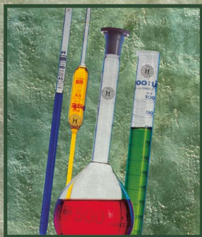


• Μ. Λάλια - Καντούρη • Σ. Παπαστεφάνου
• Α. Τζαβέλλας • Χρ. Χατζηκώστας

Εργαστηριακές Ασκήσεις Γενικής & Ανόργανης Χημείας



*Κάθε γνήσιο αντίτυπο φέρει την υπογραφή των συγγραφέων
ή-και τη σφραγίδα του εκδότη*

ISBN 960-431-747-4

© Copyright: Μ. Λάλια-Καντούρη, Σ. Παπαστεφάνου, Α. Τζαβέλλας, Χρ. Χατζηκώστας,
Εκδόσεις Ζήτη, Νοέμβριος 2001, Θεσσαλονίκη

Το παρόν έργο πνευματικής ιδιοκτησίας προστατεύεται κατά τις διατάξεις του Ελληνικού νόμου (Ν.2121/1993 όπως έχει τροποποιηθεί και ισχύει σήμερα) και τις διεθνείς συμβάσεις περί πνευματικής ιδιοκτησίας. Απαγορεύεται απολύτως η άνευ γραπτής άδειας του εκδότη και συγγραφέων κατά οποιοδήποτε τρόπο ή μέσο αντιγραφή, φωτοανατύπωση και εν γένει αναπαραγωγή, εκμίσθωση ή δανεισμός, μετάφραση, διασκευή, αναμετάδοση στο κοινό σε οποιαδήποτε μορφή (ηλεκτρονική, μηχανική ή άλλη) και η εν γένει εκμετάλλευση του συνόλου ή μέρους του έργου.



Φωτοστοιχειοθεσία
Εκτύπωση

Π. ΖΗΤΗ & Σια ΟΕ

18ο χλμ Θεσ/νίκης-Περαιάς

Τ.Θ. 171 • Νέοι Επιβάτες Θεσσαλονίκης • Τ.Κ. 570 19

Τηλ.: 03920-72.222 (5 γραμ.) - Fax: 03920-72.229

e-mail: info@ziti.gr

Βιβλιοπωλείο

ΕΚΔΟΣΕΙΣ ΖΗΤΗ

Αρμενοπούλου 27 • 546 35 Θεσσαλονίκη

Τηλ. 0310-203.720, Fax 0310-211.305

e-mail: sales@ziti.gr

www.ziti.gr

Πρόλογος

Το βιβλίο αυτό απευθύνεται σε όλους τους πρωτοετείς φοιτητές που διδάσκονται το μάθημα Γενικής και Ανόργανης Χημείας και οι οποίοι πρόκειται να ασκηθούν σε χημικό εργαστήριο για πρώτη φορά. Για τους λόγους αυτούς, η επιλογή των διαφόρων πειραμάτων πραγματοποιήθηκε με βάση μερικά πολύ σημαντικά κριτήρια, όπως:

- α) Τα πραγματοποιούμενα πειράματα να βρίσκονται όσο γίνεται πιο κοντά στην επιστήμη την οποία σπουδάζουν οι φοιτητές και να σχετίζονται, κατά το δυνατόν, με άλλα διδασκόμενα μαθήματα.
- β) Τα πειράματα αυτά να είναι απλά, ακίνδυνα και να μπορούν να ολοκληρωθούν μέσα στον προβλεπόμενο εργαστηριακό χρόνο.

Εξάλλου, για την κατανόηση αλλά και την επιτυχή διεκπεραίωση των πειραμάτων αναπτύσσονται μερικές βασικές θεωρητικές έννοιες και πειραματικές τεχνικές, τόσο στο Γενικό Μέρος όσο και στα διάφορα επιμέρους Κεφάλαια. Επίσης, παρέχονται χρήσιμες οδηγίες σχετικά με την ασφαλή παραμονή και άσκηση των φοιτητών στους εργαστηριακούς χώρους.

Οι συγγραφείς

Περιεχόμενα

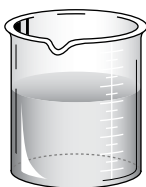
<i>Γενικό Μέρος</i>	<i>Πειραματικό Μέρος</i>
A. Γενικές οδηγίες9	1° Συστήματα διασποράς (Εξοικείωση με τη χρήση οργάνων - Διήθηση)
Καθαριότητα9	<i>Θεωρητικό Μέρος</i>43
Τάξη9	<i>Πειραματικό Μέρος</i>48
Χρήση των αντιδραστηρίων9	Π.1.1 Παρασκευή διαλύματος NaCl.....48
B. Βασικές εργαστηριακές τεχνικές10	Π.1.2 Εξοικείωση των ασκουμένων με τη χρήση των σιφονίων49
Ζύγιση10	Π.1.3 Διαχωρισμός μίγματος δύο στερεών ουσιών49
Σιφόνια12	2° Χημική ισορροπία
Ογκομετρικοί κύλινδροι.....14	<i>Θεωρητικό Μέρος</i>51
Ογκομετρικές φιάλες14	<i>Πειραματικό Μέρος</i>56
Προχοΐδες.....15	Π.2.1 Επίδραση της μάζας και της θερμότητας στη χημική ισορροπία.....56
Θέρμανση.....17	Π.2.2 Επίδραση της μάζας σε ετερογενή ισορροπία57
Ψύξη.....19	Π.2.3 Επίδραση της θερμότητας στη διαλυτότητα μιας ουσίας (διάλυση του άλατος νιτρικού αμμωνίου σε νερό)57
Ξήρανση.....20	Π.2.4 Επίδραση της πίεσης στη χημική ισορροπία58
Διήθηση20	3° Ιονισμός ασθενών ηλεκτρολυτών
Απόσταξη.....22	<i>Θεωρητικό Μέρος</i>61
Εκχύλιση24	<i>Πειραματικό Μέρος</i>74
Κρυστάλλωση - Ανακρυστάλλωση25	Π.3.1 Συμπεριφορά ηλεκτρολυτικών δεικτών σε όξινο και αλκαλικό περιβάλλον74
Θέρμανση διαλυμάτων με κάθετο ψυκτήρα ή ψυκτήρα επαναροής (Reflux)25	Π.3.2 Μεταβολή του χρώματος ηλεκτρολυτικών δεικτών με τη μεταβολή του pH.....75
Εξάχνωση.....26	Π.3.3 Δημιουργία κλίμακας μέτρησης του pH και μέτρηση του pH αγνώστου διαλύματος75
Χρωματογραφία.....26	Π.3.4 Μέτρηση του pH διαλυμάτων με τη χρωματομετρική μέθοδο (χρήση πεχαμετρική χαρτιού)76
Φυγοκέντρωση27	
Ανάδευση, διάλυση, απόχυση.....28	
Γ. Καθαρισμός γυάλινων σκευών και οργάνων30	
Αποσταγμένο και απιονισμένο νερό.....30	
Δ. Ασφάλεια στον εργαστηριακό χώρο32	
Πρώτες βοήθειες35	
Ε. Σφάλματα και σημαντικά ψηφία38	
Σφάλματα.....38	
Σημαντικά ψηφία39	
Στρογγυλοποίηση των αριθμητικών αποτελεσμάτων.....40	

Π.3.5 Υδρόλυση αλάτων.....	76	Π.6.1 Ηλεκτροχημική σειρά ορισμένων στοιχείων.....	120
Π.3.6 Παρασκευή ρυθμιστικών διαλυμάτων με μέτρηση του pH τους	77	Π.6.2.1 Κατασκευή γαλβανικού στοιχείου Mg–Cu	122
4° Διαχωρισμός φυσικών χρωστικών με χρωματογραφία		Π.6.2.2 Ηλεκτρόλυση υδατικού διαλύματος NaCl 10% w/v.....	123
<i>Θεωρητικό Μέρος</i>	79	7° Ηλεκτρονική φασματοσκοπία	
<i>Πειραματικό Μέρος</i>	86	<i>Θεωρητικό Μέρος</i>	125
Π.4.1 Χρωματογραφία σε χαρτί	87	<i>Πειραματικό Μέρος</i>	137
Π.4.2 Χρωματογραφία σε κιμωλία (παραλλα- γή της χρωματογραφίας στήλης)	89	Π.7.1 Προσδιορισμός σιδήρου στο φυσικό νερό	137
5° Ογκομετρική ανάλυση		8° Σύνθεση αλάτων	
<i>Θεωρητικό Μέρος</i>	93	<i>Θεωρητικό Μέρος</i>	141
<i>Πειραματικό Μέρος</i>	105	<i>Πειραματικό Μέρος</i>	143
Π.5.1 Εύρεση της περιεκτικότητας αγνώστου διαλύματος NaOH με πρότυπο διάλυμα HCl.....	105	Π.8.1 Παρασκευή του απλού άλατος FeC ₂ O ₄ ·2H ₂ O	143
Π.5.2 Αλκαλιμετρία	105	Π.8.2 Παρασκευή διπλού άλατος CuSO ₄ ·(NH ₄) ₂ SO ₄ ·6H ₂ O	144
Π.5.2.1 Εύρεση της περιεκτικότητας αγνώστου διαλύματος H ₂ SO ₄	106	Π.8.3 Παρασκευή σύμπλοκου άλατος [Cu(NH ₃) ₄]SO ₄ ·H ₂ O	144
Π.5.2.2 Προσδιορισμός οξικού οξέος σε δείγ- μα ξυδιού.....	106	<i>Βιβλιογραφία</i>	147
Π.5.2.3 Μέτρηση οξύτητας λιπαρής ουσίας...107		Χρήσιμοι Πίνακες	
Π.5.3.1 Προσδιορισμός ασβεστίου και μαγνη- σίου σε άγνωστο διάλυμα	108	Σταθερές ιονισμού ασθενών οξέων στους 25°C... 149	
Π.5.4 Προσδιορισμός της σκληρότητας του νερού βρύσης	111	Σταθερές ιονισμού ασθενών βάσεων στους 25°C.....	150
Π.5.5 Προσδιορισμός σιδήρου.....	111	Σταθερές γινομένου διαλυτότητας στους 25°C.....	151
Π.5.6 Προσδιορισμός οξαλικών.....	112	Αλφαβητικός πίνακας ατομικών βαρών των στοιχείων.....	153
6° Οξείδωση - Αναγωγή			
<i>Θεωρητικό Μέρος</i>	113		
<i>Πειραματικό Μέρος</i>	120		

Γενικό Μέρος



Μερικά από τα όργανα που χρησιμοποιούνται σε χημικό εργαστήριο



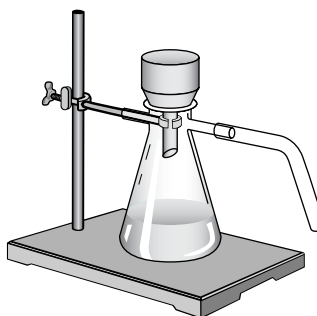
Ποτήρι ζέσης



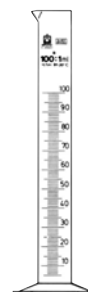
Κωνική φιάλη



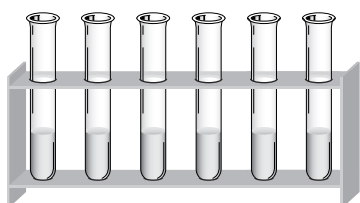
Ογκομετρική
φιάλη



Διάταξη διηθήσεως
υπό κενό



Ογκομετρικός
κύλινδρος



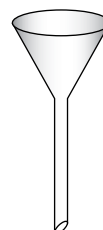
Δοκιμαστικοί σωλήνες
σε στήριγμα



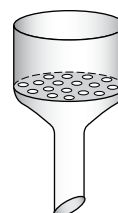
Σταγονομετρικό
δοχείο



Φιάλη
αντιδραστήριου



Χωνί



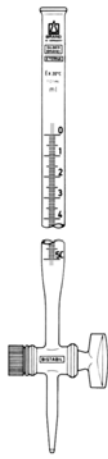
Χωνί
Büchner



Σιφώνιο
αριθμημένο



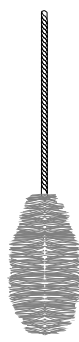
Σιφώνιο
πλήρωσης



Προχοΐδα



Θερμόμετρο



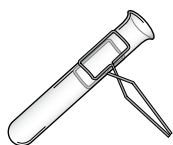
Ψήκτρα



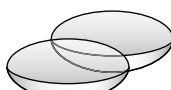
Γυάλινη
ράβδος
ανάδευσης



Θέρμανση με λύχνο
Bunsen σε τρίποδα
με πλέγμα αμιάντου



Λαβίδα με
δοκιμαστικό
σωλήνα



Ύαλοι
ωρολογίου



Πυράγγρα



Κάψα
πορσελάνης



Γουδί
με γουδοχέρι



Σπάτουλες



Μαγνήτες
ανάδευσης

A ΓΕΝΙΚΕΣ ΟΔΗΓΙΕΣ

Σκοπός της άσκησης στο εργαστήριο των φοιτητών που δεν έχουν τη χημεία ως κύριο αντικείμενο μελέτης, είναι να έλθουν σε επαφή με την πειραματική χημεία μέσω επιλεγμένων πειραμάτων τα οποία σχετίζονται τόσο με το αντίστοιχο θεωρητικό μάθημα όσο και, κυρίως, με την επιστήμη την οποία σπουδάζουν.

Η ορθή εκτέλεση των εργαστηριακών ασκήσεων της χημείας προϋποθέτει την εξοικείωση των φοιτητών με τη χρήση των σχετικών οργάνων και συσκευών, τουλάχιστον των πιο σημαντικών απ' αυτά, την εκμάθηση ορισμένων βασικών εργαστηριακών τεχνικών και, επίσης, τη συμμόρφωσή τους με ορισμένους γενικούς κανόνες και οδηγίες οι οποίες συμβάλλουν στο να καταστεί η εργασία αποτελεσματική, ακίνδυνη, άνετη και ευχάριστη. Συγκεκριμένα:

Καθαριότητα

Ο χώρος εργασίας και ειδικότερα το τμήμα του εργαστηριακού πάγκου που αντιστοιχεί στον κάθε ασκούμενο, πρέπει να καθαρίζεται επιμελώς πριν από την έναρξη της πειραματικής διαδικασίας καθώς και στο τέλος της. Επίσης τα χρησιμοποιούμενα σκεύη και όργανα πρέπει να είναι καθαρά. Τα στερεά απορρίμματα, όπως χάρτινοι ηθμοί, σπέρτα, σπασμένα γυάλινα όργανα κλπ. πρέπει να ρίχνονται στα δοχεία απορριμάτων, ενώ τα διαλύματα διαφόρων ουσιών και άλλα υγρά πρέπει να χύνονται στους νεροχύτες με ταυτόχρονη διοχέτευση σ' αυτούς άφθονου νερού (της βρύσης) ώστε να αποφεύγεται η καταστροφή των αγωγών αποχέτευσης. Ορισμένα ειδικά αντιδραστήρια πρέπει να συλλέγονται και να μη ρίχνονται στους νεροχύτες.

Τάξη

Η εργασία πρέπει να γίνεται με τάξη και πειθαρχία. Επίσης πρέπει να τηρούνται επακριβώς οι οδηγίες που αναγράφονται στο εργαστηριακό βιβλίο καθώς και εκείνες που δίνονται προφορικά από τον εκάστοτε υπεύθυνο του εργαστηρίου. Επιπλέον, προκειμένου να εξοικονομείται χρόνος αλλά και να διευκολύνεται η πειραματική διαδικασία, επιβάλλεται τα διάφορα όργανα και αντιδραστήρια να επανατοποθετούνται στην αρχική τους θέση μετά τη χρησιμοποίησή τους, έτσι ώστε να μη δαπανάται χρόνος για την ανεύρεσή τους από τους άλλους ασκούμενους.

Χρήση των αντιδραστηρίων

Η τοξικότητα καθώς και ορισμένες άλλες επικίνδυνες ιδιότητες της πλειονότητας των

χημικών ουσιών επιβάλλουν τον προσεκτικό χειρισμό τους. Κατά συνέπεια, η γνώση των ιδιοτήτων αυτών καθίσταται πολύ σημαντική. Με σκοπό να αποφευχθούν ενδεχόμενες δυσάρεστες συνέπειες (ατυχήματα ή αποτυχία των διαφόρων πειραμάτων) πρέπει να τηρούνται τα ακόλουθα:

- α) Να γίνεται προσεκτική ανάγνωση της επιγραφής στις ετικέτες των διαφόρων δοχείων και φιαλών πριν από τη λήψη των αντίστοιχων αντιδραστηρίων. Στις περιπτώσεις, ειδικότερα, χρήσης διαλυμάτων διαφόρων ουσιών πρέπει να δίνεται προσοχή όχι μόνο στην αναγραφόμενη ονομασία ή το μοριακό τύπο της συγκεκριμένης ουσίας αλλά και στη συγκέντρωσή της, εφόσον είναι δυνατό στον ίδιο εργαστηριακό χώρο να βρίσκονται περισσότερα από ένα διαλύματα της ίδιας ουσίας με διαφορετικές συγκεντρώσεις.
- β) Σε καμιά περίπτωση δεν επαναφέρεται χημικό αντιδραστήριο στο δοχείο ή τη φιάλη από την οποία είχε προηγουμένως ληφθεί. Επίσης, ουδέποτε εμβαπτίζονται στις φιάλες σιφόνια, πλην εκείνων που είναι για το σκοπό αυτό. Ο λόγος και στις δύο περιπτώσεις είναι προφανής. Ενδεχόμενο λάθος έχει ως συνέπεια την απόρριψη του συνόλου των αντίστοιχων αντιδραστηρίων.
- γ) Εάν χρειαστεί να διαπιστωθεί η ταυτότητα ενός αντιδραστηρίου που περιέχεται σε μία φιάλη μέσω της οσμής του, κρατείται η φιάλη αρκετά μακριά από το πρόσωπο και δημιουργείται με κατάλληλες κινήσεις του χεριού ρεύμα αέρα, ώστε μικρή μόνο ποσότητα ατμών του αντιδραστηρίου να εισπνευσθεί.
- δ) Επειδή τα περισσότερα χημικά αντιδραστήρια είναι, σε μεγαλύτερο ή μικρότερο βαθμό, τοξικά, σε καμιά περίπτωση δεν πρέπει να δοκιμάζεται ένα αντιδραστήριο με το στόμα. Τέλος, τονίζεται ότι πρέπει να αποφεύγεται η σπατάλη αντιδραστηρίων και να λαμβάνονται από αυτά ελάχιστα μεγαλύτερες ποσότητες απ' όσες ακριβώς χρειάζονται.

Β ΒΑΣΙΚΕΣ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ

Ζύγιση

Η ζύγιση των διαφόρων αντιδραστηρίων και η μέτρηση του όγκου των υγρών ουσιών και διαλυμάτων που πρόκειται να χρησιμοποιηθούν σε μια χημική διεργασία, αποτελούν δύο από τις πιο βασικές, αλλά ταυτόχρονα, και τις πιο παλιές τεχνικές που εφαρμόζονται στο χημικό εργαστήριο. Ειδικότερα, η ζύγιση πραγματοποιείται στη σύγχρονη εποχή με τη χρησιμοποίηση των ημιαυτόματων ηλεκτρικών ζυγών ενός δίσκου ανοικτού ή κλειστού τύπου. Χαρακτηρίζονται ως ημιαυτόματοι διότι το βάρος του δοχείου (απόβαρο ή tara), στο οποίο θα ζυγισθεί στη συνέχεια η ουσία το μετράει με κατάλληλους χειρισμούς ο εκτελών τη ζύγιση και όχι αυτόματα ο ζυγός. Εξάλλου, στους ζυγούς κλειστού τύπου η όλη διάταξη περιβάλλεται από γυάλινα ή πλαστικά τοιχώματα έτσι ώστε τυχόν ρεύματα αέρα να μην επηρεάζουν το αποτέλεσμα της ζύγισης.

Κοινά χαρακτηριστικά των ζυγών όλων των τύπων αποτελούν η ακρίβεια και η ευαισθησία τους. Ως **ακρίβεια** του ζυγού ορίζεται το μικρότερο κλάσμα του γραμμαρίου που

μπορεί να μετρήσει ο συγκεκριμένος ζυγός. Για παράδειγμα, στους ζυγούς ανοικτού τύπου η ακρίβεια είναι 0,01 g ή το πολύ 0,001 g. Στους λεγόμενους αναλυτικούς ζυγούς η ακρίβεια καθίσταται 0,0001 g ή 0,00001 g, ενώ στους μικροαναλυτικούς ζυγούς η ακρίβεια είναι της τάξης του 0,000001 g. Είναι προφανές ότι η επιλογή του συγκεκριμένου τύπου ζυγού που πρόκειται να χρησιμοποιηθεί κάθε φορά, εξαρτάται από την επιθυμητή ακρίβεια στη ζύγιση της ουσίας αλλά και από το συνολικό βάρος της ουσίας αυτής.

Ως **ευαισθησία** του ζυγού χαρακτηρίζεται η ικανότητά του να αποκλίνει από την κατάσταση ισορροπίας του όταν προστεθεί σ' αυτόν ελάχιστο βάρος.

Κατά τη ζύγιση των διαφόρων ουσιών πρέπει να τηρούνται μερικοί βασικοί κανόνες:

1. Ο ζυγός πρέπει να είναι οριζοντιωμένος. Ο ζυγός θεωρείται οριζοντιωμένος όταν η φυσαλίδα που υπάρχει σε κάποιο σημείο του ζυγού βρίσκεται μέσα στο δακτύλιο. Η οριζοντίωση του ζυγού επιτυγχάνεται με ρυθμιστές που βρίσκονται στα κάτω άκρα του ζυγού.
2. Πριν και μετά από κάθε ζύγιση η ένδειξη του ζυγού πρέπει να είναι μηδέν.
3. Η ουσία που πρόκειται να ζυγισθεί **ποτέ δεν τίθεται απευθείας στο δίσκο του ζυγού**. Τοποθετείται πάντοτε σε κάποιο γυάλινο, πλαστικό ή πορσελάνινο σκεύος (ύαλο ωρολογίου, ποτήρι ζέσεως, κάψα).
4. Τα σκεύη που χρησιμοποιούνται πρέπει να είναι καθαρά και στεγνά.
5. Όταν χρειάζεται αυστηρά ποσοτική παραλαβή της ζυγισθείσας ουσίας, για την παρασκευή π.χ ενός διαλύματός της, και εφόσον ο εκτελών την εργασία δεν έχει επαρκή ερ-



(α)



(β)

Εικόνα 1. Ζυγός α) ανοικτού, β) κλειστού τύπου

- γαστρηριακή πείρα, είναι προτιμότερο η ουσία αυτή να ζυγίζεται και να διαλύεται στη συνέχεια σε γυάλινο ποτήρι ζέσεως.
6. Ουδέποτε ζυγίζονται ουσίες όσο είναι ακόμη ζεστές. Πρέπει οπωσδήποτε να προηγηθεί ψύξη στη θερμοκρασία περιβάλλοντος.
 7. Η ζύγιση πτητικών και υγροσκοπικών ουσιών ή ακόμη ουσιών που είναι ευαίσθητες στο οξυγόνο του αέρα, πρέπει να γίνεται μέσα σε ειδικά φιαλίδια.
 8. Σε καμιά περίπτωση δεν επιτρέπεται να εκτελούνται χημικές αντιδράσεις μέσα στο ζυγό.
 9. Στους ζυγούς κλειστού τύπου η υγρασία στο εσωτερικό τους πρέπει να ελέγχεται με την τοποθέτηση και τακτική ανανέωση, κατάλληλου ξηραντικού μέσου, π.χ silica gel. Γι' αυτό το λόγο άλλωστε οι ζυγοί του τύπου αυτού πρέπει να παραμένουν κλειστοί όταν δεν εκτελείται ζύγιση.
 10. Ο ζυγός και ειδικότερα ο δίσκος του, πρέπει να παραμένει **πάντοτε** καθαρός και στεγνός. Αν κατά τη διάρκεια μιας ζύγισης χυθεί μικρό ποσό κάποιας ουσίας, πρέπει να καθαρίζεται **αμέσως** και με μεγάλη προσοχή.

Τέλος, διευκρινίζεται ότι η διαδικασία που ακολουθείται σε μια ζύγιση είναι η ακόλουθη: μετρείται πρώτα το βάρος του σκεύους (απόβαρο), υπολογίζεται κατόπιν το συνολικό βάρος που πρέπει να δείξει ο ζυγός μετά την προσθήκη της ουσίας (συνολικό βάρος = απόβαρο + βάρος ουσίας) και στη συνέχεια προστίθενται, με προσοχή, μικρά ποσά της ουσίας μέχρις ότου η ένδειξη του ζυγού πλησιάσει κατά το δυνατόν το απαιτούμενο συνολικό βάρος.

Μέτρηση του όγκου υγρών

Η μέτρηση του όγκου υγρών (καθαρών ουσιών ή διαλυμάτων) μπορεί να πραγματοποιηθεί με τη χρησιμοποίηση τεσσάρων κατεξοχήν ειδών οργάνων: **των σιφωνίων, των ογκομετρικών κυλίνδρων, των ογκομετρικών φιαλών και των προχοΐδων**. Όλα αυτά τα όργανα είναι κατά κανόνα γυάλινα, ωστόσο σε μερικές περιπτώσεις μπορεί να είναι κατασκευασμένα και από διαφανή πλαστικά (κυρίως οι ογκομετρικοί κύλινδροι και τα σιφώνια).

Σιφώνια

Τα σιφώνια (εικόνα 2) είναι λεπτοί γυάλινοι σωλήνες με ποικίλες χωρητικότητες. Με τον όρο χωρητικότητα νοείται ο μέγιστος όγκος υγρού που μπορεί να μετρηθεί με ένα συγκεκριμένο ογκομετρικό όργανο. Διακρίνονται σε σιφώνια **πλήρωσης** και σε **αριθμημένα** (ή βαθμολογημένα) σιφώνια. Με τα σιφώνια πλήρωσης μπορεί να μετρηθεί ένας μόνον όγκος, αυτός που αναγράφεται στο συγκεκριμένο σιφώνιο, π.χ. 1 mL, 2 mL, 5 mL, 10 mL κλπ. Αντίθετα, με τα αριθμημένα σιφώνια είναι δυνατόν να μετρηθεί μια σειρά από όγκους. Ο αριθμός των όγκων αυτών καθώς και η ακρίβεια στη μέτρησή τους, καθορίζονται από τη συνολική χωρητικότητα των αριθμημένων σιφωνίων αλλά και τις υπάρχουσες σ'αυτά υποδιαιρέσεις.

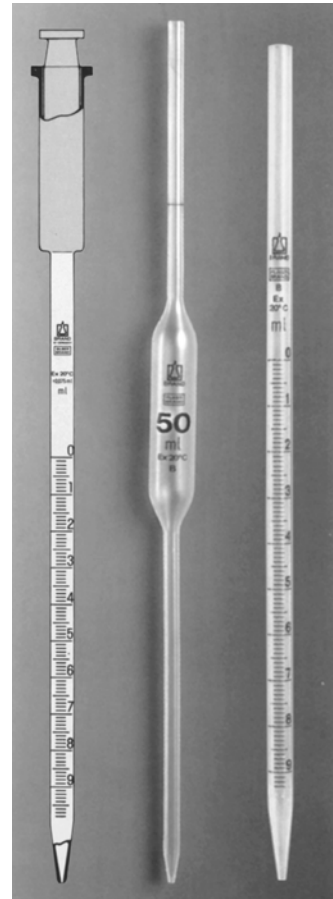
Όσον αφορά τη χρήση των σιφωνίων, ισχύουν οι ακόλουθες γενικές αρχές:

Για τη λήψη κάποιου όγκου ενός υγρού που περιέχεται σε ποτήρι, κωνική φιάλη κλπ. εμ-

βαπτίζεται το σιφώνιο σε επαρκές βάθος μέσα στην υγρή στιβάδα και στη συνέχεια εφαρμόζεται υποπίεση στο εσωτερικό του ρουφώντας με το στόμα από το πάνω άκρο του ενώ ταυτόχρονα παρακολουθείται η ανερχόμενη επιφάνεια του υγρού (μηνίσκος) μέσα στο σιφώνιο. Όταν το επίπεδο του υγρού μέσα στο σιφώνιο ανέλθει λίγο πιο πάνω από την επιθυμητή ένδειξη, απομακρύνεται το σιφώνιο από το στόμα και κλείνεται ταχύτατα το πάνω άκρο με το **δείκτη** του χεριού. Κατόπιν "**παίζοντας**" ελαφρά το δείκτη επιτυγχάνεται ώστε η επιφάνεια του υγρού μέσα στο σιφώνιο να σταθεροποιηθεί στην επιθυμητή ένδειξη. Στη συνέχεια, μετακινείται το σιφώνιο στο αντίστοιχο σκεύος στο οποίο θα μεταφερθεί το υγρό και απομακρύνεται ο δείκτης από το πάνω μέρος του σιφωνίου οπότε εκρέει ελεύθερα το περιεχόμενο υγρό.

Στο σημείο αυτό πρέπει να τονιστούν τα ακόλουθα:

- α) Η χρησιμοποίηση του δείκτη στην παραπάνω διαδικασία είναι απλώς θέμα ευκινήσιας του αντίστοιχου δακτύλου. Εξάλλου, η επιφάνεια του δείκτη δεν πρέπει να είναι ούτε υπερβολικά υγρή ούτε εντελώς ξηρή, αφού και στις δύο αυτές περιπτώσεις καθίσταται εξαιρετικά δύσκολη η σταθεροποίηση της επιφάνειας του υγρού μέσα στο σιφώνιο.
- β) Μετά την εκροή του υγρού από το σιφώνιο παραμένει στο κάτω άκρο του μικρό ποσό υγρού (μία περίπου σταγόνα). Το ποσό αυτό πρέπει να αφήνεται στο σιφώνιο, εκτός και αν είναι διαφορετικές οι οδηγίες που αναγράφονται πάνω στο συγκεκριμένο σιφώνιο.
- γ) Δεν πρέπει σε καμία περίπτωση να χρησιμοποιούνται κοινά σιφώνια για τη μέτρηση του όγκου υγρών και διαλυμάτων που είναι τοξικά, διαβρωτικά ή καυστικά. Στις περιπτώσεις αυτές πρέπει να χρησιμοποιούνται σιφώνια με έμβολο ή η πλήρωση των κοινών σιφωνίων να πραγματοποιείται με τη βοήθεια μικρών πλαστικών αντλιών (πουάρ) (Εικόνα 3).
- δ) Επίσης είναι πολύ σημαντικό να τονιστεί ότι τα σιφώνια πρέπει να εμβαπτίζονται σε αρκετό βάθος μέσα στο διάλυμα. Σε αντίθετη περίπτωση είναι δυνατόν κατά την εφαρμογή υποπίεσης στο σιφώνιο η επιφάνεια του υγρού στο δοχείο που το περιέχει να κατέλθει σε χαμηλότερο επίπεδο από το κάτω άκρο του σιφωνίου με αποτέλεσμα να γίνει αναρρόφηση και το διάλυμα να καταλήξει στο στόμα του ασκουμένου με δυσάρεστα, ενδεχόμενα, αποτελέσματα.



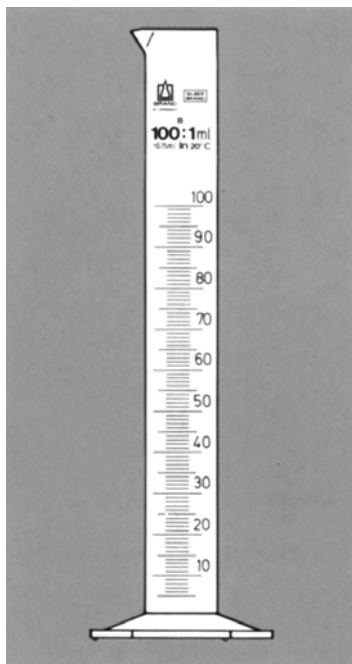
Εικόνα 2. Σιφώνια



Εικόνα 3. Πουάρ

Ογκομετρικοί κύλινδροι

Οι ογκομετρικοί κύλινδροι είναι βαθμολογημένοι κύλινδροι κατασκευασμένοι από γυαλί ή διαφανές πλαστικό. Ο μέγιστος όγκος υγρού που μπορεί να μετρηθεί με ένα συγκεκριμένο ογκομετρικό κύλινδρο καθορίζεται από τη χωρητικότητά του, ενώ ο ελάχιστος όγκος εξαρτάται από τις υπάρχουσες σ' αυτόν υποδιαίρεσεις και, δευτερευόντως, από το μήκος του.



Εκόνα 4. Ογκομετρικός κύλινδρος



Εκόνα 5. Ογκομετρική φιάλη

Ογκομετρικές φιάλες

Οι ογκομετρικές φιάλες είναι γυάλινα, συνήθως, σφαιρικά σκεύη με επίπεδη βάση και μακρόστενο λαιμό, ο οποίος φέρει σε κάποιο σημείο του χαραγή ή έγχρωμη ένδειξη και στο πάνω άκρο του οποίου μπορεί να εφαρμοστεί γυάλινο ή πλαστικό πώμα. Με τις ογκομετρικές φιάλες μπορεί να μετρηθεί ένας καθορισμένος μόνον όγκος υγρού π.χ. 5 mL, 100 mL, 250 mL, 1 L κλπ. Οι ογκομετρικές φιάλες χρησιμοποιούνται, κατεξοχήν, για την παρασκευή διαλυμάτων ορισμένης συγκέντρωσης. Για το σκοπό αυτό το απαιτούμενο ποσό της αντίστοιχης ουσίας ζυγίζεται με ακρίβεια, π.χ. σε ποτήρι ζέσεως, διαλύεται με μικρό ποσό διαλύτη, μεταφέρεται το διάλυμα στην ογκομετρική φιάλη με τη βοήθεια γυάλινου χωνιού, πλύνεται το ποτήρι και το χωνί με λίγο διαλύτη (τα ποσά αυτά του διαλύτη πλύσεως προστίθενται στην ογκομετρική φιάλη) και συμπληρώνεται η ογκομετρική φιάλη μέχρι την ένδειξη. Στη συνέχεια ανακινείται ισχυρά το περιεχόμενο της φιάλης ώστε το διάλυμα να γίνει ομογενές.

Σε καμία περίπτωση δε θερμαίνονται διαλύματα μέσα σε ογκομετρικές φιάλες, ούτε εκτελούνται πειράματα μέσα σ' αυτές.

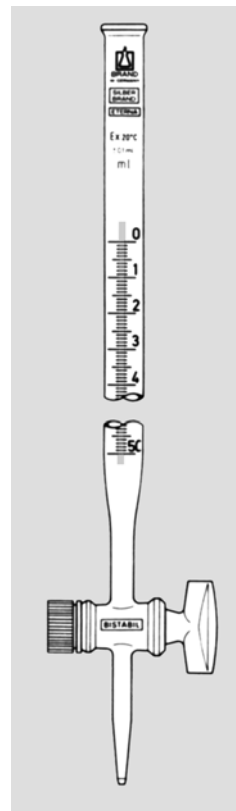
Προχοΐδες

Οι προχοΐδες είναι γυάλινοι βαθμολογημένοι σωλήνες διαφόρων μεγεθών, οι οποίοι στο ένα άκρο τους φέρουν στρόφιγγα. Χρησιμοποιούνται στις περιπτώσεις που απαιτείται προσθήκη, κατά μικρά ποσά και με ακρίβεια, ενός υγρού ή διαλύματος σε ένα άλλο και, κυρίως, στην ογκομετρική ανάλυση. Στο χημικό εργαστήριο χρησιμοποιούνται συνήθως προχοΐδες που έχουν χωρητικότητα 50 mL και ο ελάχιστος όγκος που μπορεί να μετρηθεί μ' αυτές είναι 0,1 mL (αντιστοιχεί σε δύο περίπου σταγόνες). Πριν χρησιμοποιηθεί μια προχοΐδα πρέπει να ελεγχθεί αν είναι καθαρή και αν λειτουργεί σωστά η στρόφιγγά της. Για το σκοπό αυτό πλύνεται επανειλημμένα με νερό της βρύσης, στη συνέχεια με νερό απιονισμένο και κατόπιν αφήνεται να στεγνώσει στον αέρα. Εάν υπάρχει στενότητα χρόνου πλύνεται, μετά το απιονισμένο νερό, με μικρή ποσότητα διαλύματος με το οποίο πρόκειται στη συνέχεια να γεμίσει. Όσον αφορά τη στρόφιγγα, δεν πρέπει να είναι πολύ σφικτή αλλά ούτε και υπερβολικά χαλαρή. Για το λόγο αυτό λιπαίνονται οι εσωτερικές (εσφυρισμένες) επιφάνειες με κατάλληλη λιπαντική ουσία (βαζελίνη ή σιλικόνη). Στις σύγχρονες προχοΐδες το εσωτερικό τμήμα της στρόφιγγας είναι κατασκευασμένο από teflon και γι' αυτό δε χρειάζεται λίπανση. Για την πλήρωση της προχοΐδας ακολουθείται η εξής διαδικασία: προστίθεται σ' αυτή διάλυμα (με τη βοήθεια μικρού ποτηριού) μέχρις ότου η επιφάνεια του υγρού βρεθεί μερικά mL πάνω από το μηδέν. Στη συνέχεια, με κατάλληλο χειρισμό της στρόφιγγας, αφήνεται να εκρεύσει το επιπλέον ποσό του διαλύματος μέχρις ότου η επιφάνειά του μέσα στην προχοΐδα κατέλθει στην ένδειξη μηδέν. Στη φάση αυτή πρέπει οπωσδήποτε **να γεμίσει με διάλυμα το τμήμα της προχοΐδας από τη στρόφιγγα μέχρι το κάτω άκρο της**. Οι τυχόν προσκολλημένες στα τοιχώματα φυσαλίδες αέρα, μπορούν να απομακρυνθούν με ελαφρά κτυπήματα στην προχοΐδα.

Σχετικά με την ορθή χρήση των προχοΐδων είναι χρήσιμο να τονιστούν τα ακόλουθα:

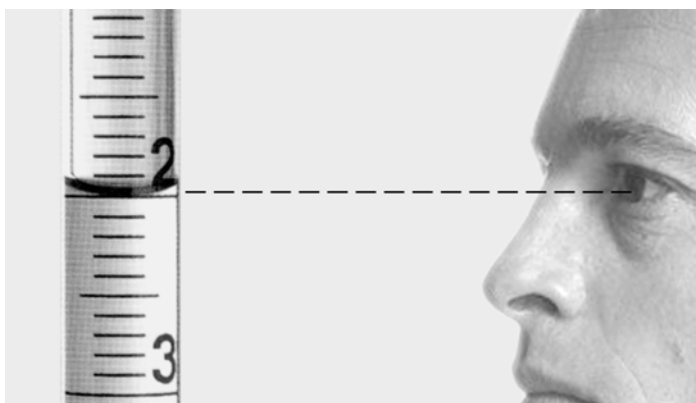
- Πρέπει να ελέγχεται πριν από την έναρξη της ογκομέτρησης αν υπάρχει επαρκής ποσότητα διαλύματος μέσα σ' αυτές.
- Πρέπει να διαβάζεται αλλά και να σημειώνεται ο όγκος του διαλύματος πριν και μετά την εκτέλεση του ενός πειράματος.
- Σε περίπτωση που πρέπει να χρησιμοποιηθεί κάποιο διαφορετικό διάλυμα σε ένα νέο πείραμα, η προχοΐδα αδειάζεται, καθαρίζεται σύμφωνα με όσα αναφέρθηκαν παραπάνω και γεμίζεται με το νέο διάλυμα.
- Μετά το τέλος των πειραμάτων πρέπει και πάλι να αδειάζεται η προχοΐδα, να πλύνεται και να προστίθεται σ' αυτή νερό.

Αναφορικά με τα όργανα μέτρησης όγκου που περιγράφηκαν προηγουμένως είναι αναγκαίο να γίνουν μερικές γενικές, πολύ σημαντικές παρατηρήσεις. Ειδικότερα:



Εικόνα 6. Προχοΐδα

1. Η ακρίβεια στη μέτρηση ενός όγκου εξαρτάται από το μέγεθος του μετρημένου όγκου καθώς και από τη διάμετρο του τμήματος εκείνου του οργάνου, στο οποίο υπάρχει η αντίστοιχη γραμμή. Είναι προφανές ότι όσο μεγαλύτερος είναι ο μετρούμενος όγκος και όσο μικρότερη είναι η διάμετρος τόσο μεγαλύτερη είναι η επιτυγχανόμενη ακρίβεια κατά τη μέτρηση του όγκου. Επίσης, είναι φανερό ότι μεγαλύτερη ακρίβεια επιτυγχάνεται γενικώς κατά τη χρήση ογκομετρικών φιαλών, προχοϊδων και σιφωνίων πληρώσεως ενώ μικρότερη κατά τη χρήση ογκομετρικών κυλίνδρων και αριθμημένων σιφωνίων.
2. Όπως είναι γνωστό, ο όγκος των υγρών μεταβάλλεται συναρτήσει της θερμοκρασίας, όπως εξάλλου και του υλικού από το οποίο είναι κατασκευασμένα τα ογκομετρικά όργανα. Κατά συνέπεια μεταβάλλεται, συναρτήσει της θερμοκρασίας, και η χωρητικότητα των οργάνων αυτών. Για τους λόγους αυτούς η βαθμολόγηση των ογκομετρικών οργάνων γίνεται σε κάποια συγκεκριμένη θερμοκρασία. Η θερμοκρασία αυτή αναγράφεται στο κάθε όργανο και είναι κατά κανόνα 20°C (θερμοκρασία δωματίου). Εφόσον η θερμοκρασία του χώρου εργασίας καθώς και των διαλυμάτων δεν αποκλίνει σημαντικά από τους 20°C , το σφάλμα που εισάγεται στη μέτρηση του όγκου είναι σχετικά μικρό. Εάν όμως η απόκλιση της θερμοκρασίας είναι μεγάλη, τότε πρέπει να επαναβαθμολογηθεί το όργανο στη νέα θερμοκρασία.
3. Εξαιτίας των τριχοειδών φαινομένων, η επιφάνεια του υγρού μέσα στα ογκομετρικά όργανα εμφανίζει μεγαλύτερη ή μικρότερη καμπυλότητα (δημιουργείται μηνίσκος) ανάλογα με το μέγεθος της διαμέτρου στο συγκεκριμένο τμήμα του οργάνου.
4. Κατά τη μέτρηση του όγκου, δηλαδή τον προσδιορισμό της γραμμής στην οποία αντιστοιχεί το σημείο μέγιστης καμπυλότητας του μηνίσκου, το μάτι του πειραματιστή πρέπει να βρίσκεται στο ύψος της γραμμής αυτής (εικόνα 7), διαφορετικά η ανάγνωση θα είναι εσφαλμένη.



Εικόνα 7. Έλεγχος στάθμης υγρού

5. Για όλους τους λόγους που αναφέρθηκαν προηγουμένως, η ακρίβεια στη μέτρηση των όγκων είναι, γενικά, μικρότερη απ' ό,τι στη μέτρηση των βαρών.

Τέλος, αναφέρεται ότι στα ποτήρια ζέσης και τις κωνικές φιάλες, δύο από τα πιο κοινά όργανα στο χημικό εργαστήριο, αναγράφονται ενδείξεις που αφορούν τιμές όγκου. Πρέπει ωστόσο να τονιστεί ότι οι τιμές αυτές όγκου είναι εντελώς προσεγγιστικές και, παρόλο που

είναι πολύ συχνά εξαιρετικά χρήσιμες, τα ποτήρια ζέσης και οι κωνικές φιάλες δεν μπορούν να χαρακτηριστούν ως ογκομετρικά όργανα.

Θέρμανση

Κατά την εκτέλεση των διαφόρων χημικών πειραμάτων απαιτείται πολλές φορές θέρμανση και, επίσης, θέρμανση εφαρμόζεται όταν χρειάζεται να αυξηθεί η ταχύτητα της αντίστοιχης αντίδρασης.

Η απαιτούμενη θέρμανση μπορεί να επιτευχθεί με πολλούς τρόπους. Ο πιο παλιός από αυτούς αφορά τη χρήση του λύχνου Bunsen. Ο λύχνος αυτός λειτουργεί με την παροχή αέριας καύσιμης ύλης (φωταέριου παλιότερα, βουτανίου ή φυσικού αερίου σήμερα) και σε συνδυασμό με μεταλλικό τρίποδα και πλέγμα αμιάντου (Εικόνα 8).

❖ Κατά τη χρήση του λύχνου Bunsen πρέπει να εφαρμοστούν επακριβώς οι οδηγίες που θα δοθούν από τον υπεύθυνο του εργαστηρίου.

Στη σύγχρονη εποχή, εκτεταμένη είναι η χρήση διαφόρων ηλεκτρικών συσκευών οι οποίες φέρουν θερμαινόμενους μανδύες (εικόνα 9α) ή, κυρίως, θερμαινόμενες πλάκες (εικόνα 9β). Ειδικότερα στις τελευταίες, εκτός από τη θέρμανση υπάρχει δυνατότητα και για ταυτόχρονη ανάδευση, εφόσον κάτω από τη μεταλλική πλάκα υπάρχει μαγνήτης ο οποίος περιστρέφεται με τη βοήθεια ηλεκτροκινητήρα. Έτσι, κατά την περιστροφή του συμπαρασύρει σε περιστροφική κίνηση μικρό μαγνητάκι επενδεδυμένο με πλαστικό (Εικόνα 20, σελ. 29), το οποίο βρίσκεται μέσα στο δοχείο που είναι τοποθετημένο πάνω στη μεταλλική πλάκα της συσκευής, με αποτέλεσμα η ανάδευση του περιεχομένου του δοχείου να καθίσταται εξαιρετικά αποτελεσματική.



Εικόνα 8. Λύχνος Bunsen με μεταλλικό τρίποδα και πλέγμα



(α)



(β)

Εικόνα 9. α) Θερμαινόμενος μανδύας, β) συσκευή με θερμαινόμενη πλάκα



Εικόνα 10. Υδρόλουτρο



Εικόνα 11. Πυριατήριο

Επίσης πολύ χρήσιμα είναι τα διάφορα λουτρά θέρμανσης, όπως υδρόλουτρα, ελαιόλουτρα κλπ. Η χρήση των λουτρών αυτών εξαρτάται από τη μέγιστη τιμή θερμοκρασίας που μπορεί να επιτευχθεί με αυτά. Έτσι στα υδρόλουτρα, τα οποία είναι μεταλλικά δοχεία που περιέχουν νερό, το περιεχόμενό τους μπορεί να θερμανθεί ηλεκτρικά μέχρι το πολύ 100 °C. Στα ελαιόλουτρα χρησιμοποιούνται διάφορα λιπαντικά έλαια (ορυκτέλαια, σιλικόνες) και η μέγιστη θερμοκρασία μπορεί να φθάσει τους 350 °C. Ακόμη, για θέρμανση χρησιμοποιούνται τα λεγόμενα πυριατήρια (Εικόνα 11) καθώς και οι κλίβανοι (κοινώς φούρνοι). Και στις δύο περιπτώσεις η θέρμανση επιτυγχάνεται ηλεκτρικά. Όμως στα πυριατήρια η θερμοκρασία μπορεί να φθάσει το πολύ μέχρι τους 300 °C και η χρήση τους σχετίζεται με την ξήρανση διαφόρων ουσιών καθώς και το στέγνωμα γυάλινων οργάνων. Στους κλίβανους η θερμοκρασία μπορεί να ξεπεράσει τους 1000 °C και, γι' αυτό το λόγο, χρησιμοποιούνται σε διάφορες χημικές συνθέσεις κατά τις οποίες απαιτούνται υψηλές τιμές θερμοκρασίας καθώς και στην ποσοτική χημική ανάλυση.

Σχετικά με τη θέρμανση πρέπει να τονιστούν τα ακόλουθα σημεία:

- ♦ Όταν θερμαίνονται γυάλινα ή πορσελάνινα σκεύη πρέπει αυτά να είναι στεγνά στην εξωτερική τους επιφάνεια, διαφορετικά υπάρχει κίνδυνος να σπάσουν.
- ♦ Η θέρμανση δοχείων και σκευών που περιέχουν εύφλεκτες ουσίες, όπως π.χ. αιθέρες, αλκοόλες, διθειάνθρακα (CS₂) κλπ., σε καμιά περίπτωση δεν πρέπει να πραγματοποιείται με τη χρησιμοποίηση "γυμνής" φλόγας ή συσκευών με θερμαινόμενες επιφάνειες αλλά με τη βοήθεια κάποιου λουτρού.

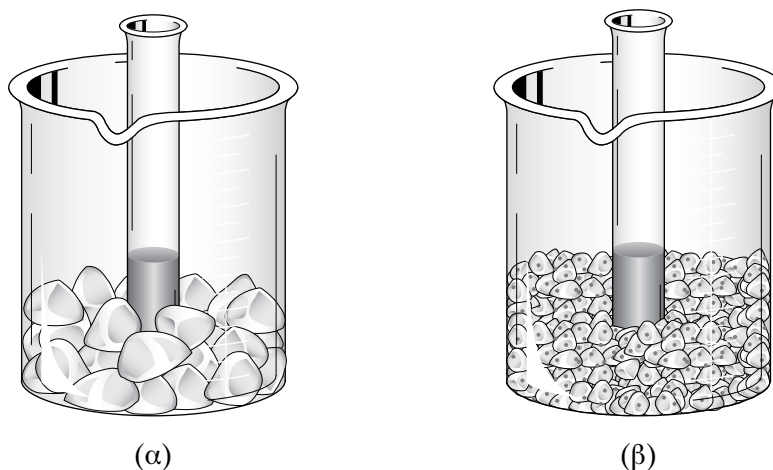
- ♦ Ποτέ δε θερμαίνονται πωματισμένα δοχεία και μάλιστα όταν σ' αυτά λαμβάνει χώρα μία αντίδραση κατά την οποία εκλύεται αέριο.
- ♦ Ειδικότερα κατά τη θέρμανση του περιεχομένου ενός δοκιμαστικού σωλήνα πρέπει αυτός να ανακινείται συνεχώς και ισχυρά, ώστε να αποφεύγεται τοπική υπερθέρμανση του περιεχόμενου υγρού με αποτέλεσμα την εκτίναξή του ή, ακόμη και την ενδεχόμενη θραύση του σωλήνα. Επιπλέον το ανοικτό άκρο του σωλήνα να μην είναι στραμμένο στο πρόσωπο κάποιου.

Ψύξη

Κατά τη διεξαγωγή ενός πειράματος απαιτείται πολλές φορές ψύξη για την επιτυχή έκβαση της πορείας του.

Η ψύξη είναι απαραίτητη όταν η αντίδραση που πραγματοποιείται κατά τη διεξαγωγή ενός πειράματος είναι "βίαιη", δηλαδή εμφανίζεται εξαιρετικά εξώθερμη και, ενδεχόμενα, ταχύτατη οπότε παράγονται μεγάλα ποσά θερμότητας τα οποία πρέπει να απομακρυνθούν με αποτελεσματικό τρόπο. Ψύξη απαιτείται και σε περιπτώσεις κατά τις οποίες το προϊόν ή και οι αντιδρώσες ουσίες είναι θερμικώς ασταθείς και μπορεί να διασπαστούν. Η ψύξη επιτυγχάνεται, γενικά, με τη χρησιμοποίηση ενός ψυκτικού μέσου. Η επιλογή του μέσου αυτού βασίζεται σε δύο παράγοντες: α) την ελάχιστη θερμοκρασία που μπορεί να επιτευχθεί με τη χρησιμοποίηση ενός συγκεκριμένου μέσου και η οποία εξαρτάται από το σ.τ. του, και β) από την ικανότητα απομάκρυνσης της παραγόμενης θερμότητας από το συγκεκριμένο μέσο (δηλαδή τη θερμοχωρητικότητά του).

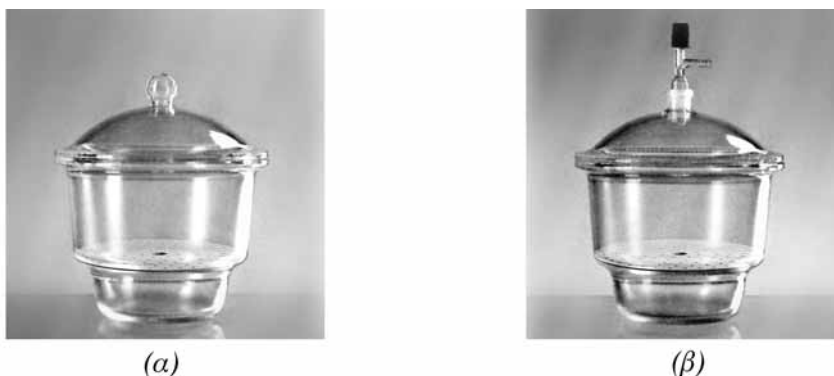
Το πιο κοινό και εύχρηστο μέσο ψύξης είναι το **νερό**, λόγω του χαμηλού κόστους αλλά και της μεγάλης θερμοχωρητικότητάς του. Αν το νερό χρησιμοποιηθεί μαζί με **πάγο** (παγόλουτρο) η ψυκτική ικανότητα του μίγματος εμφανίζεται ενισχυμένη (θερμοκρασία $0\text{ }^{\circ}\text{C}$) (Εικόνα 12α). Ακόμη χαμηλότερες θερμοκρασίες ($-10\text{ }^{\circ}\text{C}$) επιτυγχάνονται αν σε θρυμματισμένο πάγο προστεθεί **μαγειρικό άλας** (NaCl) (Εικόνα 12β). Άλλα ψυκτικά μέσα είναι ο "**ξηρός πάγος**" (στερεό CO_2) και το **υγρό άζωτο** οπότε επιτυγχάνονται θερμοκρασίες $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ και $-186\text{ }^{\circ}\text{C}$ αντίστοιχα. Όταν οι ουσίες αυτές αναμιχθούν με διάφορους οργανικούς διαλύτες προκύπτουν ψυκτικά μίγματα με ακόμη χαμηλότερες θερμοκρασίες.



Εικόνα 12. Τρόποι ψύξης, α) πάγος, β) πάγος + NaCl

Ξήρανση

Πολλές στερεές χημικές ουσίες είναι ένυδρες. Σε μερικές περιπτώσεις είναι απαραίτητο να απομακρυνθεί το περιεχόμενο νερό πριν από τη χρησιμοποίηση της ουσίας σε μια χημική αντίδραση, δηλαδή η ουσία να έχει προηγουμένως ξηρανθεί. Εξάλλου, χημικές ενώσεις που παρασκευάζονται στο εργαστήριο, αλλά και έτοιμα εμπορικά προϊόντα, περιέχουν συνήθως υγρασία ή υπολείμματα από οργανικούς διαλύτες που πρέπει επίσης να απομακρυνθούν, δηλαδή οι ουσίες αυτές να υποβληθούν σε ξήρανση. Ο τρόπος ξήρανσης μιας ουσίας εξαρτάται από τη φύση της αλλά και από την ταχύτητα με την οποία απαιτείται να γίνει η ξήρανση. Έτσι, εφόσον η ουσία δεν είναι ευπαθής και υπάρχει ευχέρεια χρόνου αφήνεται απλώς να ξηρανθεί στην ατμόσφαιρα. Εάν χρειάζεται να συντομευτεί ο χρόνος ξήρανσης πρέπει να εφαρμοστεί υποπίεση ή θέρμανση ή ακόμη συνδυασμός και των δύο. Στην πρώτη περίπτωση χρησιμοποιούνται, συνήθως, οι ξηραντήρες. Οι συσκευές αυτές είναι γυάλινα δοχεία με χονδρά τοιχώματα που κλείνουν με γυάλινο επίσης κάλυμμα (εικόνα 13α).



Εικόνα 13. Ξηραντήρες: α) απλός, β) κενού

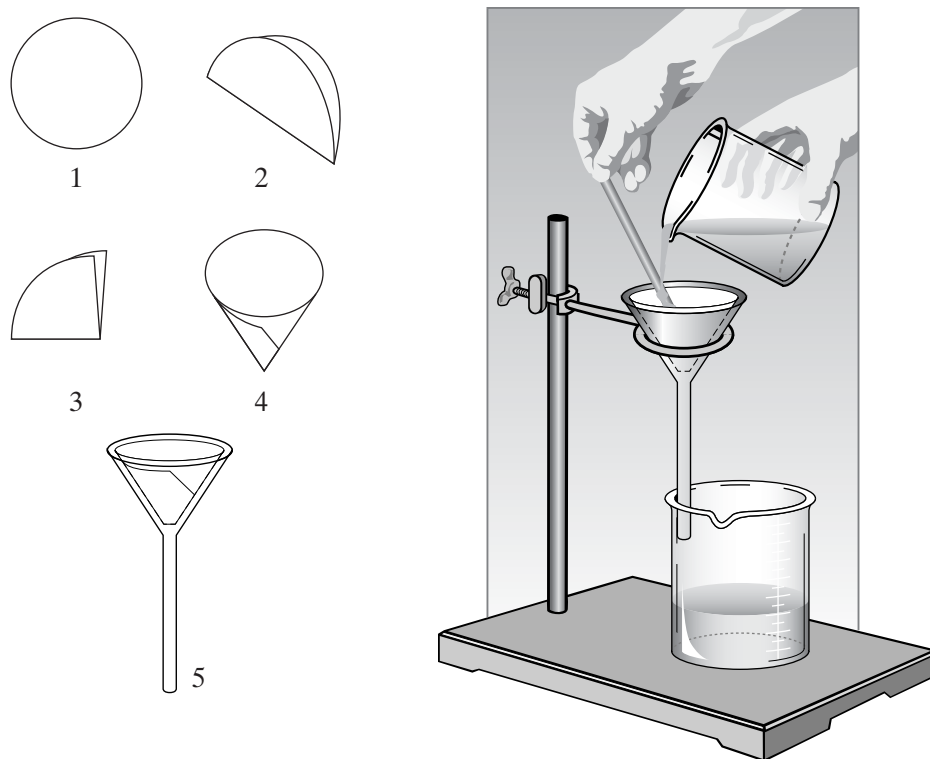
Μέσα στο δοχείο υπάρχει διάτρητη βάση από πορσελάνη πάνω στην οποία τοποθετείται το δοχείο που φέρει την προς ξήρανση ουσία, ενώ κάτω απ' αυτήν τοποθετείται ξηραντική ουσία (άνυδρο CaCl_2 , silica gel, P_2O_5 κλπ.). Οι λεγόμενοι ξηραντήρες κενού (εικόνα 13β) φέρουν στο κάλυμμά τους στρόφιγγα, η οποία μπορεί να συνδεθεί με διάταξη δημιουργίας κενού. Με τον τρόπο αυτό ελαττώνεται ισχυρά η πίεση στο εσωτερικό του ξηραντήρα και έτσι επιταχύνεται η ξήρανση των ουσιών. Για ταχεία ξήρανση με ταυτόχρονη θέρμανση χρησιμοποιούνται ξηραντήρες κενού στο εσωτερικό των οποίων μπορεί να αυξηθεί η θερμοκρασία με ηλεκτρική θέρμανση.

Η διαδικασία της ξήρανσης μπορεί να επιταχυνθεί και με απλή θέρμανση. Για το σκοπό αυτό χρησιμοποιούνται τα πυριατήρια. Πρέπει να τονιστεί ότι η θερμοκρασία στο εσωτερικό των πυριατηρίων είναι αναγκαίο να διατηρείται κάτω από το σημείο τήξης ή διάσπασης (σ.τ.) της ουσίας διότι διαφορετικά μπορεί να λάβει χώρα διάσπασή της.

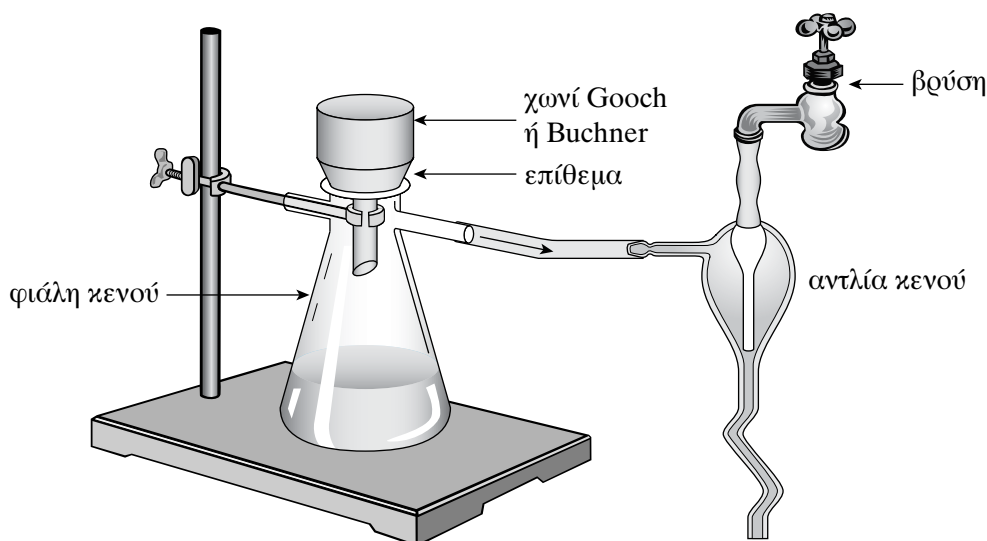
Διήθηση

Η τεχνική αυτή είναι πολύ συνηθισμένη στο χημικό εργαστήριο και εφαρμόζεται τόσο στην ανάλυση όσο και στη συνθετική χημεία. Συνίσταται συγκεκριμένα στο διαχωρισμό

στερεής φάσης από υγρή με τη βοήθεια ηθμού. Η πιο απλή και συνηθισμένη πειραματική διάταξη για την πραγματοποίηση διηθήσεων αποτελείται από χάρτινο ηθμό (φίλτρο) με ποικίλο, κατά περίπτωση, μέσο μέγεθος πόρων και γυάλινο χωνί. Ο ηθμός κόβεται σε κυκλικό σχήμα και διπλώνεται δύο φορές (σε ορθή γωνία), ώστε όταν κρατηθούν μαζί τα τρία τεταρτοκύκλια από τη μία πλευρά και το τέταρτο από την άλλη να δημιουργείται χάρτινος κώνος (εικόνα 14). Ο κώνος αυτός τοποθετείται στο γυάλινο χωνί που στηρίζεται σε μεταλλικό δακτύλιο, ο οποίος είναι σταθερά συνδεδεμένος σε κατάλληλο στήριγμα. Το πάνω άκρο του ηθμού πρέπει να βρίσκεται χαμηλότερα περίπου 1 cm από το άκρο του χωνιού. Προστίθεται, κατόπιν στον ηθμό, μικρό ποσό του ίδιου διαλύτη, ώστε αυτός να εφαρμόσει στο χωνί και ακολουθεί η διήθηση. Κατά τη διαδικασία της διήθησης το μίγμα υγρού - στερεού μεταφέρεται στον ηθμό με τη βοήθεια γυάλινης ράβδου (Εικόνα 14) κατά μικρά ποσά και μετά από προηγούμενη κάθε φορά ανακίνηση, ώστε η μεταφορά του να είναι κατά το δυνατόν πληρέστερη. Είναι προφανές ότι με τη χρησιμοποίηση της παραπάνω διάταξης η διήθηση επιτυγχάνεται απλά με την επίδραση της βαρύτητας και γι' αυτό το λόγο είναι σχετικά βραδεία, ιδίως όταν το στερεό (ίζημα) είναι εξαιρετικά λεπτόκοκκο. Η διαδικασία της διήθησης μπορεί να επιταχυνθεί σημαντικά αν εφαρμοστεί ελαττωμένη πίεση με τη χρησιμοποίηση μιας αντλίας π.χ. υδραντλίας (Εικόνα 15). Στην περίπτωση αυτή πρέπει να χρησιμοποιηθούν χωνιά Buchner ή χωνιά Gooch (με ή χωρίς "πόδι"), φιάλη κενού (παχύτοιχη κωνική φιάλη με πλευρικό σωλήνα) και, επίσης, λαστιχιένια επιθέματα και λαστιχένιοι σωλήνες ανθεκτικοί στο κενό. Τα χωνιά Buchner είναι πορσελάνινα ή πλαστικά και φέρουν ενδιάμεσα διάτρητη πλάκα πάνω στην οποία τοποθετείται κυκλικός χάρτινος ηθμός, μέσω του οποίου ακριβώς γίνεται η διήθηση. Στα χωνιά Gooch η διήθηση πραγματοποιεί-



Εικόνα 14. Προετοιμασία του ηθμού και διαδικασία διήθησης



Εικόνα 15. Διάταξη διήθησης υπό κενό

ται μέσω μιας πλάκας η οποία δημιουργείται από τη θέρμανση κοκκιδίων υάλου με τρόπο ώστε τα κοκκίδια αυτά να μισοτακούν και να συνενωθούν μεταξύ τους, χωρίς ωστόσο να σχηματίζουν ένα αδιαπέραστο στρώμα. Το μέσο μέγεθος των πόρων στα χωνιά αυτά εξαρτάται από το (μέσο) μέγεθος των κοκκιδίων υάλου που χρησιμοποιήθηκε. Ανάλογα με το μέσο μέγεθος πόρων και από το μεγαλύτερο προς το μικρότερο, τα χωνιά Gooch χαρακτηρίζονται ως G_0 , G_1 , G_2 κλπ.

Σημειώνεται επίσης, ότι είναι δυνατόν να ενδιαφέρει, κατά περίπτωση, η παραλαβή μόνο του στερεού, οπότε το **διήθημα** (δηλαδή το υγρό που περνάει μέσω του ηθμού) απορρίπτεται ή αντίθετα, μόνο το διήθημα οπότε απορρίπτεται το ίζημα ή ακόμη, η παραλαβή και των δύο.

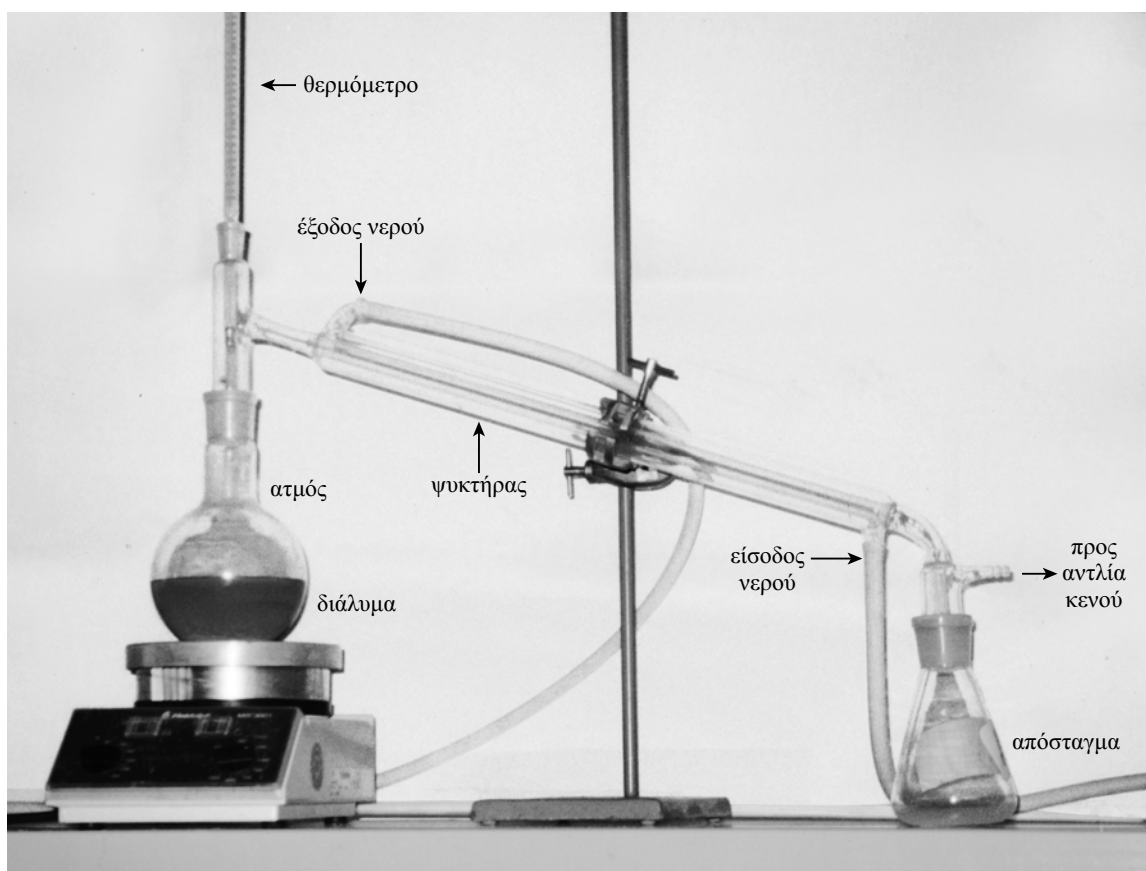
Η διήθηση μαζί με την απόχυση και τη φυγοκέντριση αποτελούν τεχνικές διαχωρισμού φάσεων (στερεής - υγρής).

Απόσταξη

Η απόσταξη είναι μια εργαστηριακή διεργασία με βάση την οποία καθαρίζεται ένα υγρό, (απομακρύνονται δηλαδή από αυτό τυχόν υπάρχουσες προσμίξεις) ή διαχωρίζεται στα συστατικά του ένα μίγμα υγρών ουσιών, στην περίπτωση που τα συστατικά συνυπάρχουν στο μίγμα σε σημαντικό ποσοστό το καθένα, οπότε η όλη διαδικασία χαρακτηρίζεται ως κλασματική απόσταξη.

Κατά την πραγματοποίηση της απόσταξης το υγρό ή το μίγμα των υγρών θερμαίνεται μέχρι βρασμού και στη συνέχεια οι παραγόμενοι ατμοί συμπυκνώνονται με ψύξη (απόσταγμα). Η εργαστηριακή διάταξη απόσταξης (εικόνα 16α) αποτελείται από τα εξής επιμέρους γυάλινα τμήματα: τη **φιάλη** (στην οποία τίθεται η προς απόσταξη ουσία), κατάλληλο **επίθεμα** που τοποθετείται στο λαιμό της φιάλης και στο οποίο μπορεί να προσαρμοσθεί **θερμόμετρο** και **ψυκτήρας** και επίσης δοχείο ως υποδοχέα του αποστάγματος.

Η απόσταξη μπορεί να πραγματοποιηθεί υπό ατμοσφαιρική πίεση όταν το υγρό έχει σχετικά χαμηλό σ.ζ. ή υπό "κενό", δηλαδή υπό ελαττωμένη πίεση, όταν το σ.ζ. είναι υψηλό ή



Εικόνα 16α) Συσκευή απόσταξης



Εικόνα 16β) Συσκευή περιστροφικού αποστακτήρα

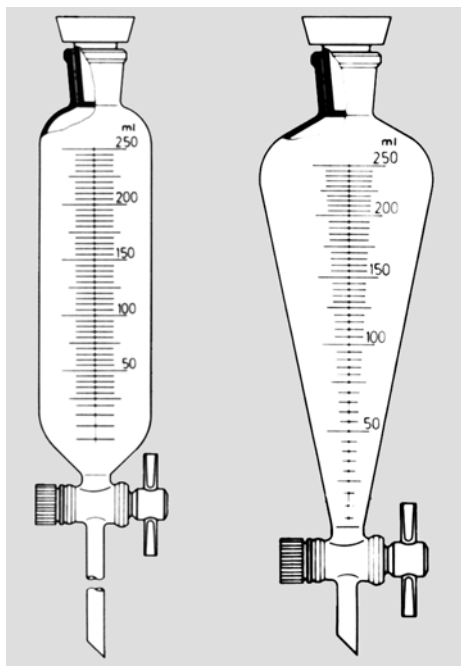
η ουσία διασπάται αν θερμανθεί έντονα. Στην τελευταία περίπτωση στη συσκευή απόσταξης και μεταξύ ψυκτήρα και υποδοχέα του αποστάγματος παρεμβάλλεται επίθεμα το οποίο επιτρέπει τη σύνδεση με αντλία κενού. Συνεπώς πρέπει να αναφέρεται κάθε φορά όχι μόνο η θερμοκρασία (ή η περιοχή θερμοκρασιών) στην οποία αποστάζει μια ουσία (ή κάποιο συγκεκριμένο κλάσμα ενός μίγματος) αλλά και η πίεση που εφαρμόζεται κατά την απόσταξη. Σημειώνεται ότι η εργαστηριακή τεχνική της απόσταξης έχει μεγάλη σημασία στο χώρο της οργανικής χημείας, για το λόγο ότι μεγάλο μέρος των οργανικών ενώσεων είναι υγρά υπό τις συνήθεις συνθήκες θερμοκρασίας και πίεσης και επίσης, κατά τις αντιδράσεις παρασκευής οργανικών ενώσεων προκύπτει, κατά κανόνα, μια σειρά από ισομερή. Αντίθετα το μέγιστο ποσοστό των ανόργανων ενώσεων είναι στερεά και για τον καθαρισμό τους εφαρμόζονται άλλες μέθοδοι, π.χ. ανακρυστάλλωση.

Εκχύλιση

Με τον όρο εκχύλιση νοείται η παραλαβή μιας ουσίας από μίγμα διαφόρων στερεών ουσιών με τη βοήθεια ενός διαλυτικού μέσου. Διαφέρει από την απλή διάλυση στο ότι είναι διαλυτή στο συγκεκριμένο διαλύτη μόνο η ουσία που ενδιαφέρει, ενώ οι υπόλοιπες ουσίες του μίγματος δεν είναι.

Επίσης, ως εκχύλιση χαρακτηρίζεται η παραλαβή μιας ουσίας από διάλυμά της σε κάποιο διαλύτη με τη χρησιμοποίηση ενός δεύτερου διαλύτη. Στην περίπτωση αυτή για να μπορεί να λάβει χώρα επιτυχώς η εκχύλιση πρέπει:

- α) Η διαλυτότητα της ουσίας να είναι σημαντικά μεγαλύτερη στο δεύτερο διαλύτη απ'ότι στον πρώτο.
- β) Η αμοιβαία διαλυτότητα των δύο διαλυτών (δηλαδή του καθενός διαλύτη στον άλλο) να είναι περιορισμένη, ώστε να είναι δυνατός, τελικά, ο διαχωρισμός τους σε δύο διάκριτες υγρές στιβάδες.
- γ) Είναι φανερό ότι οι δύο χρησιμοποιούμενοι διαλύτες δεν πρέπει να αντιδρούν μεταξύ τους ούτε, βέβαια, με την ουσία. Η προϋπόθεση αυτή έχει γενικότερη ισχύ και αφορά όλες τις εργαστηριακές τεχνικές στις οποίες χρησιμοποιούνται διαλυτικά μέσα.



Εικόνα 17. Διαχωριστικά χωνιά

Η εφαρμογή της παραπάνω μεθόδου είναι απλή. Το διάλυμα της ουσίας μεταφέρεται σε δοχείο που στο κάτω άκρο του φέρει στρόφιγγα και το οποίο μπορεί να πωματιστεί (διαχωριστικό χωνί) (εικόνα 17). Στο δοχείο αυτό προστίθεται ο δεύτερος διαλύτης και το μίγμα ανακινείται ισχυρά. Κατόπιν αφήνεται σε ηρεμία ώστε να εμφανιστούν δύο υγρές στιβάδες και παραλαμβάνεται με προσεκτικό άνοιγμα της στρόφιγγας εκείνη που

ενδιαφέρει. Με μερική ή ολική εξάτμιση του διαλύτη της στιβάδας αυτής μπορεί να ανακτηθεί στη συνέχεια η ουσία (προφανώς, η ανάκτηση της ουσίας δεν μπορεί να είναι ποσοτική).

Κρυστάλλωση - Ανακρυστάλλωση

Η κρυστάλλωση είναι μέθοδος απομόνωσης και παραλαβής μιας ουσίας, από το μίγμα π.χ. μιας αντίδρασης, υπό μορφή κρυσταλλικού στερεού (όχι άμορφου). Για το σκοπό αυτό επιλέγεται ένας διαλύτης ή μίγμα διαλυτών, στο οποίο οι αντιδρώσες ουσίες είναι περισσότερο ή λιγότερο διαλυτές, ενώ το προϊόν της αντίδρασής τους είναι δυσδιάλυτο σπανιότερα το αντίστροφο. Έτσι, το ίζημα το οποίο προκύπτει κατά τη συγκεκριμένη αντίδραση μπορεί να παραληφθεί με μια απλή διήθηση. Το ίζημα αυτό μπορεί να καθαριστεί (δηλαδή να απομακρυνθούν τυχόν υπάρχουσες προσμίξεις) με τη διάλυσή του σε κατάλληλο διαλύτη στον οποίο η ουσία που ενδιαφέρει είναι διαλυτή ενώ οι συνυπάρχουσες προσμίξεις είναι δυσδιάλυτες, οπότε με διήθηση μπορούν να απομακρυνθούν. Στη συνέχεια, με τη συμπύκνωση του διηθήματος "κρυσταλλώνεται" η κυρίως ουσία, δηλαδή αποβάλλεται υπό μορφή κρυσταλλικού στερεού. Η διαδικασία αυτή χαρακτηρίζεται ως ανακρυστάλλωση. Φυσικά, είναι δυνατόν οι υπάρχουσες προσμίξεις να παρουσιάζουν μεγαλύτερη διαλυτότητα στο συγκεκριμένο διαλύτη από την κυρίως ουσία, οπότε μετά την κρυστάλλωση της τελευταίας να παραμείνουν αυτές στο διάλυμα και έτσι να απομακρυνθούν με τη διήθηση. Εξάλλου, είναι δυνατόν να συνυπάρχουν σε ένα διάλυμα, υδατικό ή μη, μια σειρά από ουσίες οι οποίες να εμφανίζουν αξιόλογη διαλυτότητα στο συγκεκριμένο διαλύτη. Στην περίπτωση αυτή κατά τη συμπύκνωση του διαλύματος κρυσταλλώνεται πρώτα η λιγότερο διαλυτή ουσία, μετά αυτή που έχει την αμέσως μεγαλύτερη διαλυτότητα από την προηγούμενη κλπ. Η διαδικασία αυτή χαρακτηρίζεται ως κλασματική κρυστάλλωση.

Το διάλυμα των ουσιών μπορεί να υπάρχει έτοιμο στη φύση. Τυπικό παράδειγμα αποτελεί το θαλασσινό νερό, το οποίο περιέχει κυρίως NaCl, αλλά και σειρά άλλων ανόργανων αλάτων. Κατά την συμπύκνωσή του στις αλυκές κρυσταλλώνεται πρώτο ο NaCl, το κοινό μαγειρικό άλας, το οποίο παραλαμβάνεται με διήθηση και αποκρυσταλλώνεται για να καθαριστεί.

Θέρμανση διαλυμάτων με κάδeto ψυκτήρα ή ψυκτήρα επαναρροής (Reflux)

Όπως τονίστηκε προηγουμένως, για να επιταχυνθεί μια χημική αντίδραση χρειάζεται να προσφερθεί κατά τη διάρκειά της θερμική ενέργεια, με άλλα λόγια πρέπει να θερμανθεί το μίγμα της αντίδρασης. Εξάλλου είναι γνωστό ότι το μεγαλύτερο μέρος των αντιδράσεων λαμβάνει χώρα μεταξύ ουσιών που είναι διαλυμένες σε κάποιο διαλυτικό μέσο (νερό, αιθανόλη, ακετόνη, αιθέρα κλπ.). Στις περιπτώσεις αυτές παρατεταμένη θέρμανση του διαλύματος σε ανοικτό δοχείο έχει ως αποτέλεσμα να εξατμίζεται συνεχώς ο διαλύτης (ιδίως όταν έχει χαμηλό σ.ζ.) και να συμπυκνώνεται ισχυρά το διάλυμα με συνέπεια να απαιτείται συνεχής προσθήκη νέων ποσοτήτων διαλύτη, οι αποβαλλόμενοι ατμοί του να επιβαρύνουν το περιβάλλον του εργαστηρίου και, επιπλέον, να υπάρχει πιθανότητα ανάφλεξής τους με κίνδυνο να προκληθούν σοβαρά ατυχήματα. Προκειμένου να αποφευχθούν όλα αυτά, το δοχείο που περιέχει το μίγμα της αντίδρασης συνδέεται με ψυκτήρα αλλά σε όρθια



Εικόνα 18. Διάταξη επαναρροής (Reflux)

(κάθετη) σύνδεση και όχι κεκλιμένα όπως στην περίπτωση της απόσταξης, οπότε οι υγροποιούμενοι ατμοί επαναρρέουν στη φιάλη (reflux).

Εξάχνωση

Κατά κανόνα, οι στερεές χημικές ουσίες όταν θερμαίνονται πρώτα τήκονται και στη συνέχεια εξαερώνονται. Ωστόσο, σε μερικές περιπτώσεις μια στερεή ουσία μπορεί να μεταπέσει από τη στερεή απευθείας στην αέρια φυσική της κατάσταση χωρίς να μεσολαβήσει η υγρή. Το φαινόμενο αυτό χαρακτηρίζεται ως εξάχνωση και μπορεί να χρησιμοποιηθεί για την απομόνωση και τον καθαρισμό των ουσιών που παρουσιάζουν αυτήν την ιδιότητα. Γνωστές ουσίες που εξαχνώνονται είναι το στοιχειακό ιώδιο (I_2), το ναφθαλίνιο, η καμφορά κλπ.

Χρωματογραφία

Η χρωματογραφία είναι μια μέθοδος διαχωρισμού και καθαρισμού μίγματος χημικών ουσιών, οι οποίες έχουν ανάλογη χημική σύσταση και παρόμοιες χημικές και φυσικές ιδιότητες, παρουσιάζουν όμως, διαφορετικές διαλυτότητες σε ορισμένο διαλύτη.