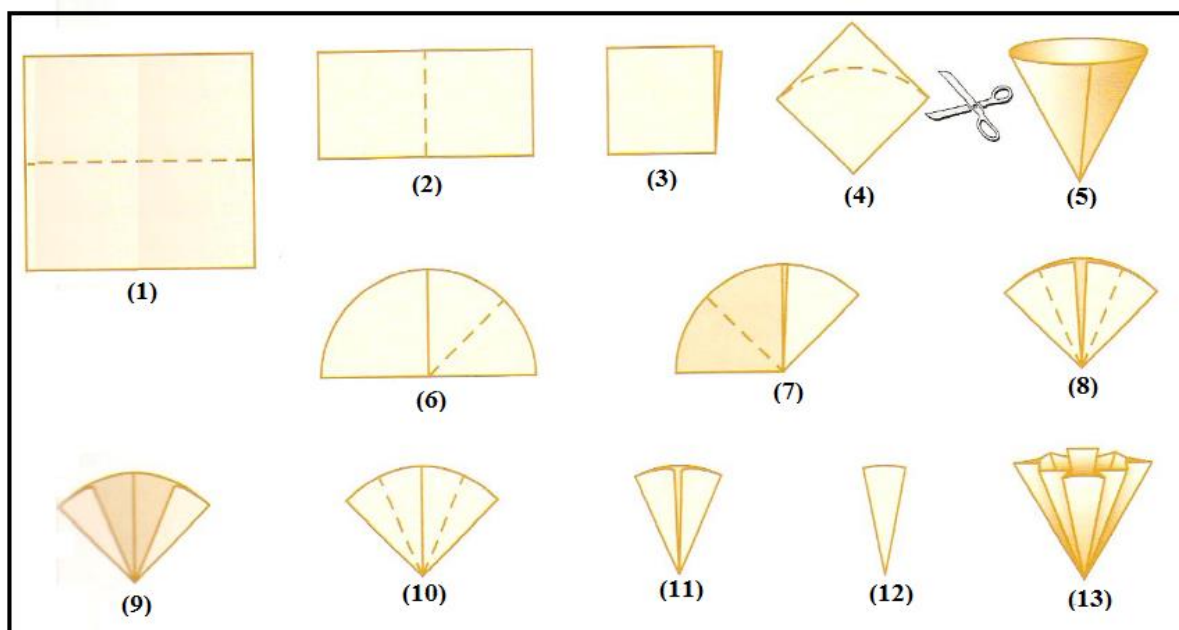
Κατά τη διάρκεια της φυγοκέντρωσης, κρατούμε κλειστό το προστατευτικό κάλυμμα της φυγοκέντρου και αφαιρούμε τα δείγματα από τη φυγόκεντρο μόνον όταν η περιστρεφόμενη κεφαλή του μηχανήματος έχει σταματήσει τελείως.

Ανάλογα με το σχήμα τους οι χάρτινοι ηθμοί διακρίνονται σε *κυκλικούς*, *κωνικούς* και *πτυχωτούς*. Οι κυκλικοί ηθμοί τοποθετούνται στον πυθμένα του χωνιού Büchner (Σχήμα 2.6), χρησιμοποιούμενοι στις διηθήσεις υπό κενό. Οι κωνικοί ηθμοί χρησιμοποιούνται στην περίπτωση που μας ενδιαφέρει το ίζημα, ενώ οι πτυχωτοί όταν μας ενδιαφέρει το *διήθημα*, δηλαδή το υγρό που διέρχεται από τον ηθμό. Οι τελευταίοι έχουν μεγαλύτερη δραστική επιφάνεια με αποτέλεσμα η διήθηση να γίνεται γρηγορότερα. Στο Σχήμα 3.9 εικονίζονται τα διάφορα στάδια κατασκευής των κωνικών και πτυχωτών ηθμών.

Κωνικοί και πτυχωτοί ηθμοί κατασκευάζονται έτσι ώστε ο τελικός κώνος να είναι κατά τι μικρότερος από τον κώνο του χωνιού που θα χρησιμοποιήσουμε στη διήθηση. Ειδικότερα, ο κωνικός ηθμός μετά την τοποθέτησή του στο χωνί διαβρέχεται με μικρή ποσότητα καθαρού διαλύτη και πιέζεται πάνω στα τοιχώματα του χωνιού ώστε να εφαρμόσει καλά.

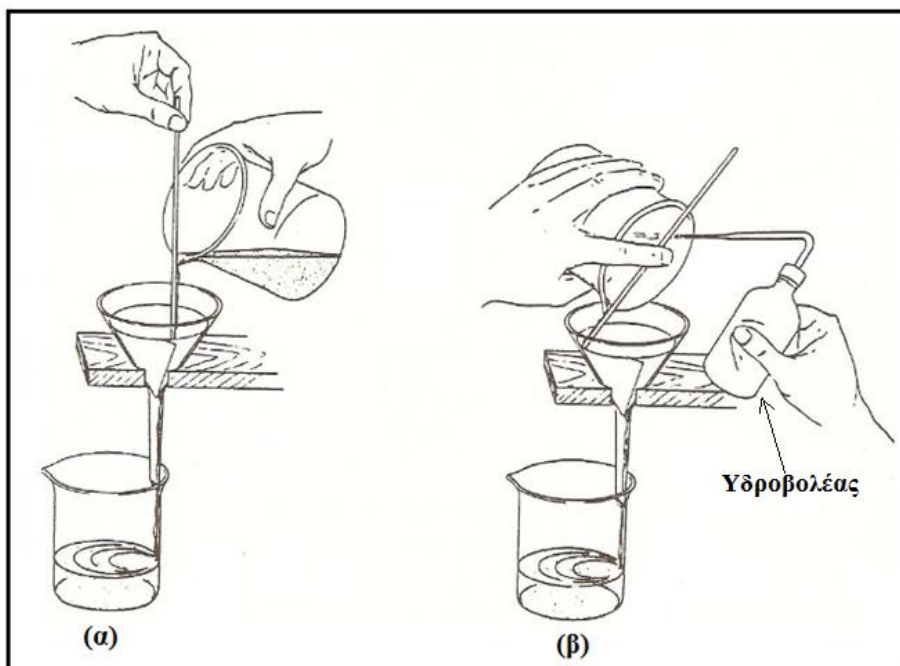
Για μια σωστή και γρήγορη διήθηση πρέπει να προσέξουμε τα εξής σημεία:

- Το στέλεχος του χωνιού πρέπει να εφάπτεται με το εσωτερικό τοίχωμα του δοχείου συλλογής του διηθήματος, για να αποφύγουμε εκτινάξεις σταγονιδίων.
- Αρχίζουμε τη διήθηση αμέσως μετά την εφαρμογή του ηθμού, τη στιγμή που το στέλεχος του χωνιού είναι γεμάτο με διαλύτη.
- Αρχικά αποχύνουμε τον κύριο όγκο του υπερκείμενου διαυγούς υγρού, πριν το ίζημα φράξει τους πόρους του ηθμού. Με τη βοήθεια γυάλινης ράβδου κατευθύνουμε το υγρό στα πλάγια τοιχώματα του ηθμού και ποτέ στο κέντρο του (Σχήμα 3.10).
- Η επιφάνεια του υγρού μέσα στον ηθμό πρέπει να βρίσκεται τουλάχιστον 1 cm χαμηλότερα από τα χείλη του ηθμού.
- Στη διάρκεια της διήθησης το στέλεχος του χωνιού πρέπει να είναι συνεχώς γεμάτο.
- Μπορούμε να επιταχύνουμε σημαντικά τη διαδικασία διήθησης με εφαρμογή κενού κάτω από τον ηθμό, χρησιμοποιώντας στη θέση του κανονικού χωνιού το χωνί Büchner (Σχήμα 3.11).



Σχήμα 3.9 Κατασκευή ηθμών από τετράγωνα κομμάτια διηθητικού χαρτιού

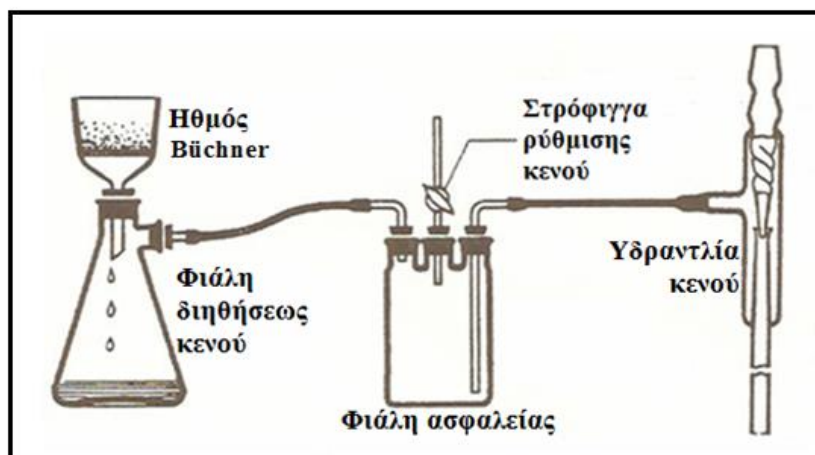
Τα στάδια (1) – (5) μας οδηγούν σε κωνικό ηθμό. Πτυχωτό ηθμό λαμβάνουμε ακολουθώντας τα στάδια (1) – (4) και (6) – (13). Το στάδιο (6) προκύπτει από το (4) με απλό ξεδίπλωμα. Οι διακεκομμένες γραμμές δείχνουν τα σημεία στα οποία ο ηθμός πρέπει να διπλωθεί.



Σχήμα 3.10
 (α) Διήθηση και
 (β) μεταφορά ιζήματος
 από το ποτήρι στον
 ηθμό με εκτόξευση
 υγρού εκπλύσεως
 από υδροβολέα

Αν μας ενδιαφέρει το ίζημα, τότε αυτό θα πρέπει να το εκπλύνουμε και να το μεταφέρουμε ποσοτικά πάνω στον ηθμό. Η έκπλυση γίνεται συνήθως μέσα στο ποτήρι, όπου βρίσκεται το ίζημα, με την προσθήκη κατάλληλου υγρού εκπλύσεως. Αφού κατακαθίσει το ίζημα, αποχύνουμε το υγρό εκπλύσεως πάνω στον ηθμό. Επαναλαμβάνουμε την έκπλυση μερικές φορές και τελικά μεταφέρουμε το ίζημα πάνω στον ηθμό με τη βοήθεια γυάλινης ράβδου και υδροβολέα που περιέχει το υγρό εκπλύσεως (Σχήμα 3.10). Για να παραλάβουμε το ίζημα, μετά από πλήρη ξήρανση χαρτιού και ιζήματος, ξεδιπλώνουμε τον ηθμό, αποξύνουμε προσεκτικά το ίζημα με μια σπάτουλα και το μεταφέρουμε πάνω σε ύαλο ωρολογίου ή κάψα για ζύγιση και παραπέρα επεξεργασία.

Η υδραντλία κενού, η οποία λειτουργεί βάσει του νόμου του Bernoulli, αφαιρεί τον αέρα από το εσωτερικό των φιαλών, με αποτέλεσμα η πίεση που ασκείται από την ατμόσφαιρα πάνω στον ηθμό να είναι μεγαλύτερη από την πίεση κάτω από τον ηθμό, γεγονός που επιταχύνει τη διήθηση. Η παρεμβαλλόμενη φιάλη ασφαλείας (παγίδα) αποτρέπει τον κίνδυνο εισόδου νερού στην κωνική φιάλη, από λανθασμένη διακοπή του κενού ή από αφνίδια ελάττωση της πίεσης του νερού. Σε μια τέτοια διάταξη, διακόπτουμε την παροχή του νερού, αφού προηγουμένως ανοίξουμε τη στρόφιγγα της φιάλης ασφαλείας.



Σχήμα 3.11 Συσκευή για διήθηση υπό κενό

3.8 Ανακρυστάλλωση

Πολλά προϊόντα, κυρίως οργανικών αντιδράσεων, δεν λαμβάνονται από την αρχή σε καθαρή κατάσταση. Οι ουσίες που μολύνουν τα προϊόντα και πρέπει να απομακρυνθούν, μπορεί να είναι αρχικές ουσίες που δεν αντέδρασαν, παραπροϊόντα ή άλλες προσμίξεις. Αν το επιθυμητό προϊόν είναι στερεό και η ποσότητα των προσμίξεων όχι πολύ μεγάλη, τότε αυτό μπορεί να καθαρισθεί με τη μέθοδο της ανακρυστάλλωσης, δηλαδή της διάλυσης του προϊόντος εν θερμώ στον κατάλληλο διαλύτη και τον επανασχηματισμό του σε καθαρή μορφή, ύστερα από βραδεία ψύξη του διαλύματος και εκλεκτική καθίζηση.

Γενικά, για την ανακρυστάλλωση μιας ουσίας ακολουθούμε κατά σειρά τα εξής βήματα:

- Επιλέγουμε τον κατάλληλο διαλύτη.
- Θερμαίνουμε τον διαλύτη μέχρι το σημείο ζέσεως.
- Διαλύουμε τη στερεά ουσία στην ελάχιστη ποσότητα ζέοντος διαλύτη.
- Διηθούμε το διάλυμα εν θερμώ.
- Αφήνουμε το διήθημα να ψυχθεί αργά σε θερμοκρασία δωματίου ή χαμηλότερη.
- Αν δεν εμφανίζονται κρύσταλλοι, επειδή το διάλυμα έγινε υπέρκορο, τρίβουμε τα τοιχώματα του δοχείου με γυάλινη ράβδο ή προσθέτουμε στο διάλυμα έναν κρύσταλλο της ουσίας (εμβολιασμός του διαλύματος).
- Συλλέγουμε τους κρυστάλλους πάνω σε χωνί Büchner με διήθηση υπό κενό.
- Εκπλύνουμε τους κρυστάλλους με μικρές ποσότητες κρύου διαλύτη.
- Στο τέλος, ξηραίνουμε τους κρυστάλλους.

Η επιλογή του διαλύτη είναι ουσιαστικής σημασίας για κάθε ανακρυστάλλωση, γίνεται δε με βάση τα ακόλουθα τρία κριτήρια: (1) Ο διαλύτης δεν πρέπει να αντιδρά χημικά με την υπό ανακρυστάλλωση ουσία. (2) Η διαλυτότητα της ουσίας στον διαλύτη πρέπει να είναι πολύ μεγάλη στο σημείο ζέσεως του διαλύτη και πολύ μικρή στη θερμοκρασία δωματίου. (3) Το σημείο ζέσεως του διαλύτη πρέπει να είναι χαμηλότερο από το σημείο τήξεως της ουσίας, διότι διαφορετικά η ουσία θα τακεί πριν διαλυθεί και φυσικά ο σχηματισμός κρυστάλλων θα παρεμποδισθεί.

Σε περίπτωση που η ουσία είναι τελείως άγνωστη, η επιλογή του διαλύτη γίνεται καθαρά εμπειρικά. Αντίθετα, αν ο χημικός τύπος της ουσίας είναι δεδομένος, εφαρμόζουμε το γνωστό από παλιά αξίωμα "similia similibus solvuntur" (όμοια διαλύονται στα όμοια). Αυτό σημαίνει ότι για την ανακρυστάλλωση πολικών ενώσεων θα χρησιμοποιήσουμε πολικούς διαλύτες (π.χ. νερό, αιθανόλη), ενώ για την ανακρυστάλλωση μη πολικών ενώσεων θα επιλέξουμε απολικούς διαλύτες (π.χ. βενζόλιο, κυκλοεξάνιο).

Μερικές φορές η ανακρυστάλλωση δεν επιτυγχάνεται με τη χρησιμοποίηση ενός μόνον διαλύτη (π.χ. αν η ουσία είναι πολύ ευδιάλυτη σε έναν διαλύτη και λίγο διαλυτή σε κάποιον άλλον). Στις περιπτώσεις αυτές χρησιμοποιούμε μίγματα διαλυτών, τα οποία ανάλογα αυξάνουν ή ελαττώνουν τη διαλυτότητα της ουσίας. Τέτοια μίγματα αποτελούν π.χ. τα ζεύγη πετρελαϊκός αιθέρας – διαιθυλαιθέρας, αιθανόλη – ακετόνη, αιθανόλη – νερό, χλωροφόρμιο – τετραχλωράνθρακας, νερό – οξικό οξύ κ.λπ.