

# Κεφάλαιο 1

## Εισαγωγή στο Εργαστήριο

Το χημικό εργαστήριο είναι ένα επικίνδυνο περιβάλλον στο οποίο πρέπει να δουλέψετε. Οι κίνδυνοι είναι συχνά αναπόφευκτοι αφού πολύ συχνά οι χημικοί πρέπει να χρησιμοποιήσουν επικίνδυνες ενώσεις. Αλλά, λαμβάνοντας τις κανονικές προφυλάξεις το εργαστήριο γίνεται όχι περισσότερο επικίνδυνο από ότι το σπίτι σας. Το σπίτι σας περιέχει επίσης επικίνδυνες ενώσεις και συσκευές- καθαριστικά κουζίνας, φαρμακευτικά προϊόντα, εντομοκτόνα, φυσικό αέριο ή υγραέριο, μαχαίρια κουζίνας, ηλεκτρικές συσκευές, κτλ. Οπως έχετε μάθει να έρχεστε σε επαφή με τους κινδύνους της καθημερινής ζωής, έτσι μπορείτε να μάθετε την καλή εργαστηριακή πρακτική, που θα μειώσει σε μεγάλο βαθμό τους κινδύνους της οργανικής χημείας.

Εχει δοθεί ιδιαίτερη μέριμνα ώστε τα πειράματα αυτών των σημειώσεων να μην χρησιμοποιούν εξαιρετικά επικίνδυνες ενώσεις, ενώ ταυτόχρονα να τονίζουν βασικές αντιδράσεις της οργανικής χημείας. Αλλά, οι περισσότερες χημικές ενώσεις είναι τοξικές σε κάποιο βαθμό, και οι επιμέρους κίνδυνοι που υπάρχουν σε κάθε άσκηση ξεκάθαρα τονίζονται, *αυτές οι προειδοποιήσεις δεν πρέπει να αγνοηθούν*. Δυστυχώς δεν είναι δυνατόν να απομακρυνθούν εντελώς όλες οι τοξικές ενώσεις, όπως π.χ. το χλωροφόρμιο το οποίο περιγράφεται ως καρκινογόνο. Αν όμως το χλωροφόρμιο χρησιμοποιείται λαμβάνοντας τις κατάλληλες προφυλάξεις, δεν υπάρχει κανένας λόγος να μην χρησιμοποιηθεί σε ένα οργανικό εργαστήριο. Τελικά, η ασφάλεια του εργαστηρίου βασίζεται σε ατομικό επίπεδο, αφού εσύ είσαι υπεύθυνος να πραγματοποιήσεις το πείραμα με ένα ασφαλή τρόπο χωρίς να υποβάλλεις τον εαυτό σου ή τους άλλους σε κίνδυνο, και έτσι εσύ είσαι υπεύθυνος να μάθεις και να ακολουθείς πιστά τους κανόνες ασφαλείας ενός χημικού εργαστηρίου.

### 1.1 Βασικοί κανόνες ασφαλείας χημικού εργαστηρίου.

Οι βασικοί κανόνες της ασφαλείας εργαστηρίου μπορούν να εκφραστούν με δύο απλές επικεφαλίδες: **πάντοτε** και **ποτέ**.

Οι περισσότεροι από τους κανόνες είναι κοινής λογικής και δεν χρειάζονται περαιτέρω εξήγηση. Στην πραγματικότητα, ο πλέον απλός και σημαντικός παράγοντας που συμβάλλει στην ασφάλεια του εργαστηρίου, είναι η *κοινή λογική*.

### *ΠΑΝΤΟΤΕ*

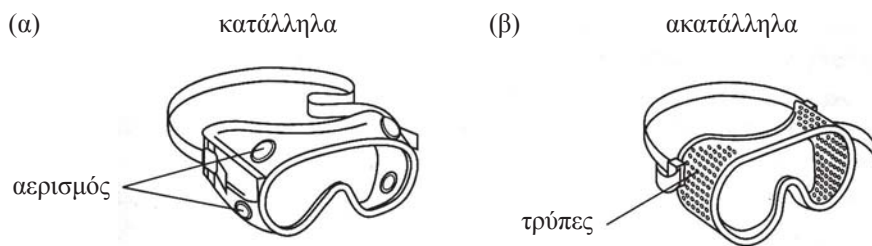
- Να γνωρίζεις τις διαδικασίες ασφάλειας του εργαστηρίου
- Να φοράς προστατευτικά γυαλία
- Να ντύνεσαι λογικά
- Να πλένεις τα χέρια σου πριν φύγεις απο το εργαστήριο
- Να διαβάζεις προσεκτικά τις οδηγίες πριν να ξεκινήσεις το πείραμα. Να ελέγχεις τη σωστή κατασκευή της πειραματικής διάταξης
- Να χειρίζεσαι όλα τα χημικά αντιδραστήρια με μεγάλη προσοχή. Να κρατάς το χώρο εργασίας σου καθαρό
- Να προσέχεις αμέσως τις διαρροές
- Να ρωτάς τον επιβλέποντα για ότι δεν γνωρίζεις

### *ΠΟΤΕ*

- Να μην τρως και πίνεις στο εργαστήριο
- Να μην καπνίζεις στο εργαστήριο
- Να μην αναπνέεις, δοκιμάζεις ή ρουφάς χημικά αντιδραστήρια. Να μην παίζεις ή ενοχλείς τους διπλανούς
- Να μην τρέχεις μέσα στο εργαστήριο
- Να μην εργάζεσαι μόνος σου
- Να μην πραγματοποιείς απαγορευμένα πειράματα.

**Διαδικασίες ασφάλειας εργαστηρίου** Το εργαστήριο διαθέτει διάφορους κανόνες ασφάλειας τους οποίους πρέπει να γνωρίζεις. Μερικοί κανόνες απαιτούνται απο το κράτος, κάποιοι άλλοι έχουν δημιουργηθεί απο το Τμήμα Χημείας. Θα πρέπει να γνωρίζεις που βρίσκονται οι έξοδοι κινδύνου του εργαστηρίου που θα πρέπει να χρησιμοποιηθούν σε περίπτωση ανάγκης ή φωτιάς. Θα πρέπει να γνωρίζεις τις θέσεις των πυροσβεστήρων, τις κουβέρτες, τα δοχεία με άμμο, τα ντουζ ασφάλειας και τους σταθμούς πλυσίματος ματιών. Να είσαι σίγουρος για το είδος των πυροσβεστήρων που διαθέτει το εργαστήριο, να γνωρίζεις τον τρόπο χρήσης τους, και ειδικότερα πως αφαιρείται η βαλβίδα ασφαλείας.

**Προστασία ματιών** Θα πρέπει να φοράτε προστατευτικά γυαλία όλη την ώρα μέσα στο εργαστήριο. Ακόμη και όταν κρατάτε σημειώσεις στο εργαστηριακό τετράδιο, ο γείτονας σας μπορεί να χειρίζεται διαβρωτικά χημικά. Τα μάτια τραυματίζονται πολύ εύκολα από αιχμηρά αντικείμενα, όπως π. χ. είναι τα σπασμένα γυαλικά, και τα χημικά αντιδραστήρια. Γιαυτό πάντοτε πρέπει να προστατεύονται ώστε να αποφευχθούν οι μόνιμες βλάβες. Τα κανονικά γυαλιά όρασης δεν παρέχουν καμιά προστασία, αφού δεν φέρουν πλευρικές ασπίδες ούτε και οι φακοί τους είναι ασφαλείς απο θρυμματισμό. Αν πρόκειται να κάνετε πειραματική δουλειά είναι ασφαλέστερο να πάρετε γυαλιά ασφαλείας με συνταγή γιατρού. Εναλλακτικά, φοράτε τα γυαλιά του εργαστηρίου πάνω απο τα δικά σας γυαλιά για πλήρη ασφάλεια. Οι φακοί επαφής είναι



**Εικόνα 1.1** Γυαλιά ασφαλείας. (α) με θυρίδες αερισμού, κατάλληλα για ένα χημικό εργαστήριο; (β) με ανοικτές τρύπες, ακατάλληλα για ένα χημικό εργαστήριο

συνήθως απαγορευμένοι σε χημικά εργαστήρια, επειδή στην περίπτωση ενός ατυχήματος, τα χημικά αντιδραστήρια μπορούν να βρεθούν κάτω από τον φακό και να καταστρέψουν το μάτι πριν προλάβετε να βγάλετε το φακό επαφής. Ακόμη και αν επιτρέπονται, θα πρέπει να φοράτε τα γυαλιά εργαστηρίου για ασφάλεια. Να πληροφορήσετε τον επιβλέποντα, τους παρασκευαστές του εργαστηρίου και τους γύρω σας ότι φοράτε φακούς επαφής, ώστε να το γνωρίζουν σε περίπτωση ατυχήματος. Αν και δεν απαιτείται στο φοιτητικό εργαστήριο, σε περίπτωση επικίνδυνου πειράματος θα πρέπει να φοράτε ολική ασπίδα προστασίας προσώπου.

Σε περίπτωση ατυχήματος στο μάτι θα πρέπει να αναληφθεί άμεση δράση. Αυτή περιγράφεται παρακάτω.

**Ενδυμασία** Θα πρέπει να ντύνεστε σοβαρά στο εργαστήριο. Το εργαστήριο δεν είναι η κατάλληλη περιοχή για να φοράτε τα καλύτερα σας ρούχα, ακόμη και αν είσατε εξαιρετικά προσεκτικοί, το πιτσίλισμα από χημικά αντιδραστήρια είναι αναπόφευκτο. Γιαυτό το λόγο, κοντά παντελόνια ή κοντά πουκάμισα δεν είναι κατάλληλα για πειραματική δουλειά και είναι απαγορευμένα σε πολλά εργαστήρια του εξωτερικού. Η εργαστηριακή ποδιά πρέπει να φοριέται πάντοτε, και τα μανίκια να είναι πάντοτε κλειστά. Τα μακρυά μαλλιά είναι ένας πρόσθετος κίνδυνος, πάντοτε πρέπει να μαζεύονται σε κότσο. Τα κατάλληλα παπούτσια πρέπει να φοριούνται. Επειδή υπάρχει η πιθανότητα να υπάρχουν σπασμένα γυαλιά στο δάπεδο, τα σανδάλια ή τα πέδιλα θα πρέπει να αποφεύγονται.

**Υλικά και συσκευές** Μην επιχειρήσετε ποτέ να χρησιμοποιήσετε μια συσκευή της οποίας δεν έχετε καταλάβει καλά τη λειτουργία της. Αυτό είναι ιδιαίτερα χρήσιμο για αντλίες κενού, περιστροφικούς εξατμιστήρες, κυλίνδρους αερίων, όπου η κακή χρήση μπορεί να οδηγήσει στην καταστροφή πανάκριβου υλικού, την αποτυχία του πειράματος και τη δημιουργία ατυχήματος. Να θυμάστε το χρυσό κανόνα:

### **ΑΝ ΕΧΕΙΣ ΑΜΦΙΒΟΛΙΑ, ΡΩΤΑ**

Πριν συναρμολογήσεις τη διάταξη του πειράματος, να ελέγχεις ότι τα γυάλινα τμήματα είναι ελεύθερα από σπασίματα. Πάντοτε να ελέγχεις τη σωστή στήριξη της διάταξης και τη σωστή σύνδεση *πριν* αρχίσεις την προσθήκη των χημικών αντιδραστηρίων. Και πάλι, αν έχεις αμφιβολία για το στήσιμο της διάταξης, ρώτα.

**Ο χειρισμός των χημικών αντιδραστηρίων** Τα χημικά αντιδραστήρια είναι επικίνδυνα υλικά αφού μπορεί να έχουν τοξικές, διαβρωτικές, εύφλεκτες και εκρηκτικές ιδιότητες. Οι διάφορες κατηγορίες των χημικών αντιδραστηρίων αναφέρονται στο επόμενο τμήμα, αλλά όλα τα χημικά αντιδραστήρια πρέπει να τα χειριζόμαστε με τη μεγαλύτερη προσοχή. Ο μεγαλύτερος κίνδυνος ενός οργανικού εργαστηρίου είναι η φωτιά. Οι περισσότερες οργανικές ενώσεις καίγονται όταν εκτεθούν σε φλόγα, και πολλά αντιδραστήρια, ιδιαίτερα οι διαλύτες που βρίσκονται σε μεγάλες ποσότητες, είναι εύφλεκτα. Μια φωτιά που θα προέλθει από ένα διαλύτη μπορεί να ανεβάσει τη θερμοκρασία παραπάνω από 100 °C σε μερικά λεπτά από την έναρξη της. Η καλή εργαστηριακή πρακτική προϋποθέτει ότι δεν γίνεται χρήση φλόγας σε ένα οργανικό εργαστήριο. Υδατόλουτρα, θερμαντικοί μανδύες, και θερμαντικά σώματα θα πρέπει να χρησιμοποιούνται όπου είναι δυνατόν για τη θέρμανση μιγμάτων αντίδρασης και διαλυτών. Σε πολλά εργαστήρια, η χρήση του λύχνου Bunsen είναι η μοναδική πηγή θερμότητας, και έτσι αυστηροί κώδικες χρήσης θα πρέπει να υπάρχουν ώστε να αποφευχθούν σοβαρές φωτιές. Δεν θα πρέπει να ανάβετε ένα λύχνο πριν βεβαιωθείτε ότι δεν υπάρχουν ανοικτά δοχεία με εύφλεκτους διαλύτες στη περιοχή. Ταυτόχρονα, δεν θα πρέπει να μεταφέρετε εύφλεκτο αντιδραστήριο αν δεν βεβαιωθείτε ότι δεν υπάρχει ανοικτός λύχνος στην περιοχή. Να θυμάστε ότι οι ατμοί των διαλυτών είναι βαρύτεροι από τον αέρα και μπορούν να ταξιδεύουν στους εργαστηριακούς πάγκους στους νεροχύτες και τις αποχετεύσεις; ποτέ μην ρίχνετε εύφλεκτους διαλύτες στους νεροχύτες.

Να αποφεύγετε να αναπνέετε τους ατμούς των χημικών αντιδραστηρίων και να χρησιμοποιείτε, όπου είναι δυνατόν, τους απαγωγούς. Η χρήση του απαγωγού είναι απαραίτητη για χειρισμούς που περιλαμβάνουν τοξικά αντιδραστήρια ή για αντιδράσεις που παράγουν ερεθιστικούς ή τοξικούς ατμούς.

Να αποφεύγετε την επαφή του δέρματος με χημικά αντιδραστήρια. Αυτό είναι ιδιαίτερα σημαντικό όταν χρησιμοποιείτε είτε διαβρωτικά οξέα είτε χημικά αντιδραστήρια που απορροφούνται πολύ εύκολα από το δέρμα. Είναι πολύ καλό να φοράτε πλαστικά γάντια μιας χρήσης για τη δουλειά ρουτίνας; αυτό μειώνει τον κίνδυνο της επαφής των χημικών αντιδραστηρίων με το δέρμα, θα πρέπει όμως να ελέγχετε για τυχαίο στάξιμο κάτω από το γάντι που μπορεί να προκαλέσει μεγάλη ζημιά. Ο κίνδυνος μειώνεται επίσης με τη διατήρηση της εργαστηριακής θέσης σας σε καθαρή μορφή, όπως επίσης και την περιοχή των ζυγών ή των κοινών αντιδραστηρίων. Όταν γίνεται χρήση εξαιρετικά διαβρωτικών ή τοξικών χημικών αντιδραστηρίων, τα γάντια μιας χρήσης δεν παρέχουν ασφάλεια και χοντρά προστατευτικά γάντια πρέπει να φορεθούν. Θα πρέπει να βγάξετε τα γάντια πριν απομακρυνθείτε από το εργαστήριο; δεν θα πρέπει να μολύνετε τα πόμολα και τις άλλες επιφάνειες με τα βρώμικα γάντια.

**Διαρροές** Όλες οι διαρροές των χημικών αντιδραστηρίων πρέπει να καθαρίζονται αμέσως.

Πρέπει πάντοτε να φοράτε γάντια όταν απασχολείστε με διαρροές. Τα στερεά μπορούν να σκουπιστούν και να τοποθετηθούν στο κατάλληλο δοχείο περισυλλογής απορριμάτων. Ο χειρισμός των υγρών είναι πιο δύσκολος. Διαρροές οξέων πρέπει να εξουδετερώνονται με στερεό όξινο ανθρακικό νάτριο ή ανθρακικό νάτριο, ενώ οι βάσεις με όξινο θειικό νάτριο. Τα ουδέτερα χημικά αντιδραστήρια πρέπει να απορροφούνται από άμμο ή απορροφητικά χαρτιά. Η χρήση της άμμου είναι η πλέον ενδεδειγμένη αφού τα απορροφητικά χαρτιά δεν κάνουν για όλα τα χημικά αντιδραστήρια. Αν το υγρό που έχει διαρεύσει είναι πτητικό, είναι συχνά καλύτερα να καθαρίσετε την περιοχή, να κλείσετε όλους τους ανοικτούς λύχνους και να αφήσετε το υγρό να εξατμιστεί. Όταν έχετε διαρροή τοξικών χημικών αντιδραστηρίων, προειδοποιήστε τους γείτονες σας, ενημερώστε τον επιβλέποντα, αερίστε και καθαρίστε το χώρο αμέσως.

## 1.2 Επικίνδυνα χημικά αντιδραστήρια

Ενας από τους βασικούς κανόνες ασφάλειας του οποιοδήποτε εργαστηρίου απαιτεί να διαβάσετε τις οδηγίες πριν ξεκινήσετε το πείραμα. Η πειραματική διαδικασία σε αυτές τις σημειώσεις περιλαμβάνει ξεκάθαρους προειδοποιήσεις για τους κινδύνους που συνεπάγεται η χρήση του οποιοδήποτε αντιδραστηρίου ή διαδικασίας. Οι ιδιότητες των επικινδύνων χημικών αναφέρονται με μια απλή λέξη - **εύφλεκτο, εκρηκτικό, οξειδωτικό, διαβρωτικό, τοξικό, καρκινογόνο, ερεθιστικό, δακρυγόνο** - αν και πολλές χημικές ενώσεις υποπίπτουν σε περισσότερες της μιας κατηγορίες. Αυτές οι προειδοποιήσεις είναι ίδιες με αυτές που αναγράφονται στα δοχεία των αντιδραστηρίων και συχνά συνοδεύονται από σύμβολα. Τα σύμβολα είναι αυστηρά καθορισμένα από τις αρμόδιες αρχές, π. χ. στις Η.Π.Α. το υπουργείο μεταφορών, στην Ευρωπαϊκή ένωση υπάρχει ειδική διεύθυνση. Τα σύμβολα επικινδυνότητας είναι συνήθως τετράγωνα ετικέτες που περιέχουν κάποια εικόνα και την αντίστοιχη λέξη. Μερικά είδη συμβόλων απεικονίζονται στην Εικόνα 1.2



Εικόνα 1.2 Κοινά σύμβολα προειδοποίησης

**Εύφλεκτα αντιδραστήρια** Πρέπει πάντοτε να ακολουθείτε τις γενικές οδηγίες όταν χειρίζε-

στε εύφλεκτα αντιδραστήρια, ιδιαίτερα ότι δεν λειτουργούν λύχνοι στην περιοχή. Οι διαλύτες αποτελούν συνήθως τα εύφλεκτα υλικά ενός οργανικού εργαστηρίου. Οι παρακάτω οργανικοί διαλύτες είναι ευρείας χρήσης και είναι εξαιρετικά εύφλεκτοι: υδρογονάνθρακες όπως είναι το *εξάνιο*, ο *πετρελαικός αιθέρας*, το *βενζόλιο*, το *τολουόλιο*; αλκοόλες όπως είναι η *μεθανόλη* και η *αιθανόλη*; εστέρες όπως είναι ο *οξικός αιθυλεστέρας*; και κετόνες όπως είναι η *ακετόνη*.

Οι αιθέρες χρήζουν ιδιαίτερης μνείας λόγω της ιδιότητας τους να σχηματίζουν εκρηκτικά υπεροξειδία όταν έρχονται σε επαφή με τον αέρα και το φως. Ο *δισουλφαιθέρας* και το *τετραυδροφουράνιο* διαθέτουν αυτή την ιδιότητα και πρέπει ο χειρισμός τους να γίνεται με ιδιαίτερη προσοχή. Επιπρόσθετα, ο *δισουλφαιθέρας* έχει πολύ χαμηλό σημείο ανάφλεξης και ναρκωτικές ιδιότητες.

Ο *διθειάνθρακας* είναι τόσο εύφλεκτος ώστε η θερμότητα από ένα υδατόλουτρο μπορεί να προκαλέσει την ανάφλεξη του. Η χρήση αυτού του διαλύτη πρέπει να αποφεύγεται.

Επίσης είναι εξαιρετικά εύφλεκτα, μερικά αέρια, όπως είναι το *υδρογόνο*, μερικά στερεά μέταλλα λεπτού διαμερισμού όπως είναι το *μαγνήσιο* και οι *μεταπρωτικοί μεταλλικοί καταλύτες*. Μερικά στερεά όπως είναι το *νάτριο* και *λίθιο αλουμινο υδρίδιο* αναφέρονται ως εύφλεκτα γιατί απελευθερώνουν υδρογόνο από την αντίδραση τους με νερό.

**Εκρηκτικά αντιδραστήρια** Μερικά αντιδραστήρια διαθέτουν εκρηκτικές ιδιότητες επειδή υπόκεινται σε εκρηκτικές αντιδράσεις όταν έρχονται σε επαφή με το νερό ή άλλα κοινά αντιδραστήρια. Τα αλκαλιμέταλλα αποτελούν κοινά παραδείγματα αυτής της κατηγορίας: το *μεταλλικό νάτριο* αντιδρά βίαια με νερό, το *μεταλλικό κάλιο* αντιδρά με έκρηξη με το νερό.

Άλλα αντιδραστήρια περιέχουν τους σπόρους της κατασκευής τους. Αυτό σημαίνει ότι το μόριο περιέχει πολλά άτομα οξυγόνου και αζώτου, και έτσι μπορεί να υποστεί ενδομοριακές οξειδοαναγωγικές αντιδράσεις ή να απελευθερώσει ένα σταθερό μόριο, όπως είναι το  $N_2$ . Τέτοιες ενώσεις που συχνά είναι εξαιρετικά ευαίσθητες σε κτύπημα, αποτελούν σημαντικά εκρηκτικά ιδιαίτερα όταν είναι ξηρές. Τα παραδείγματα περιλαμβάνουν τις *πολυνιτρο ενώσεις*, το *πικρικό οξύ*, τα *ακετυλενικά μέταλλα*, τα *αζίδια*, τις *διαζωενώσεις*, τα *υπεροξειδία*, και τα *υπερχλωρικά άλατα*.

Αν έχετε να χρησιμοποιήσετε δυναμικά εκρηκτικά αντιδραστήρια, θα πρέπει να φοράτε μάσκα προστασίας προσώπου, πρέπει να δουλεύετε με τη μικρότερη δυνατή ποσότητα, και πίσω από μια προστατευτική οθόνη. Μη ξεκινάτε τη διαδικασία πριν ενημερώσετε τον επιβλέποντα και τους γύρω σας.

**Οξειδωτικά αντιδραστήρια.** Τα οξειδωτικά αντιδραστήρια αποτελούν ένα περαιτέρω κίνδυνο ενός οργανικού εργαστηρίου αφού μπορούν να προκαλέσουν φωτιά όταν έλθουν σε επαφή με εύφλεκτα υλικά όπως είναι π. χ. το χαρτί.



Το *νιτρικό* και το *θειικό οξύ*, εκτός του ότι είναι εξαιρετικά διαβρωτικά μέσα, είναι και πανίσχυρα οξειδωτικά μέσα. Αντιδραστήρια, όπως είναι η *χλωρίνη*, το *υπεροξείδιο του υδρογόνου*, τα *υπεροξέα*, *οξείδιο του χρωμίου (VI)*, και το *υπερμαγγανικό κάλιο* είναι όλα ισχυρά οξειδωτικά αντιδραστήρια.

**Διαβρωτικά αντιδραστήρια.** Θα πρέπει να φοράτε προστατευτικά γάντια όταν χειρίζεστε διαβρωτικά αντιδραστήρια. Οι πιτσιλιές στο δέρμα πρέπει να πλένονται αμέσως με μεγάλη ποσότητα νερού. Τα παρακάτω οξέα είναι ιδιαίτερα διαβρωτικά: *θειικό*, *υδροχλωρικό*, *υδροβρωμικό*, *φωσφωρικό* και *νιτρικό*; όπως είναι επίσης και διάφορα *οργανικά καρβοξυλικά οξέα* και *σουλφονικά οξέα*.

Η *φαινόλη* είναι ένα ιδιαίτερα επικίνδυνο χημικό αντιδραστήριο που προκαλεί διάφορα εγκαύματα, όπως επίσης είναι εξαιρετικά τοξική και απορροφάται πολύ γρήγορα από το δέρμα.

Τα αλκάλια, όπως το *υδροξείδιο του νατρίου*, το *υδροξείδιο του καλίου*, και σε μικρότερο βαθμό, το *ανθρακικό νάτριο* είναι εξαιρετικά διαβρωτικά; όπως επίσης είναι η *αμμωνία*, το *υδροξείδιο του αμμωνίου* και οι οργανικές βάσεις π.χ. *τριαιθυλαμίνη* και *πυρρολιδίνη*.

**Το βρώμιο** είναι ένα εξαιρετικά μη-ευχάριστο χημικό αντιδραστήριο. Προκαλεί εγκαύματα στο δέρμα, τα μάτια, και ο χειρισμός του πρέπει να γίνεται μέσα σε απαγωγό. Επιπρόσθετα, η μεγάλη του πυκνότητα και η ικανότητα του εξάχνωσης κάνουν αδύνατη τη μεταφορά του με πιπέττα χωρίς να υπάρξουν διαρροές.

Το *θειονυλοχλωρίδιο*, το *οξαλυλοχλωρίδιο*, το *τριχλωριούχο αργίλιο* και άλλα αντιδραστήρια που απελευθερώνουν HCl από την αντίδραση τους με νερό είναι επίσης διαβρωτικά και προκαλούν σοβαρό ερεθισμό στο αναπνευστικό σύστημα.

**Βλαβερά και τοξικά αντιδραστήρια** Η διάκριση των δύο εννοιών δεν είναι εύκολη; οι περισσότερες οργανικές ενώσεις μπορούν να περιγράφουν ως βλαβερές, αλλά πολλές είναι ακόμη χειρότερες και έτσι περιγράφονται ως τοξικές. Ιδιαίτερα τοξικές ενώσεις, που ο χειρισμός τους πρέπει να γίνεται σε απαγωγό είναι: η *ανιλίνη*, το *βενζόλιο*, το *βρώμιο*, το *θειικό διμεθύλιο*, το *χλωροφόρμιο*, το *εξάνιο*, το *υδρόθειο*, το *ιωδομεθάνιο*, *άλατα υδραργύρου*, η *μεθανόλη*, το *νιτροβενζόλιο*, η *φαινόλη*, η *φαινυλουδραζίνη*, το *κυανιούχο κάλιο* και το *κυανιούχο νάτριο*. Είναι απαραίτητο να γνωρίζετε τη διαφορά μεταξύ *οξείας* και *χρόνιας* δηλητηρίασης. Τα αποτελέσματα της οξείας δηλητηρίασης γίνονται αμέσως αντιληπτά (για παράδειγμα η εισπνοή αμμωνίας) και άμεση δράση μπορεί να αναληφθεί. Τα χρόνια αποτελέσματα είναι πιο δύσκολο να ανιχνευθούν, αφού η επίδραση τους γίνεται σε μεγάλη χρονική περίοδο έκθεσης και εμφανίζονται, αφού σοβαρές βλάβες έχουν δημιουργηθεί. Πολλές οργανικές ενώσεις χαρακτηρίζονται ως *καρκινογόνες* για παράδειγμα. Αυτό το γεγονός δεν σημαίνει ότι δεν πρέπει να χρησιμοποιούνται στο εργαστήριο αλλά η χρήση τους πρέπει να γίνεται με μεγάλη προσοχή στον απαγωγό.

Όταν χρησιμοποιείτε τον απαγωγό, το παράθυρο του θα πρέπει να είναι καλά κατεβασμένο. Αυτό έχει σαν συνέπεια την ικανοποιητική κυκλοφορία του αέρα που εμποδίζει τη διαφυγή τοξικών ατμών. Σαν γενικό κανόνα, μην ξεκινάτε ένα πείραμα που περιλαμβάνει ένα εξαιρετικά τοξικό χημικό αντιδραστήριο αν δεν έχετε διαβάσει και καταλάβει τις οδηγίες, τις πληροφορίες ασφάλειας, δεν γνωρίζετε πλήρως τον κίνδυνο, και δεν γνωρίζετε τι πρέπει να κάνετε στην περίπτωση ατυχήματος.

**Ερεθιστικά και δακρυγόνα αντιδραστήρια.** Πολλές οργανικές ενώσεις ερεθίζουν τα μάτια, το δέρμα, και το αναπνευστικό σύστημα. Για τη μείωση της πιθανότητας έκθεσης σε ένα τέτοιο αντιδραστήριο ή στους ατμούς του, τα παρακάτω χημικά αντιδραστήρια πρέπει να χρησιμοποιούνται μέσα σε απαγωγό: *βενζυλικά και αλλυλικά αλογονίδια, α-αλογονοκαρβονυλικές ενώσεις όπως είναι ο βρωμοξικός αιθυλεστέρας, ισοκυανίδια, θειονυλοχλωρίδιο και χλωρίδια οξέων.*

Μερικές οργανικές ενώσεις, εκτός από το γεγονός ότι είναι ερεθιστικές, έχουν επίσης ισχυρή και δυσάρεστη οσμή. Αυτές συνήθως περιγράφονται ως ενώσεις με απαίσιμα οσμή και τα παραδείγματα περιλαμβάνουν την *πυριδίνη*, το *φαινυλοξικό οξύ*, *διμεθυλοθειοαιθέρα*, αρκετές ενώσεις που περιέχουν *θείο*, το *βουτυρικό οξύ* και το *ινδόλιο*. Και πάλι ο χειρισμός αυτών των ενώσεων πρέπει να γίνεται σε απαγωγό που λειτουργεί καλά.

### 1.3 Διαχείριση των αποβλήτων

Η διαχείριση των αποβλήτων αποτελεί ένα σημαντικό πρόβλημα της σύγχρονης κοινωνίας και η ασφαλής εξουδετέρωση των τοξικών χημικών αποβλήτων αποτελεί ένα σημαντικό καθήκον υπευθυνότητας από τον επιβλέποντα του εργαστηρίου. Είναι σημαντικό να γνωρίζει οποιοσδήποτε δουλεύει σε ένα οργανικό εργαστήριο το πρόβλημα και να εκδηλώνει την ατομική του υπευθυνότητα ώστε να μην αποβάλλει επικίνδυνα χημικά αντιδραστήρια στο περιβάλλον. Επιπρόσθετα στις κοινοτικές οδηγίες, το κάθε εργαστήριο πρέπει να διαθέτει τους δικούς του κανόνες διαχείρισης των αποβλήτων.

**Στερεά απόβλητα** Τα στερεά απόβλητα ενός οργανικού εργαστηρίου περιλαμβάνουν συνήθως ξηραντικά μέσα, χρωματογραφικά υλικά, χρησιμοποιημένα χαρτιά διήθησης, τριχοειδείς σωλήνες σημείου τήξης και σπασμένα γυαλικά. Η κοινή λογική επικρατεί στη διαχείριση τέτοιων υλικών. Αν το στερεό απόβλητο δεν είναι τοξικό ή εξαιρετικά κονιοποιημένο (π. χ. flash silica gel), τότε μπορεί να τοποθετηθεί σε δοχεία για μη-επικίνδυνο απόβλητο. Τα χαρτιά διήθησης πετιούνται κατά τέτοιο τρόπο μόνο όταν δεν περιέχουν τοξικά χημικά. Τα τοξικά απόβλητα πρέπει να τοποθετούνται στα ειδικά επισημασμένα δοχεία. Είναι υπευθυνότητα του προσωπικού του εργαστηρίου να παρέχει τέτοια δοχεία με την κατάλληλη επισήμανση; είναι δικιά σας υπευθυνότητα όμως να τα χρησιμοποιείτε. Μερικά τοξικά απόβλητα χρειάζονται ειδική κατεργασία για να μετατραπούν σε λιγότερο τοξικά πριν αποβληθούν.



Τα σπασμένα γυαλιά, οι τριχοειδείς σωλήνες και τα άλλα αιχμηρά αντικείμενα τοποθετούνται ξεχωριστά από τα στερεά απόβλητα. Πρέπει να τοποθετούνται στα κατάλληλα επισημασμένα δοχεία. Τα χρωματογραφικά υλικά πρέπει να μεταφέρονται σε πλαστικές σακούλες μέσα σε απαγωγό μετά την απομάκρυνση του διαλύτη, πρέπει να υγραίνονται με νερό, και οι σακούλες πρέπει να σφραγίζονται πριν την περαιτέρω απόρριψη τους.



Εικόνα 1.3 Χάρτινο δοχείο κατάλληλο για γυάλινα απόβλητα

**Υδατοδιαλυτά απόβλητα** Είναι πολύ δελεαστικό να απορρίπτετε τα υδατοδιαλυτά απόβλητα στο νεροχύτη, δηλαδή στο σύστημα αποχέτευσης της πόλης. Ετσι, αυτό δεν είναι πλέον πρόβλημα σας αλλά είναι πρόβλημα του υπευθύνου αποχέτευσης. *Αυτό είναι μια κακή πρακτική.* Το μοναδικό απόβλητο που μπορεί να ριχθεί στους νεροχύτες είναι το μη-τοξικό, ουδέτερο, χωρίς οσμή, υδατοδιαλυτό υλικό όπως είναι οι υδατικές φάσεις των εκχυλίσεων. Το υδατοδιαλυτό απόβλητο πρέπει να αραιώνεται με πολύ νερό, και ισχυρά όξινα ή αλκαλικά διαλύματα πρέπει να εξουδετερώνονται πριν απορριφθούν. Οποιοδήποτε χημικό αντιδραστήριο που μπορεί να αντιδράσει με αραιό οξύ ή βάση δεν πρέπει να ρίπτεται στο νεροχύτη.

**Οργανικοί διαλύτες** Οι οργανικοί διαλύτες αποτελούν το κύριο πρόβλημα αποβλήτων ενός οργανικού εργαστηρίου. Δεν αναμιγνύονται με το νερό, είναι εύφλεκτοι, και χρησιμοποιούνται πολύ σε ένα οργανικό εργαστήριο. Τα απόβλητα διαλυτών πρέπει να ρίπτονται σε κατάλληλα επισημασμένα δοχεία, ποτέ στο νεροχύτη. Τα δοχεία συλλογής μετακινούνται στη συνέχεια από το εργαστήριο για τη διαχείριση των αποβλήτων. Θα πρέπει να υπάρχουν δύο τουλάχιστον είδη δοχείων- ένα για υδρογονάνθρακες και άλλους μη χλωριωμένους διαλύτες και ένα για χλωριωμένους διαλύτες. Η διαχείριση των χλωριωμένων αποβλήτων είναι διαφορετική, αφού η καύση τους μπορεί να δημιουργήσει υδροχλώριο. Είναι σημαντικό να μην αναμιγνύονται οι δύο κατηγορίες αποβλήτων. Όταν ένα δοχείο συλλογής γεμίζει, θα πρέπει να ζητάτε την αντικατάστασή του και όχι να χρησιμοποιήσετε το νεροχύτη.

#### 1.4 Διαδικασίες ατυχημάτων

Στη περίπτωση ενός εργαστηριακού ατυχήματος θα πρέπει να γνωρίζετε τι πρέπει να κάνετε. Η κατάλληλη δράση είναι απαραίτητη ανεξάρτητα από το ατύχημα. Να αναφέρετε το

γεγονός αμέσως στον επιβλέποντα, ή αν είσαι ανήμπορος ή απασχολημένος με το γεγονός, βεβαιώσου ότι κάποιος άλλος έχει ενημερώσει τον επιβλέποντα. Είναι υπευθυνότητα του επιβλέποντα να οργανώσει και να συντονίσει την κάθε απαιτούμενη δράση.

**Φωτιά** Ακόμη και για μια μικρή φωτιά, το φοιτητικό εργαστήριο θα πρέπει να εκκενώνεται. Δεν θα πρέπει να υπάρχει πανικός, αλλά θα πρέπει να φωνάξετε στους συμφοιτητές σας ώστε να εγκαταλείψουν το εργαστήριο. Αν ακούστε την εντολή, μην είστε περιεργοί: **Απλά εκκενώστε το χώρο.**

**Καύση χημικών αντιδραστηρίων.** Οι πλέον πιθανοί υποψήφιοι για φωτιά είναι οι οργανικοί διαλύτες. Αν η φωτιά περιορίζεται σε ένα μικρό δοχείο, όπως είναι ένα ποτήρι, μπορείτε να την περιορίσετε αμέσως βάζοντας ένα μεγαλύτερο ποτήρι πάνω απο το δοχείο. Η άμμος είναι επίσης χρήσιμη για την κατάσβεση μιας μικρής φωτιάς και τα εργαστήρια είναι συνήθως εφοδιασμένα με δοχεία άμμου γιαυτό το σκοπό. Θα πρέπει να μετακινήσετε όλα τα εύφλεκτα υλικά απο την περιοχή καθώς επίσης πρέπει να κλείσετε όλους τους λύχνους. Αφού συνήθως οι εύφλεκτοι οργανικοί διαλύτες έχουν μικρότερη πυκνότητα απο το νερό, δεν πρέπει ποτέ να χρησιμοποιηθεί νερό για την κατάσβεση πυρκαγιάς που προέρχεται απο οργανικούς διαλύτες; *το αποτέλεσμα χρήσης νερού θα είναι η διάδοση της πυρκαγιάς και όχι η κατάσβεση της.* Για μεγαλύτερες φωτιές είναι απαραίτητη η χρήση πυροσβεστήρα, τύπου διοξειδίου του άνθρακα ή ξηρού χημικού τύπου. Αλλά, η χρήση του πυροσβεστήρα θα πρέπει να αφήνεται στον επιβλέποντα ή το άλλο εξειδικευμένο προσωπικό, αφού η λανθασμένη χρήση μπορεί να οδηγήσει σε διάδοση της φωτιάς. Αν η φωτιά δεν μπορεί να τεθεί γρήγορα υπο έλεγχο, η γενική σειρήνα φωτιάς θα πρέπει να ηχήσει, η πυροσβεστική υπηρεσία να ειδοποιηθεί, και να εκκενωθεί το κτήριο.

**Καύση ρούχων.** Αν τα ρούχα σας έχουν αρπάξει φωτιά, θα πρέπει να καλέσετε βοήθεια. Θα πρέπει να ξαπλώσετε στο δάπεδο και να γυρίσετε ώστε να προσπαθήσετε να σβήσετε μόνοι σας τη φωτιά. Μην επιχειρήσετε να προσεγγίσετε το ντουζ ασφαλείας παρά μόνο αν είναι πολύ κοντά. Αν τα ρούχα του γειτονικού συμφοιτητή έχουν αρπάξει φωτιά, τότε η κατάλληλη δράση σας μπορεί να του σώσει τη ζωή. Θα πρέπει να τον εμποδίσετε να τρέξει προς το ντουζ ασφαλείας, το τρέξιμο ενισχύει την παροχή αέρα στη φωτιά και την ενισχύει. Τυλίξτε τον με την αντιπυρική κουβέρτα ή κάντε τον να περιστραφεί στο πάτωμα. Χτυπήστε τον αν το κρίνετε απαραίτητο, μερικοί μώλωπες είναι προτιμότεροι απο τα εγκαύματα. Αν μια αντιπυρική κουβέρτα δεν είναι διαθέσιμη, χρησιμοποιήστε βρεγμένες πετσέτες ή χαρτιά ή βρέξτε το θύμα με νερό. Μην χρησιμοποιείτε πυροσβεστήρα κατά ανθρώπου. Αν το ντουζ ασφαλείας είναι κοντά, τότε χρησιμοποιήστε το. Αφού βεβαιωθείτε ότι η πυρκαγιά έχει σβήσει, υποχρεώστε το άτομο να ξαπλώσει, κρατήστε τον θερμό και ζητήστε ιατρική βοήθεια. Μην επιχειρήσετε να αφαιρέσετε τα ρούχα ατόμου που έχει υποστεί εγκαύματα.

**Εγκαύματα** Μικρά εγκαύματα που προέρχονται από θερμές φιάλες, και υδατόλουτρα είναι συνηθισμένα σε ένα φοιτητικό εργαστήριο. Η συνήθης θεραπεία τέτοιων μικρών εγκαυμάτων είναι η τοποθέτηση της καμμένης περιοχής κάτω από το τρεχούμενο νερό για 10-15 λεπτά. Ατομα με μεγαλύτερα εγκαύματα θα πρέπει να ζητήσουν ιατρική βοήθεια αμέσως.

Οποιοδήποτε πιπίλισμα δέρματος από χημικό αντιδραστήριο θα πρέπει να πλένεται με άφθονο τρεχούμενο νερό για 15 λεπτά τουλάχιστον. Αν οι πιτσιλιές είναι διαδεδομένες σε μεγαλύτερη επιφάνεια του δέρματος, χρησιμοποιήστε το ντουζ ασφάλειας. Είναι απαραίτητο να προσεγγίσετε το ντουζ όσο πιο γρήγορα γίνεται. Κάθε ρούχο που έχει διαβρωθεί θα πρέπει να αφαιρεθεί ώστε να πλυθεί η επιφάνεια του δέρματος. Να λάβετε ιατρική βοήθεια.

**Εισαγωγή χημικών αντιδραστηρίου στο μάτι** Αν χημικά αντιδραστήρια έχουν εισέλθει στο μάτι, τότε ο χρόνος είναι κρίσιμος, αφού όσο γρηγορότερα πλυθεί ο οφθαλμός τόσο μικρότερη θα είναι η ζημιά. Ο οφθαλμός θα πρέπει να πλυθεί με άφθονο νερό για 15 λεπτά είτε χρησιμοποιώντας τις κατάλληλες διατάξεις είτε κρατώντας το άτομο ξαπλωμένο στο δάπεδο και ρίχνοντας άφθονο νερό στο μάτι του. Θα πρέπει να κρατάτε το μάτι ανοικτό συγκρατώντας τις βλεφαρίδες. **Θα πρέπει να ζητήσετε άμεσα ιατρική βοήθεια ανεξάρτητα του πόσο σοβαρός φαίνεται ο τραυματισμός.**

**Κοψίματα** Μικρά κοψίματα από σπασμένα γυαλιά είναι συνηθισμένα σε ένα οργανικό φοιτητικό εργαστήριο. Το κόψιμο πρέπει να πλένεται με άφθονο τρεχούμενο νερό για 10 λεπτά ώστε να βεβαιωθούμε ότι οποιοδήποτε χημικό αντιδραστήριο ή τα μικρά κομμάτια γυαλιού έχουν απομακρυνθεί. Τα μικρά κοψίματα θα πρέπει να σταματούν να αιμορραγούν σύντομα, τοποθετώντας πάνω στη πληγή το κατάλληλο λευκοπλάστη. Αν η αιμορραγία δεν σταματά, θα πρέπει να ζητήσετε ιατρική βοήθεια.

Μεγάλα κοψίματα με ταυτόχρονη μεγάλη αιμορραγία είναι τα πλέον σοβαρά. Ο τραυματισμένος θα πρέπει να αφήνεται σε ησυχία, θα πρέπει να ξαπλώσει κάτω, ενώ η τραυματισμένη περιοχή θα πρέπει να ανυψώνεται ελαφρά. Μια γάζα θα πρέπει να τοποθετηθεί απευθείας στο τραύμα και να εφαρμοστεί πίεση. Δεν πρέπει να απλώσετε αιμοστατικό επίδεσμο πάνω στο τραύμα. Ο τραυματίας πρέπει να κρατηθεί ζεστός. Η ιατρική βοήθεια είναι απαραίτητη: γιατρός και ασθενοφόρο πρέπει να προσέλθουν αμέσως.

**Δηλητηρίαση** Δεν υπάρχει κάποιος γενικός κανόνας. **Η ιατρική βοήθεια πρέπει να αναζητηθεί αμέσως.**

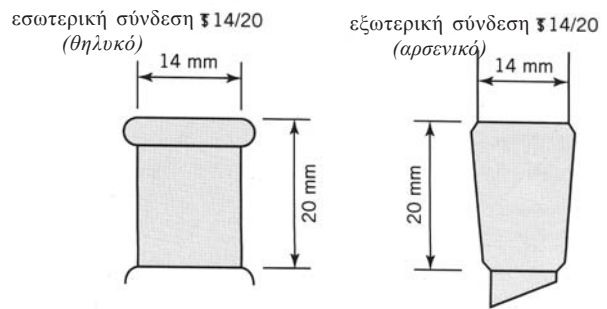
## 1.5 Γνωριμία των οργάνων

Η πρώτη δουλειά κάποιου που εισέρχεται για πρώτη φορά στο εργαστήριο Οργανικής Χημείας είναι η κατανόηση των κανόνων ασφάλειας του εργαστηρίου και η εκμάθηση των θέσεων των πυροσβεστήρων, ντουζ ασφάλειας, θυρών εξόδου ανάγκης, κτλ. Αλλά η δεύτερη δουλειά είναι ο έλεγχος του εξοπλισμού τόσο σε ατομική βάση όσο και της αιθούσης.

Ο προσωπικός εξοπλισμός περιλαμβάνει γυάλινα και μη-γυάλινα σκεύη και η εργαστηριακή σας θέση περιλαμβάνει μια ομάδα τέτοιων αντικειμένων.

## 1.6 Γυάλινος εξοπλισμός

Ο γυάλινος εξοπλισμός διαιρείται σε εκείνα που περιλαμβάνουν εσφυρίσματα και σε εκείνα χωρίς εσφυρίσματα. Οι συσκευές για μια μεγάλη ποικιλία οργανικών αντιδράσεων μπορούν πολύ εύκολα να συναρμολογηθούν από μερικά βασικά τεμάχια. Τα εσφυρίσματα χαρακτηρίζονται χαρακτηριστικά από αριθμούς που αναφέρονται στη διάμετρο και το μήκος του εσφυρίσματος (σε mm): για παράδειγμα, 14/20, 14/23, 19/22, 19/26, 24/29, και 29/32. Οι γυάλινες συσκευές με εσφυρίσματα είναι εξαιρετικά ακριβές, και η προσεκτική τους χρήση είναι

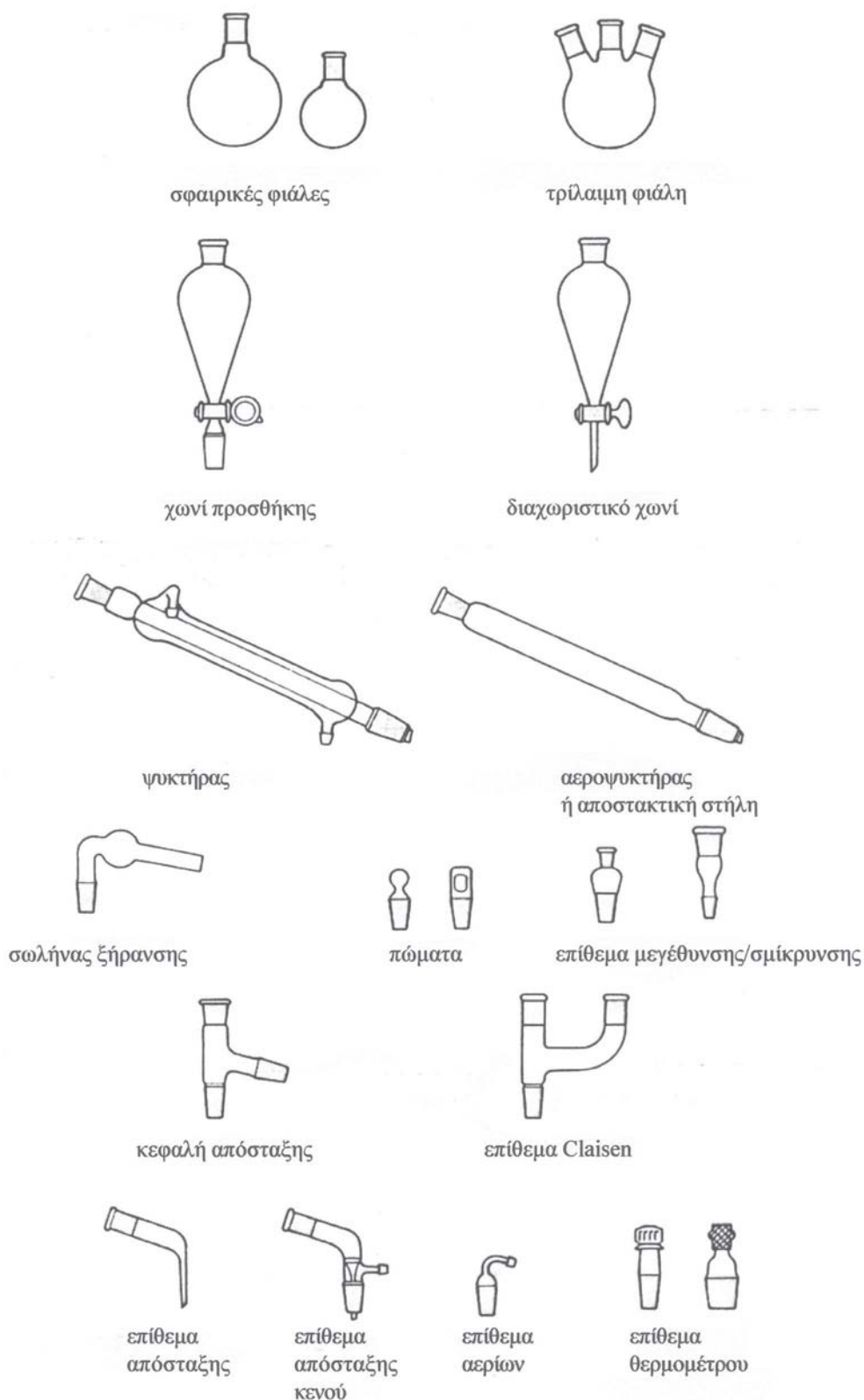


Εικόνα 1.4 Εσφύρισμα NS 14/20

απαραίτητη ώστε να μην σπάνε ευκολότερα από τα άλλα γυάλινα αντικείμενα. Το μεγαλύτερο πρόβλημα του εσφυρίσματος κατά τη συναρμολόγηση μιας συσκευής είναι η χρήση της βαζελίνης. Η χρήση βαζελίνης στο εσφύρισμα είναι απαραίτητη για διατάξεις όπου πρόκειται να χρησιμοποιηθεί κενό χαμηλότερο των 5 mm Hg. Η χρήση της βαζελίνης πρέπει να είναι περιορισμένη, μια μικρή επάλειψη γύρω στο εσφύρισμα είναι αρκετή. Οι βαζελίνες που βασίζονται σε υδρογονάνθρακες αφαιρούνται ευκολότερα από τις αντίστοιχες σιλικόνες. Η κακή χρήση της βαζελίνης μπορεί να οδηγήσει στο κόλλημα των εσφυρισμάτων. Σε μια τέτοια περίπτωση, η συσκευή καθίσταται άχρηστη, εκτός και αν καταφέρουμε να ξεκολλήσουμε τα εσφυρίσματα. Όπως συμβαίνει πολλές φορές η πρόληψη είναι καλύτερη από τη θεραπεία, και για να προφυλαχθούμε από τέτοια συμβάντα θα πρέπει η συσκευή να αποσυναρμολογείται αμέσως μόλις τελειώσει το πείραμα. Αν παρά τις προφυλάξεις συμβεί κάποιο κόλλημα των εσφυρισμάτων, η πρώτη δράση είναι η ρίψη μερικών σταγόνων διαλύτη (π.χ. ακετόνη) γύρω από την κορυφή του εσφυρίσματος. Η τριχοειδής δράση μπορεί να είναι αρκετή ώστε να απορροφήσει μικρή ποσότητα του διαλύτη και να ξεκολλήσουν τα εσφυρίσματα. Αν αυτή η διαδικασία δεν λειτουργήσει τότε γίνεται η θέρμανση με φλόγα. Αλλά αυτή η τεχνική πρέπει να αφηθεί στα χέρια κάποιου πιο έμπειρου. Αν είσατε τόσο τυχεροί ώστε να σπάσετε ένα γυάλινο αντικείμενο με εσφύρισμα δεν την πετάτε ολόκληρη στο κατάλληλο δοχείο αλλά κρατάτε το εσφύρισμα, αφού ο υαλοργός μπορεί να το χρησιμοποιήσει. Μερικές γυάλινες συσκευές, όπως είναι τα χωνιά προσθήκης και διαχωρισμού, περιλαμβάνουν στρόφιγγες που μπορεί να είναι γυάλινες ή από Teflon. Ο χειρισμός τους πρέπει να γίνεται με ιδιαίτερη προσοχή ώστε να αποφεύγεται το κόλλημα της στρόφιγγας στην κυλινδρική υποδοχή.

Μια κανονική ομάδα γυαλίνων συσκευών με εσμύρισμα απεικονίζεται στην Εικόνα 1.5 και περιλαμβάνει:

- σφαιρικές φιάλες για αντιδράσεις, αποστάξεις.
- τρίλαιμες σφαιρικές φιάλες για τη συναρμολόγηση περισσότερο περιπλόκων διατάξεων (υπάρχουν επίσης δίλαιμες φιάλες).



Εικόνα 1.5 Γυάλινες συσκευές με εσμυρίσματα

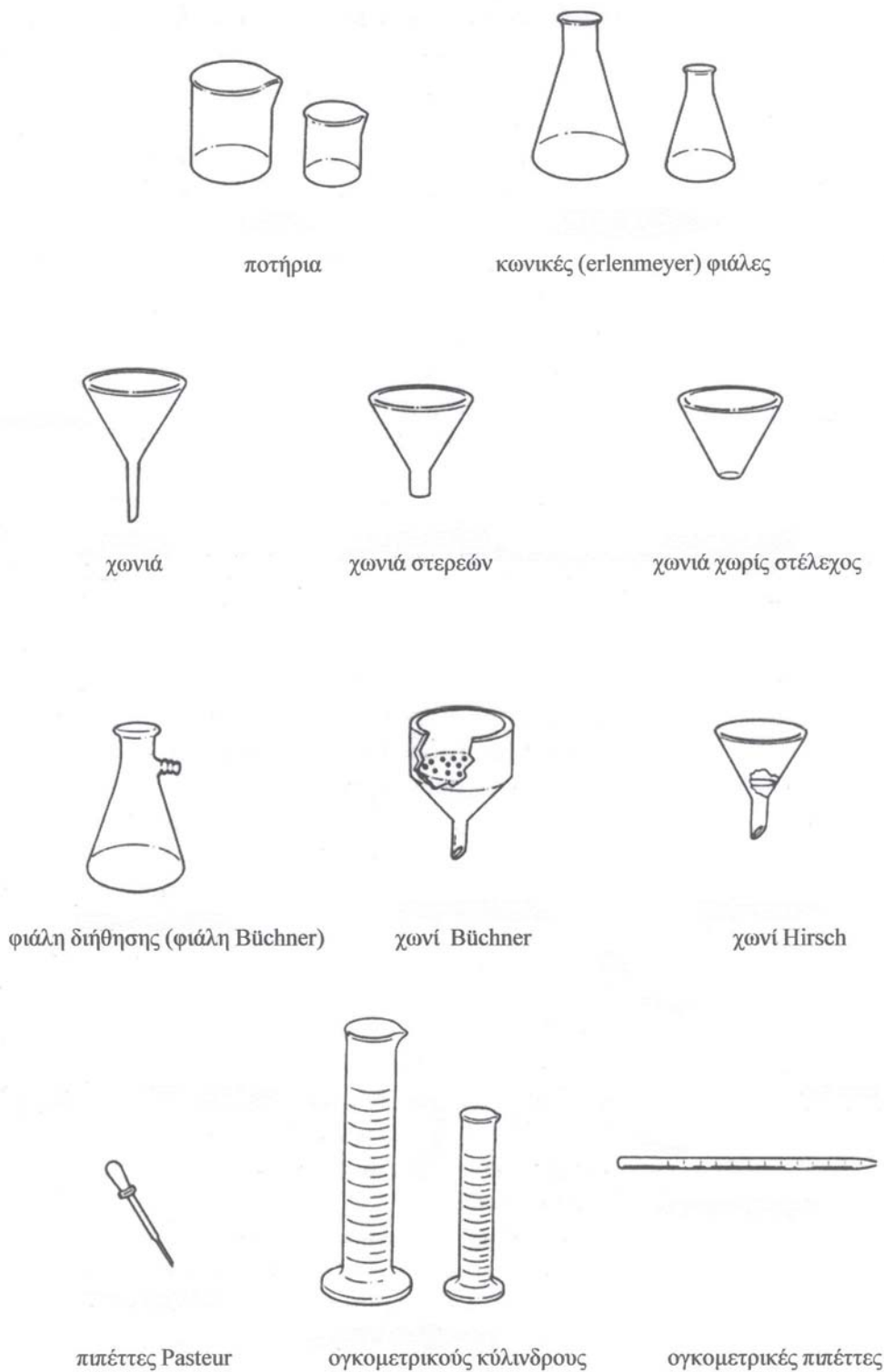
- *χωνί προσθήκης* για την προσθήκη υγρών σε μίγματα αντιδράσεων (κυλινδρικής ή απιοειδούς μορφής)
- *διαχωριστικό χωνί* για εκχυλίσεις και κατεργασία μιγμάτων αντίδρασης.
- *ψυκτήρας* για τη θέρμανση μιγμάτων αντίδρασης, αποστάξεις.
- *αεροψυκτήρας* για υψηλού σημείου ζέσης υγρές ενώσεις (μπορεί να πακεταριστεί και να χρησιμοποιηθεί ως *αποστακτική στήλη*).
- *σωλήνας ξήρανσης* που γεμίζει με ξηραντικό, και τοποθετείτε στη συσκευή για την προφύλαξη από την υγρασία.
- *πώματα*.
- *επίθεμα σμίκρυνσης/επέκτασης* για τη σύνδεση μερών με διαφορετικά εσφυρίσματα.
- *κεφαλή απόσταξης* για απόσταξη.
- *επίθεμα Claisen* για απόσταξη.
- *επίθεμα απόσταξης κενού* για απόσταξη υπο κενό.
- *επίθεμα* για την προσθήκη σωλήνα ή θερμομέτρου.

Τα γυάλινα σκεύη με ή χωρίς εσφυρίσμα είναι διαθέσιμα σε διάφορα μεγέθη. Αλλά, υπάρχουν διάφορα μειονεκτήματα για τις μικρού-μεγέθους εκδόσεις των υαλίνων σκευών; το επίθεμα είναι πολύ μεγάλο για τη χωρητικότητα της αντίδρασης και η διαδρομή των ατμών αυξάνει αναλογικά. Μια προφανής λύση είναι η χρήση των ημισφαιρικών εσφυρισμάτων που συνήθως έχουν μικρότερη επιφάνεια επαφής μεταξύ των θηλυκών και αρσενικών μερών, αλλά τα περισσότερα εμπορικά διαθέσιμα κιτ συσκευών μικροκλίμακας λύνουν αυτό το πρόβλημα με την αντικατάσταση των αρσενικών/θηλυκών εσφυρισμάτων με πολυτετραφθοροαιθυλενικό (PTFE) κρίκο ή εναλλακτικά με βιδωτό κλείσιμο και ένα κυκλικό επίθεμα σφραγίσματος. Μια μεγάλη ποικιλία τέτοιων συσκευών διατίθεται εμπορικά. Οι συσκευές είναι γεροφτιαγμένες, παρέχουν μεγάλη προστασία στη διάβρωση, και θυμίζουν σε μορφή τις συσκευές μακροκλίμακας. Η ευθραυστότητα των μικρών σφαιρικών φιαλών έχει σαν αποτέλεσμα την αντικατάστασή τους με τα φιαλίδια αντίδρασης.

Τα γυαλικά που δεν φέρουν εσφυρίσματα είναι συνήθως πολύ πιο φθηνά. Μια τυπική ομάδα τέτοιων σκευών απεικονίζεται στην εικόνα 1.6 και μπορεί να περιλαμβάνει:

- *ποτήρια* για περιοδική αποθήκευση ή μεταφορά αντιδραστηρίων
- *κωνικές (erlenmeyer) φιάλες* για ανακρυσταλώσεις, συλλογή φάσεων εκχυλίσεων
- *χωνιά* για τη μεταφορά υγρών, διήθηση.
- *χωνιά στερεών* για τη μεταφορά στερεών.
- *χωνιά χωρίς στέλεχος* για θερμή διήθηση
- *φιάλη διήθησης (φιάλη Buchner)* για τη συλλογή διηθήματος
- *χωνί Buchner* για διήθηση
- *χωνί Hirsch* για διήθηση μικρών ποσοτήτων στερεών





**Εικόνα 1.6** Διάφορα είδη γυαλίνων συσκευών χωρίς εσμύρισμα

- **πιπέττες Pasteur** για μεταφορά μικρών ποσοτήτων υγρών
- **ογκομετρικούς κύλινδρους** για τη μέτρηση του όγκου υγρών
- **ογκομετρικές πιπέττες** για ακριβή μέτρηση του όγκου υγρών.

Όταν ελέγχετε τα γυαλικά στην εργαστηριακή σας θέση, θα πρέπει να εξετάζετε προσεκτικά κάθε γυαλίνο εξάρτημα για σπασίματα και “σπασίματα-αστέρια”. Τα σπασίματα-αστέρια προκαλούνται όταν δυο σφαιρικές φιάλες προσκρούουν μεταξύ τους; όταν για παράδειγμα, ένα συρτάρι γεμάτο με φιάλες ανοίγεται απότομα. Ετσι, θα πρέπει να λαμβάνεται

μέριμνα ώστε οι φιάλες να μην εφάπτονται μεταξύ τους. Κάθε ελαττωματικό εξάρτημα θα πρέπει να αντικαθίσταται. Θα πρέπει να αποκτήσετε τη συνήθεια να ελέγχετε το γυάλινο εξοπλισμό σας αν δεν θέλετε να σπάσει κάποια φιάλη στη διάρκεια κάποιου πειράματος.

**Καθάρισμα και ξήρανση γυαλίνων συσκευών** Η καλή εργαστηριακή πρακτική απαιτεί ότι οι αντιδράσεις πραγματοποιούνται με καθαρό εξοπλισμό. Οι αντιδράσεις συνήθως πραγματοποιούνται σε ξηρές συσκευές αφού συνήθως σε οργανικά πειράματα η ύπαρξη νερού μπορεί να καταστρέψει την αντίδραση.

Ο γυάλινος εξοπλισμός συνήθως καθαρίζεται με νερό και κάποιο καθαριστικό χρησιμοποιώντας την κατάλληλη ψύκτρα. Θα πρέπει να βεβαιωθείτε ότι έχετε καθαρίσει σχολαστικά το εσωτερικό της συσκευής και ότι το έχετε πλύνει με άφθονο νερό έπειτα. Το τελικό πλύσιμο πρέπει να γίνεται με απιονισμένο ή αποσταγμένο νερό και η συσκευή πρέπει να αφεθεί να ξηρανθεί. Το γυάλινο τμήμα μπορεί να ξηρανθεί πιο εύκολα τοποθετώντας το σε φούρνο, αλλά αυτό είναι απαραίτητο όταν πρόκειται να χρησιμοποιηθεί για μια αντίδραση που περιλαμβάνει ευαίσθητα σε αέρα ή υγρασία αντιδραστήρια. Για την ολοκληρωτική ξήρανση, η γυάλινη συσκευή πρέπει να παραμείνει στους 125 °C για 12 ώρες.

Η διαδικασία ξήρανσης μπορεί να επιταχυνθεί με το ξέβγαλμα του υγρού γυαλίνου σκεύους με ακετόνη. Η ακετόνη αναμιγνύεται με το νερό σε κάθε αναλογία, και το ξέβγαλμα μιας υγρής φιάλης με 5-10 mL ακετόνης για πλύσιμο απομακρύνει το νερό. Η ακετόνη πρέπει να συλλέγεται στο κατάλληλο μπουκάλι συλλογής και όχι να απορρίπτεται στο νεροχύτη. Η παραμένουσα ακετόνη στη φιάλη εξατμίζεται γρήγορα, και η ξήρανση μπορεί να επιταχυνθεί με τη διαβίβαση ρεύματος αέρα μέσα στη φιάλη. Αυτό μπορεί να γίνει με την τοποθέτηση ενός PVC-λάστιχου σε μια υδραντλία. Ποτέ μην χρησιμοποιείτε τη γραμμή αέρα για να ξηραίνετε τις γυάλινες συσκευές, αφού η γραμμή είναι συνήθως μολυσμένη με βρωμιές και λάδι που θα μεταφερθούν στο γυάλινο σκεύος σας. Εναλλακτικά, η συσκευή μπορεί να ξηρανθεί με τη χρήση θερμού αέρα, αλλά μην ξεχνάτε ότι η ακετόνη είναι εύφλεκτη. Αυτός είναι και ο λόγος για τον οποίο σε διάφορα εργαστήρια δεν επιτρέπεται η χρήση ακετόνης για τη ξήρανση συσκευών-επιπρόσθετος κίνδυνος φωτιάς, πιθανή δηλητηρίαση λόγω μακροχρόνιας έκθεσης, και φυσικά κόστος.

Τα γυαλικά που είναι λερωμένα σε μεγάλο βαθμό με διάφορα πολυμερή υπολείμματα δεν μπορούν να καθαρίσουν με νερό και καθαριστικό. Μεγάλες ποσότητες των πολυμερών μπορούν να απομακρυνθούν με μια σπάτουλα αλλά το υλικό που παραμένει πρέπει να απομακρυνθεί με ένα οργανικό διαλύτη. Η ακετόνη συνήθως χρησιμοποιείται αφού πρόκειται για ένα καλό διαλύτη. Η ακάθαρτη ακετόνη πρέπει να συλλέγεται στο κατάλληλο δοχείο, αφού τα περισσότερα εργαστήρια την ανακυκλώνουν.

Η χρήση ισχυρών οξειδωτικών μιγμάτων για το καθάρισμα γυαλίνων συσκευών, όπως είναι τα οξέα θειικό/νιτρικό και το χρωμικό οξύ πρέπει να αποφεύγεται λόγω θεμάτων ασφαλείας,

αφού τέτοια μίγματα είναι εξαιρετικά διαβρωτικά και μερικά είναι και εκρηκτικά.

Το καθάρισμα και η ξήρανση των γυαλίνων σκευών είναι μια ανεπιθύμητη αγγαρεία αλλά είναι μέρος της δουλειάς. Υπάρχει ένας απλός κανόνας που λέει ότι *καθαρίζετε τα σκεύη σας ενώ δουλεύετε*. Με το καθάρισμα των συσκευών σας μόλις έχετε τελειώσει με τις χρήσεις του, έχετε το πλεονέκτημα ότι γνωρίζετε το τι υπήρχε στο σκεύος και πως θα το καθαρίσετε, ενώ και οι φρέσκιες βρωμιές καθαρίζουν πιο εύκολα. Υπάρχουν διάφοροι ελεύθεροι περίοδοι στο εργαστήριο που περιμένετε μια αντίδραση να θερμανθεί ή να ψυχθεί, μια κρυστάλλωση να τελειώσει, κτλ. Χρησιμοποιήστε αυτόν το χρόνο για να καθαρίζετε και να ξηραίνετε τις συσκευές σας. Είναι μια κακή πρακτική να μαζεύετε τις βρώμικες συσκευές στη θέση σας και στο τέλος της ημέρας να προσπαθείτε να τις καθαρίσετε.

### **1.7 Μεταλλικά σκεύη**

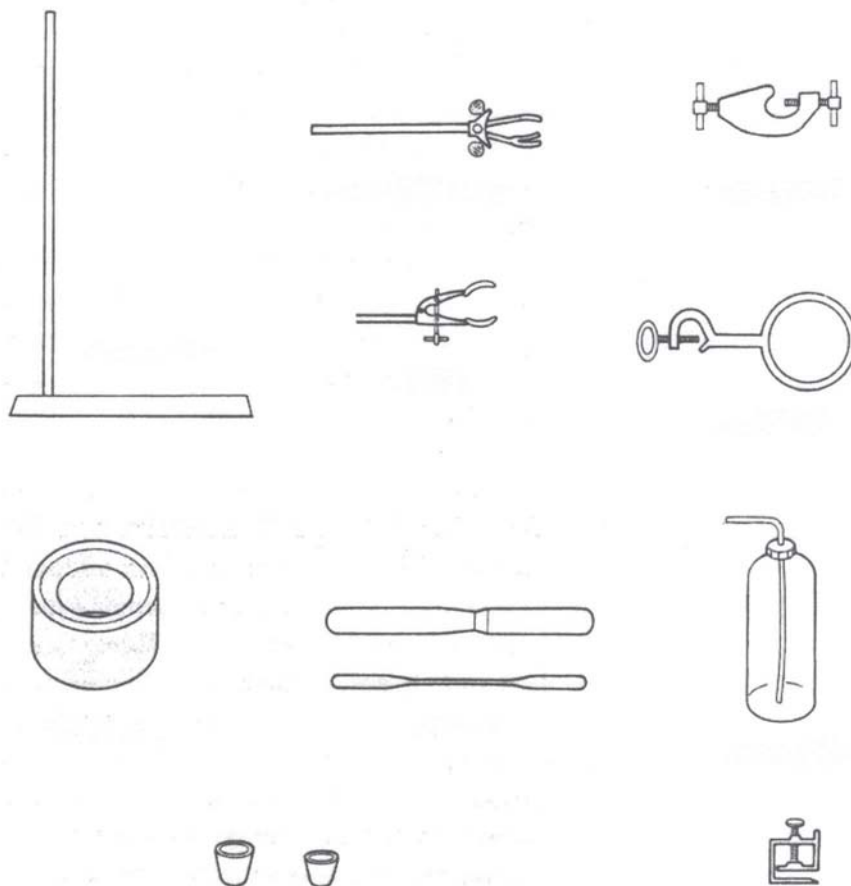
Η εργαστηριακή σας θέση θα περιέχει επίσης και μη-γυάλινα αντικείμενα, όπως αυτά που απεικονίζονται στην Εικόνα 1.7. Πολλά από αυτά τα είδη είναι απολύτως απαραίτητα στην πειραματική οργανική χημεία. Μια τυπική ομάδα περιλαμβάνει:

- *μεταλλικά στηρίγματα* για την υποστήριξη των πειραματικών διατάξεων.
- *λαβίδες και μούφες* για την στήριξη των πειραματικών διατάξεων (τα σαγόνια της λαβίδας πρέπει να είναι καλυμμένα από φελλό ή με ένα μικρό λαστιχένιο κομμάτι ώστε να αποφεύγεται η επαφή μετάλλου-γυαλιού).
- *μεταλλικούς δακτύλιους* για τη στήριξη διαχωριστικών χωνιών
- *δακτύλιους από φελλό* για τη στήριξη σφαιρικών φιαλών
- *σπάτουλες* για τη μεταφορά των στερεών
- *δοχεία πλυσίματος* για το πλύσιμο των γυαλίνων συσκευών
- *λαστιχένια επιθέματα* για τις φιάλες διήθησης
- *λαβίδα τσιμπήματος/βιδώματος* για εύκαμπτα λάστιχα.

Τα είδη που χρειάζονται ιδιαίτερη μνεία είναι τα στηρίγματα, οι λαβίδες και οι μούφες που είναι απολύτως απαραίτητα είδη για τη στήριξη των γυαλίνων συσκευών στη διάρκεια των αντιδράσεων, όπως επίσης οι προστατευτικές οθόνες για την προστασία κατά τη διάρκεια αποστάξεων υπο κενό και άλλες επικίνδυνες πειραματικές λειτουργίες.

**Οι χημικές συσκευές πρέπει πάντοτε να στηρίζονται με ασφάλεια σε σταθερά στηρίγματα.**

Τα μεταλλικά στηρίγματα είναι οι πλέον χρησιμοποιούμενες μορφές σταθερής στήριξης αφού μπορούν να μετακινούνται ελεύθερα, και η βαρεία βάση τους εξασφαλίζει ότι στην κατάλληλη χρήση θα είναι ικανοποιητικά σταθερά. Η μοναδική πρακτική εναλλακτική λύση στα στηρίγματα είναι το σταθερό πλαίσιο, ορθογώνιας ή τετράγωνης δομής, από οριζόντιες και κάθετες ράβδους, σταθερά τοποθετημένο στο πάγκο. Αυτό συνήθως βρίσκεται σε ερευνητικά

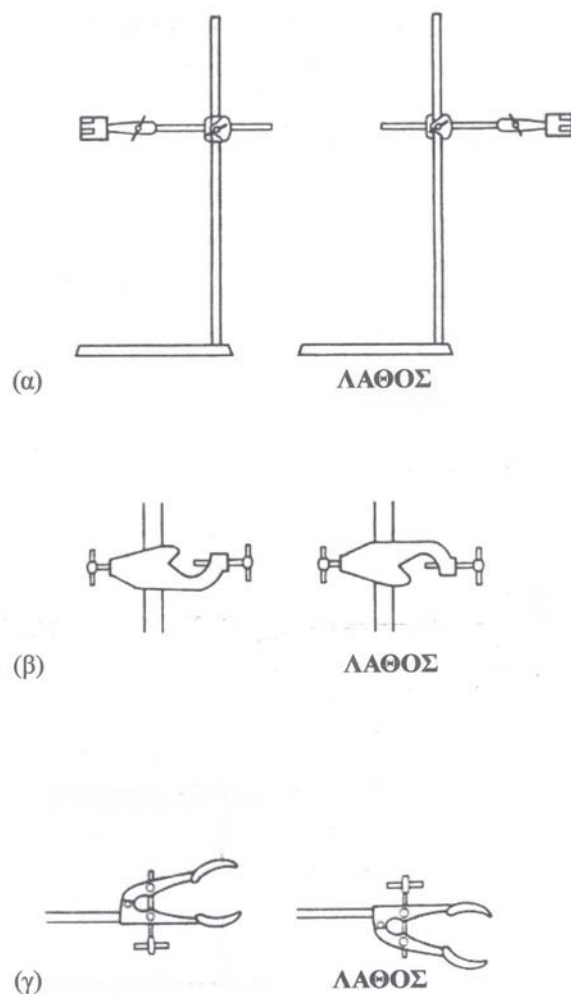


**Εικόνα 1.7** Διάφορα μη-γυάλινα σκεύη εργαστηρίου

εργαστήρια. Η σωστή χρήση των μεταλλικών στηριγμάτων απαιτεί ότι η σταθεροποιημένη συσκευή βλέπει απευθείας τη βάση του στηρίγματος όπως απεικονίζεται στην Εικόνα 1.8α. Η εναλλακτική τοποθέτηση είναι εξαιρετικά ασταθής και δυναμικά επικίνδυνη. Παρόμοια υπάρχουν σωστοί και λανθασμένοι τρόποι της χρήσης των λαβίδων. Η σωστή χρήση της μούφας είναι τέτοια ώστε η ανοικτή οπή να βλέπει προς τα πάνω (Εικόνα 1.8β), και όταν οι λαβίδες βρίσκονται σε οριζόντια θέση, θα πρέπει η σταθερή μη-μετακινούμενη σιαγώνα να είναι απο κάτω (Εικόνα 1.8γ).

Οι περισσότερες συσκευές μικροκλίμακας είναι εξαιρετικά ελαφριές, έτσι ελάχιστες λαβίδες στήριξης απαιτούνται, συνήθως μια στο λαιμό της κύριας φιάλης της αντίδρασης. Η πρόσθετη στήριξη με λαβίδες των ψυκτήρων και των επιθεμάτων ούτε είναι απαραίτητη ούτε συνιστάται.

Οι προστατευτικές οθόνες απο σκληρό γυαλί ή πλαστικό πρέπει να χρησιμοποιούνται όταν πραγματοποιούνται αποστάξεις υπο κενό ή πειράματα στα οποία υπάρχει κάποιος κίνδυνος έκρηξης. Επιπρόσθετα, κάθε πείραμα που πραγματοποιείται στον απαγωγό, πρέπει να γίνεται με τη θύρα του απαγωγού κατεβασμένη, αφήνοντας απλά κάποιο μικρό χώρο ώστε να υπάρχει η δυνατότητα ταχείας προσπέλασης στη συσκευή. Το εμπρόσθιο φύλλο του απαγωγού δεν πρέπει να διατηρείται εντελώς ανοικτό αφού δεν θα είναι δυνατό ο ανεμιστήρας



**Εικόνα 1.8** Σωστή και λάθος χρήση μεταλλικών στηριγμάτων και λαβίδων

του απαγωγού να διατηρήσει το ρεύμα του αέρα και να απομακρύνει τους τοξικούς ατμούς.

## 1.8 Θέρμανση και ψύξη

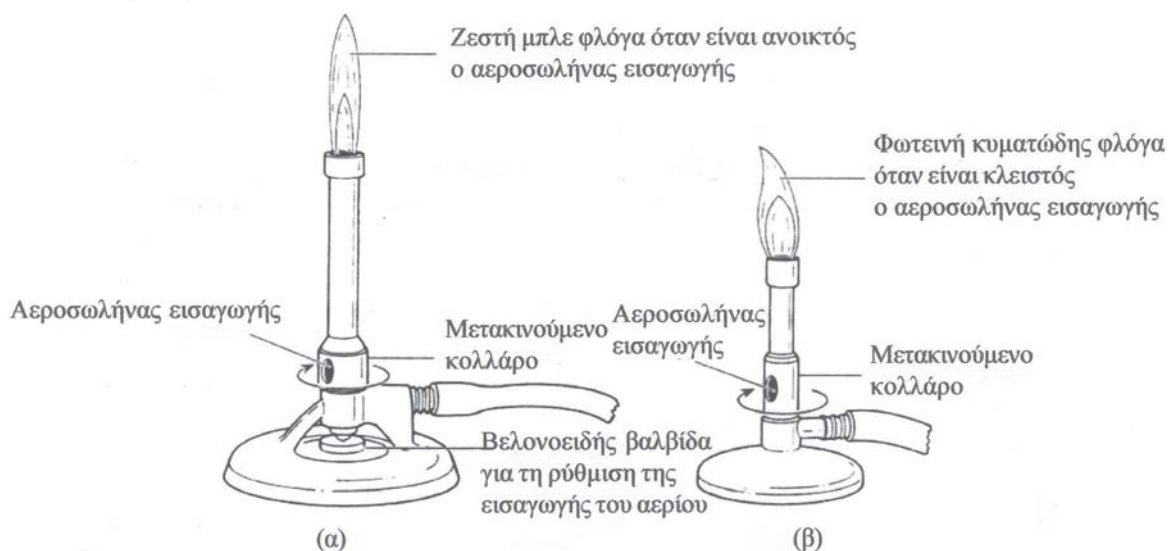
Πολύ σύντομα στο εργαστήριο θα χρειαστεί να θερμάνετε το μίγμα μιας αντίδρασης ή να αποστάξετε ένα προϊόν. Πολλές μέθοδοι θέρμανσης υπάρχουν σε ένα οργανικό εργαστήριο, αλλά η ευφλεκτότητα μεγάλης ποικιλίας οργανικών διαλυτών που συνδυάζεται με την πτητικότητα τους, απαιτεί πάντοτε επαγρύπνηση όταν θερμαίνουμε. Οι γυμνές φλόγες είναι ένας προφανής κίνδυνος, αλλά και οι θερμές μεταλλικές επιφάνειες των θερμαντικών σωμάτων όπως επίσης και η πιθανότητα σπινθήρα απο μια ηλεκτρική συσκευή μπορεί επίσης να οδηγήσουν σε επικίνδυνες καταστάσεις. Η διαφορά είναι ότι μια γυμνή φλόγα είναι ορατή, ενώ είναι αδύνατο να δισθανθούμε τη θερμοκρασία μιας μεταλλικής επιφάνειας, απλά κοιτώντας την, άρα προσοχή πρέπει να υπάρχει και με τη χρήση των θερμαντικών σωμάτων.

**Λύχνοι** Αν και αποτελούν τις προφανείς πηγές θερμότητας, οι λύχνοι πρέπει να χρησιμοποιούνται μόνο για τη θέρμανση υδατικών διαλυμάτων σε ανοικτές φιάλες. Είναι επίσης χρήσιμοι για τη θέρμανση και το βρασμό υγρών ενώσεων με υψηλό σημείο ζέσης αλλά σε μια

τέτοια περίπτωση ιδιαίτερη προσοχή πρέπει να λαμβάνεται ώστε οι εύφλεκτοι ατμοί να μην έλθουν σε επαφή με τη φλόγα.

**Δεν θα πρέπει να χρησιμοποιείτε λύχνο για να θερμάνετε εύφλεκτους διαλύτες σε ανοικτά δοχεία ή όταν εύφλεκτοι διαλύτες χρησιμοποιούνται στην περιοχή.**

Οι λύχνοι συναντιούνται με δύο μορφές, οι οποίες είναι παραλλαγές της ίδιας σχεδίασης. Ο λύχνος Bunsen (Εικόνα 1.9α) είναι χρήσιμος για τη θέρμανση υδατικών διαλυμάτων που



**Εικόνα 1.9.** (α) Καυστήρας Bunsen. (β) Μικροκαυστήρας

βρίσκονται σε επίπεδες φιάλες. Το μέγεθος της φλόγας είναι συνήθως πολύ μεγάλο για να επιτρέπει τον έλεγχο κατά τη διάρκεια μιας απόσταξης, και για τέτοιες περιπτώσεις είναι κατάλληλος ένας μικρολύχνος (Εικόνα 1.9β) που παράγει μικρότερη φλόγα. Διάφορες παραλλαγές αυτών των λύχνων καίνε φυσικό αέριο και παράγουν μια ζεστή (μπλε) φλόγα όταν επιτρέπεται η είσοδος του αέρα στη βάση του καυστήρα. Η παροχή του αέρα ρυθμίζεται με τη μετακίνηση του ρυθμιζόμενου κολλάρου γύρω από την τρύπα εισαγωγής και κάποια είδη λύχνων επιτρέπουν και τη ρύθμιση της εισαγωγής του καύσιμου αερίου με τη χρήση μιας βελονοειδούς βαλβίδας. Το κλείσιμο του αεροσωλήνα εισαγωγής έχει σαν αποτέλεσμα τη μετατροπή της φλόγας σε πιο φωτεινή μορφή.

Όταν θερμαίνονται διάφορες φιάλες με λύχνο, είτε σφαιρικές είτε επίπεδες, ένα συρματένιο πλέγμα πρέπει να τοποθετείται μεταξύ της φιάλης και της φλόγας, και η φιάλη να ακουμπά στο πλέγμα. Ο ρόλος του πλέγματος είναι τόσο για τη στήριξη της φιάλης, όσο και για τη διασπορά της θερμότητας. Αυτό μειώνει το κίνδυνο του σπασίματος της φιάλης και τις διάφορες εκτινάξεις υλικού λόγω υπερθέρμανσης.

Οι απιοειδείς φιάλες μπορούν να θερμαίνονται απευθείας χωρίς τη χρήση πλέγματος, αλλά στη περίπτωση αυτή θα πρέπει να χρησιμοποιείται μικροκαυστήρας. Ο λύχνος πρέπει να κρατιέται πάντοτε με το χέρι και να μετακινείται σε όλη τη επιφάνεια της φιάλης κάτω από την επιφάνεια του υγρού. Όταν ξεκινάτε την απόσταξη είναι πολύ καλή ιδέα να ξεκινήσετε τη θέρμανση

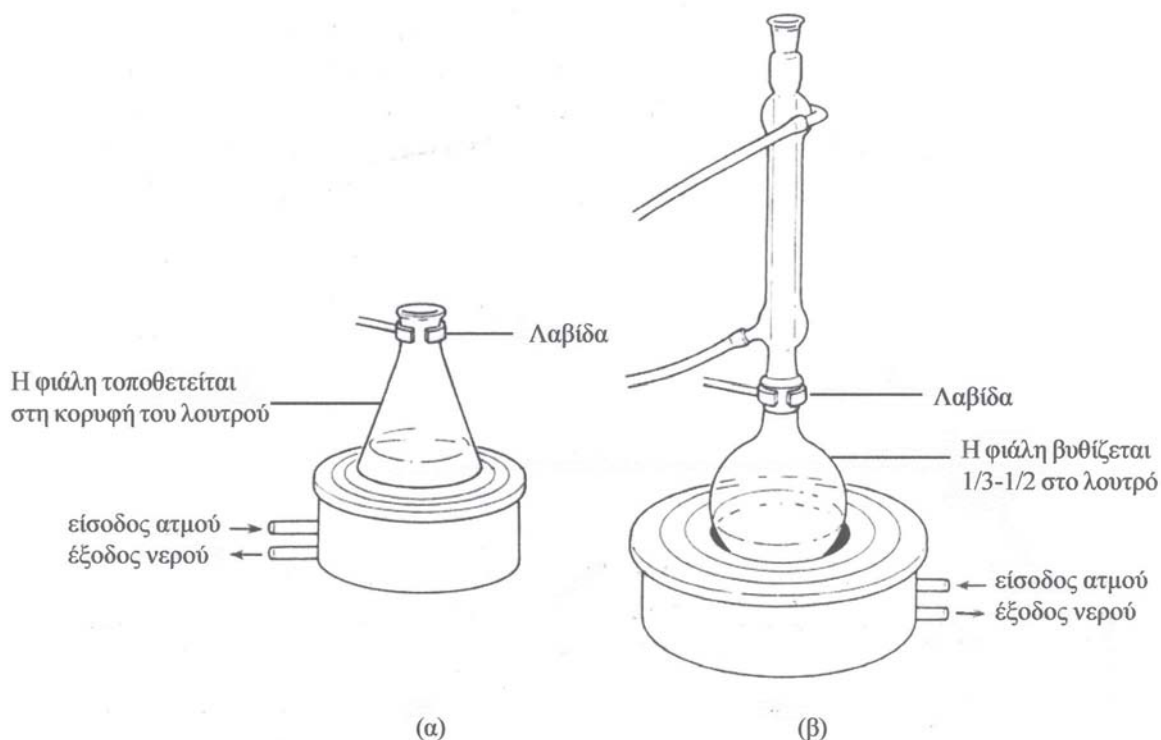


απο την πάνω επιφάνεια του υγρού, μετακινώντας συνεχώς τη φλόγα προς τα κάτω. Η αρχική θέρμανση απο κάτω οδηγεί συνήθως σε εκτινάξεις υλικού, ακόμη και αν υπάρχουν πέτρες βρασμού.

**Υδατόλουτρα και ατμόλουτρα** Η χρήση ηλεκτρικά θερμαινόμενων υδατόλουτρων και ατμόλουτρων είναι μια εύχρηστη πηγή θέρμανσης μέχρι τους 100 °C, αν και οι υδρατμοί που συμπυκνώνονται μπορεί να δημιουργήσουν πρόβλημα. Αυτό είναι ένα ιδιαίτερο πρόβλημα όταν απαιτούνται άνυδρες συνθήκες στην αντίδραση. Αν και η χρήση τέτοιων λουτρών περιορίζει τον κίνδυνο πυρκαγιάς, θα πρέπει να γνωρίζετε ότι ο διθειάνθρακας έχει σημείο αυτοανάφλεξης περίπου 100 °C, και αποτελεί ένα κίνδυνο. Στην πραγματικότητα ο διθειάνθρακας είναι τόσο τοξικός και διαθέτει τόσο μεγάλο κίνδυνο ανάφλεξης που η χρήση του σε ένα εργαστήριο θα πρέπει να αποφεύγεται με κάθε κόστος.

Η θέρμανση με ατμό γίνεται με την τοποθέτηση της φιάλης πάνω απο την επιφάνεια του νερού που βράζει ή το εργαστήριο μπορεί να διαθέτει ξεχωριστή παροχή ατμού. Θα πρέπει πρώτα να στήσετε τη συσκευή σας και μετά θα ανοίξετε την παροχή ατμού, αφού όλα θα θερμανθούν.

Θα πρέπει να προσέχετε πάντοτε τη χρήση του ατμού γιατί μπορεί να προκαλέσει σοβαρά εγκαύματα. Η θέρμανση με υδατόλουτρα και ατμόλουτρα αποτελεί την πιο προσφιλή μέθοδο θέρμανσης για την πραγματοποίηση ανακρυσταλλώσεων με πτητικούς διαλύτες. Τα λουτρά είναι συνήθως εφοδιασμένα με ένα κάλυμμα που αποτελείται απο μια σειρά ομοκέντρων δακτυλίων που μπορούν να μετακινηθούν ώστε να δημιουργηθεί το κατάλληλο στήριγμα για τη φιάλη. Οι επίπεδες φιάλες πρέπει να τοποθετούνται κατά τέτοιο τρόπο ώστε να μην κουνιούνται πέρα-δώθε (Εικόνα 1.10α). Αντίθετα, οι σφαιρικές φιάλες πρέπει να βυθίζονται κατά το ένα



**Εικόνα 1.10** (α) Θέρμανση μιας κωνικής φιάλης. (β) Θέρμανση μιας σφαιρικής φιάλης

τρίτο ως το μισό στο λουτρό αφήνοντας ένα ελαφρό διάστημα μεταξύ της φιάλης και του καλύμματος (Εικόνα 1.10β).

**Ελαιόλουτρα** Τα ηλεκτρικά θερμαινόμενα λουτρά βρίσκουν ευρύτατη εφαρμογή στο εργαστήριο λόγω του μεγάλου εύρους θερμοκρασίας που μπορεί να επιτευχθεί με τα διάφορα θερμαντικά μέσα (πολυαιθυλενογλυκόλη, σιλικόνη, παραφινέλαιο, κτλ.). Το λουτρό μπορεί να θερμανθεί με ένα θερμαντικό μέσο και ο έλεγχος της θερμοκρασίας να γίνει με ένα θερμόμετρο. Εναλλακτικά, μερικά θερμαντικά σώματα είναι εφοδιασμένα με αυτόματο έλεγχο της θερμοκρασίας.

Αν και χρησιμοποιούνται ευρύτατα στο εργαστήρια, τα ελαιόλουτρα έχουν σημαντικά μειονεκτήματα. Ένα μειονέκτημα είναι η θερμική αδράνεια του ελαιόλουτρου, που μπορεί να οδηγήσει σε υπερθέρμανση αν και αυτό το γεγονός μπορεί να ελαχιστοποιηθεί με τη χρήση του κατάλληλου μεγέθους λουτρού σε σχέση με τη φιάλη που χρησιμοποιείται. Το δοχείο δεν πρέπει να είναι μεταλλικό, όταν είναι επιθυμητή η μαγνητική ανάδευση του μίγματος. Πρέπει να αποφεύγονται επίσης τα γυάλινα σκεύη που μπορούν να σπάσουν ανα πάσα στιγμή γεμάτα με ζεστό λάδι. Μια άλλη μικρή ενόχληση των ελαιόλουτρων είναι το καθάρισμα των φιαλών μετά την εμβάπτιση τους, ιδιαίτερα σε λουτρό σιλικόνης. Αυτό επίσης διορθώνεται με τη χρήση πολυαιθυλενογλυκόλης ως θερμαντικού μέσου, αφού είναι υδατοδιαλυτή αλλά έχει το μειονέκτημα του μικρού εύρους θέρμανσης πριν την αποσύνθεση του ελαίου. Εναλλακτικά, μπορεί να χρησιμοποιηθεί αμμόλουτρο ή λουτρό με κονιοποιημένο γραφίτη αν και στη περίπτωση αυτή είναι δυσκολότερος ο έλεγχος και η ομοιομορφία της θέρμανσης. Η θέρμανση των λουτρών σε υψηλότερες θερμοκρασίες από εκείνη της αποσύνθεσης του λαδιού έχει σαν αποτέλεσμα τις δυσάρεστες οσμές που είναι ταυτόχρονα και τοξικές. *Ετσι, τα ελαιόλουτρα χρησιμοποιούνται πάντοτε μέσα στον απαγωγό.* Η σιλικόνη έχει τη μεγαλύτερη θερμική σταθερότητα, προτιμάται σε σχέση με το παραφινέλαιο αλλά είναι κατά πολύ ακριβότερη. Το μεγαλύτερο πρόβλημα των ελαιόλουτρων εμφανίζεται όταν υπάρχει διαρροή νερού μέσα στο λάδι και το ελαιόλουτρο πρέπει να θερμανθεί σε θερμοκρασία μεγαλύτερη των 100 °C. Σε μια τέτοια περίπτωση το ελαιόλουτρο είναι επικίνδυνο και το έλαιο πρέπει να αντικαθίσταται αμέσως. Τα ελαιόλουτρα πρέπει να ελέγχονται πριν τη χρήση, το υγρό πρέπει να αλλάζει σε τακτά χρονικά διαστήματα, και το παλιό λάδι πρέπει να απορρίπτεται στα κατάλληλα δοχεία περισυλλογής.

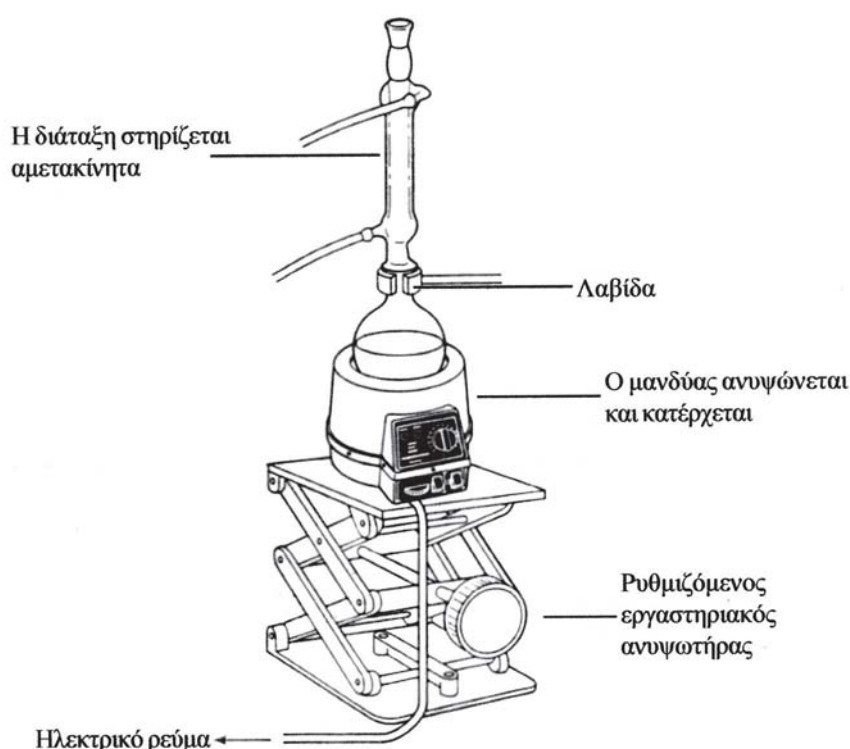
**Ηλεκτρικά θερμαινόμενοι μανδύες** Οι θερμαντικοί μανδύες αποτελούν ένα διαδεδομένο τρόπο θέρμανσης μιγμάτων αντίδρασης σε βρασμό, αν και η χρήση τους για αποστάξεις πρέπει να αποθαρρύνεται.

**Οι θερμαντικοί μανδύες έχουν σχεδιαστεί μόνο για σφαιρικές φιάλες και δεν πρέπει ποτέ να χρησιμοποιούνται για τη θέρμανση άλλων δοχείων.**

Ο μανδύας αποτελείται από μια ηλεκτρική αντίσταση σε μορφή σύρματος μέσα σε ένα ημισφαιρικό πλεκτό γυάλινο περίβλημα. Ο κάθε μανδύας σχεδιάζεται να δέχεται ειδικά μια

συγκεκριμένου μεγέθους σφαιρική φιάλη η οποία πρέπει να κάθεται μέσα στην κοιλότητα, ακουμπώντας σε όλη την επιφάνεια του περιβλήματος χωρίς να εκτίθενται θερμές περιοχές του μανδύα. Ο μανδύας μπορεί να βρίσκεται μέσα σε κουτί για μεγαλύτερη ασφάλεια, αλλά όλα τα είδη των μανδύων πάσχουν από τις διαρροές υγρών. Η συνεχής χρήση των μανδύων μπορεί να έχει ως αποτέλεσμα εκτεθειμένες περιοχές των συρμάτων της ηλεκτρικής αντίστασης. Κάθε μανδύας που υποτίθεται ότι έχει υποστεί βλάβη πρέπει να επιδιορθώνεται από το κατάλληλο προσωπικό.

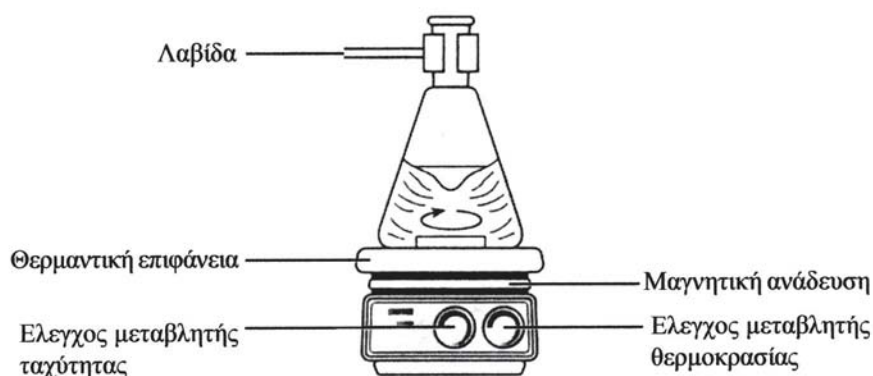
Οι περισσότεροι νέας γενιάς μανδύες έχουν ξεχωριστή μονάδα ελέγχου θέρμανσης, αλλά ακόμη και αν δεν έχουν, ο μανδύας πρέπει να συνδέεται με μονάδα μεταβλητού ελέγχου θέρμανσης και ποτέ απευθείας στο ηλεκτρικό ρεύμα. Λόγω της μεγάλης τους ικανότητας θέρμανσης, οι μανδύες έχουν την τάση να θερμαίνουν σχετικά αργά, και να τείνουν να υπερβούν την επιθυμητή θερμοκρασία. Θα πρέπει πάντοτε να μπορείτε να απομακρύνετε τη θέρμανση γρήγορα, όταν καταλάβετε ότι δεν ελέγχετε την αντίδραση λόγω υπερθέρμανσης. Ο καλύτερος τρόπος για να το επιτύχεται είναι η στήριξη της διάταξης σε τέτοιο ύψος ώστε ο μανδύας να ανυψώνεται προς τα πάνω ή τα κάτω με ένα εργαστηριακό ανυψωτικό εργαλείο (Εικόνα 1.11).



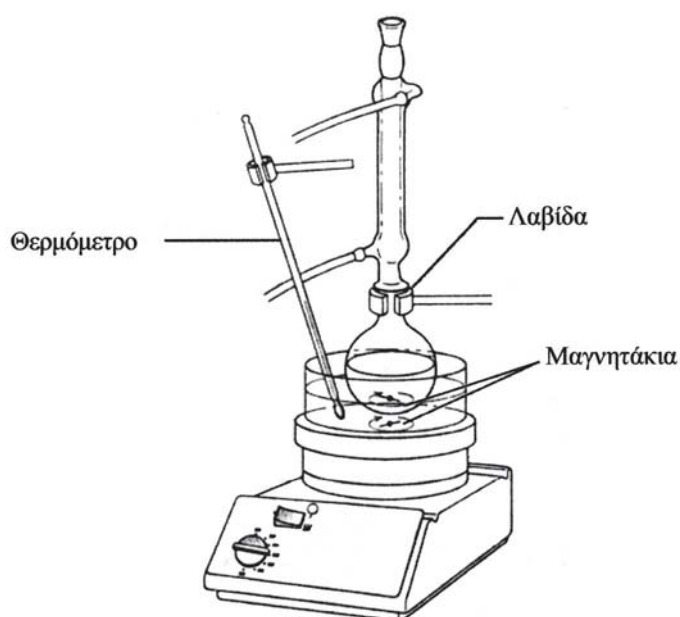
**Εικόνα 1.11** Διάταξη βρασμού με χρήση θερμαντικού μανδύα

**Μαγνητικοί αναδευτήρες με θέρμανση** Οι μαγνητικοί αναδευτήρες με θέρμανση έχουν σχεδιαστεί ώστε να θερμαίνουν επίπεδα δοχεία, όπως είναι οι κωνικές φιάλες, τα ποτήρια ζέσης, κτλ, και είναι ιδανικοί για αυτή τη δουλειά εφόσον το υγρό που θερμαίνεται δεν είναι εύφλεκτο. Η μαγνητική ανάδευση επιτρέπει ικανοποιητική ανάδευση διαλυτών μικρού ιξώδους με τη χρήση της κατάλληλης μαγνητικής ράβδου για το υγρό στο δοχείο (Εικόνα 1.12).

Οι σφαιρικές φιάλες δεν μπορούν να θερμανθούν απευθείας με τη χρήση του μαγνητικού αναδευτήρα με θέρμανση, λόγω της μικρής επιφάνειας επαφής μεταξύ της φιάλης και της θερμής πλάκας. Το πρόβλημα αυτό λύνεται με τη βύθιση της φιάλης σε ένα επιπέδου-πάτου ελαιόλουτρο. Με τέτοια διάταξη, οι μαγνητικοί αναδευτήρες με θέρμανση γίνονται εξαιρετικά



**Εικόνα 1.12** Μαγνητικός αναδευτήρας με θέρμανση χρήσιμοι για θέρμανση σε βρασμό με ταυτόχρονη ανάδευση (Εικόνα 1.13).

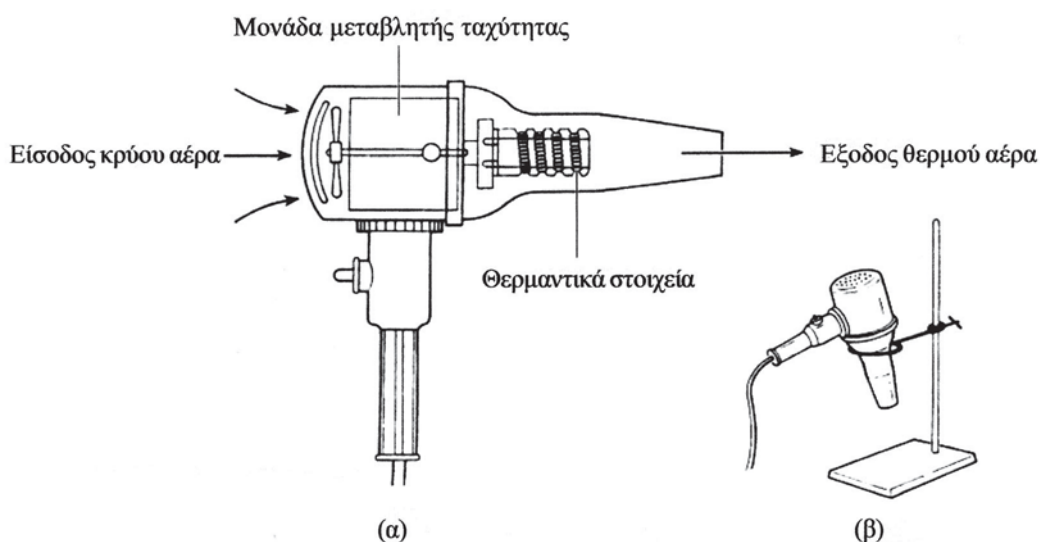


**Εικόνα 1.13** Διάταξη μαγνητικού αναδευτήρα με θέρμανση και ελαιόλουτρου για τη θέρμανση σφαιρικής φιάλης

Η επίπεδη εκτιθέμενη επιφάνεια της θερμής πλάκας που έχει σχεδιαστεί για τη γρήγορη μεταφορά θερμότητας, αποτελεί ένα σοβαρό κίνδυνο όταν είναι θερμή. Μια καλή πρακτική είναι, όταν έχετε τελειώσει τη χρήση του μαγνητικού αναδευτήρα με θέρμανση να τοποθετείτε ένα ποτήρι ζέσης με κρύο νερό στη θερμή πλάκα. Αυτό έχει διπλό χαρακτήρα, αφενός να κρυώσει την επιφάνεια και αφετέρου να προειδοποιεί τους άλλους για τον πιθανό κίνδυνο-μια θερμή πλάκα φαίνεται ως κρύα μέχρι κάποιος να βάλει το χέρι του επάνω.

**Πιστόλι θερμού αέρα** Τα πιστόλια θερμού αέρα είναι ιδιαίτερα χρήσιμα ως πηγή θερμότητας αφού μπορούν να κατευθύνουν τη θέρμανση με σχετική ακρίβεια, κατά τον ίδιο τρόπο με τους λύχνους. Τα εμπορικά διαθέσιμα πιστόλια θερμού αέρα (Εικόνα 1.14α) μπορούν να επιτυγχάνουν υψηλές θερμοκρασίες κοντά στο ακροφύσιο και αποτελούν εναλλακτικές λύσεις ως προς τους λύχνους.

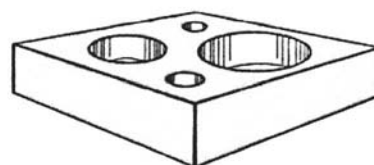
Αυτά τα πιστόλια είναι ικανά να παράγουν ένα ρεύμα θερμού αέρα, συνήθως με δύο



**Εικόνα 1.14** (α) Εμπορικό διαθέσιμο πιστόλι θερμού αέρα. (β) Μετά απο τη χρήση, το πιστόλι θερμού αέρα πρέπει να αφήνεται να κρυώσει τοποθετημένο σε μεταλλικό δακτύλιο ταχύτητες, όπως επίσης και κρύο αέρα. Μετά τη χρήση του πιστολιού, δεν θα πρέπει να τοποθετείτε απευθείας στον πάγκο εργασίας, αφού το ακροφύσιο παραμένει εξαιρετικά θερμό για κάποιο χρονικό διάστημα. Συνιστάται το πιστόλι να στηρίζεται σε ένα μεταλλικό δακτύλιο και να επιτρέπεται η διοχέτευση κρύου αέρα πριν το οριστικό κλείσιμο (Εικόνα 1.14β). Μην ξεχνάτε ότι το θερμό ακροφύσιο μπορεί να αναφλέξει διαλύτες και να προκαλέσει σοβαρά εγκαύματα.

Τα πιστόλια θερμού αέρα είναι ιδιαίτερα χρήσιμα για την ξήρανση γυαλίνων συσκευών που πρέπει να είναι ξηρά αλλά δεν απαιτούνται άνυδρες συνθήκες. Μια άλλη χρήση είναι για τη θέρμανση πλακιδίων λεπτής χρωματογραφίας (TLC) για την εμφάνιση των κουκίδων, όταν χρησιμοποιείται εμφανιστικό διάλυμα που χρειάζεται θέρμανση για την ανάπτυξη του.

**Θέρμανση αντιδράσεων μικροκλίμακας** Η μεταφορά θερμότητας είναι ταχύτερη στις γυάλινες συσκευές μικροκλίμακας. Τα αμμόλουτρα μπορούν να χρησιμοποιηθούν για βράσιμο και για απόσταξη. Η άμμος είναι πολύ εύκολο να καθαρίσει, δεν διαρρέει, ούτε μπορεί να αναφλεγεί ή να βγάλει καπνό. Ένα γυάλινο δοχείο που περιέχει άμμο μπορεί να χρησιμοποιηθεί χωρίς κανένα περιορισμό αν και συνιστάται ο περιοδικός έλεγχος για χημική μόλυνση. Χυτές θήκες αλουμινίου, που τοποθετούνται στη θερμαντική πλάκα ενός μαγνητικού-θερμαντικού αναδευτήρα είναι διαθέσιμες; οι θήκες περιλαμβάνουν οπές που ταιριάζουν στη διάμετρο των φιαλών αντίδρασης. Η μεταφορά θερμότητας είναι ικανοποιητική όπως επίσης και η ανάδευση (Εικόνα 1.15). Όταν απαιτείται ισχυρή-γρήγορη θέρμανση, η χρήση πιστολιού θερμού αέρα είναι καλύτερη.



**Εικόνα 1.15** Χυτή θήκη αλουμινίου που δέχεται σφαιρικές φιάλες διαφόρων μεγεθών

**Ψυχρά λουτρά** Πολλές φορές είναι απαραίτητο να ψύξετε μια κωνική φιάλη ή μια σφαιρική φιάλη σε θερμο-

**Πίνακας 1.1** Θερμαντικά λουτρά

Υλικό	Περιοχή θερμοκρασίας (°C)	Σχόλια
Νερό	0-80	Ιδανικό, μέσα στη στενή περιοχή χρήσης
Αιθυλενογλυκόλη	0-150	Φθηνή, <b>εύφλεκτη, χαμηλό σημείο ανάφλεξης</b>
Παραφινέλαιο	0-150	<b>Εύφλεκτο</b> , παράγει δηκτικούς ατμούς πάνω απο 150 °C
Πολυαιθυλενογλυκόλη 400	0-250	Διαλυτή στο νερό
Ελαιο σιλικόνης	0-250	Καλύτερο απο το παραφινέλαιο, αλλά ακριβότερο
Γλυκερόλη	0-260	Διαλυτή στο νερό
Κράμα μετάλλων	70-350	Στερεό (<70 °C), καλό για υψηλές θερμοκρασίες, <b>Τοξικό</b>
Αμμος	50-350	Χαμηλή θερμική αγωγιμότητα

κρασία χαμηλότερη απο τη θερμοκρασία δωματίου. Γιαυτό το σκοπό θα πρέπει να χρησιμοποιήσετε ένα ψυχρό λουτρό. Το πλέον κοινό ψυχρό λουτρό είναι το παγόλουτρο, το οποίο αποτελεί την κοινή πηγή της θερμοκρασίας των 0 °C. Ένα παγόλουτρο για να λειτουργήσει σωστά θα πρέπει να περιλαμβάνει νερό και πάγο. Αν έχει δημιουργηθεί μόνο απο πάγο, δεν είναι το πλέον αποδοτικό, αφού τα μεγάλα κομμάτια πάγου δεν έχουν καλή επαφή με τα τοιχώματα της φιάλης. Πρέπει να υπάρχει ικανοποιητική ποσότητα νερού, ώστε η φιάλη να περιβάλλεται απο νερό, αλλά όχι τόσο πολύ ώστε η θερμοκρασία να παραμένει στους 0 °C. Επίσης, αν υπάρχει μεγάλη ποσότητα νερού, η φιάλη δεν θα συγκρατείται, και τότε μπορεί να αναποδογυρίσει. Θα πρέπει να υπάρχει μεγάλη ποσότητα πάγου που θα συγκρατεί σταθερά τη φιάλη.

Όταν απαιτούνται θερμοκρασίες χαμηλότερες από 0 °C τότε μπορείτε να προσθέσετε στερεό χλωριούχο νάτριο στο παγόλουτρο. Το ιοντικό αλάτι χαμηλώνει το σημείο τήξης του πάγου, έτσι ώστε θερμοκρασίες στην περιοχή 0 ως -10 °C να μπορούν πολύ εύκολα να επιτευχθούν. Οι χαμηλότερες δυνατές θερμοκρασίες αυτού του μίγματος επιτυγχάνονται όταν το μίγμα περιέχει όσο το δυνατόν λιγότερο νερό. Όταν θέλουμε να κρατήσουμε τη χαμηλή θερμοκρασία για μεγάλο χρονικό διάστημα, τότε ένα δοχείο Dewar πρέπει να χρησιμοποιηθεί. Αν και θεωρητικά, μπορούμε να επιτύχουμε μέχρι -40 °C με αυτά τα μίγματα (Πίνακας 1.2), αυτά τα λουτρά δεν είναι αποδοτικά και έχουν μικρή διάρκεια ζωής.

**Πίνακας 1.2** Μίγματα πάγου-αλατιού

Αλας	Σχέση άλατος-παγού	Χαμηλότερη θερμοκρασία (°C)
CaCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	1:2.5	-10
NH <sub>4</sub> Cl	1:4	-15
NaCl	1:3	-20
CaCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	1:0.8	-40



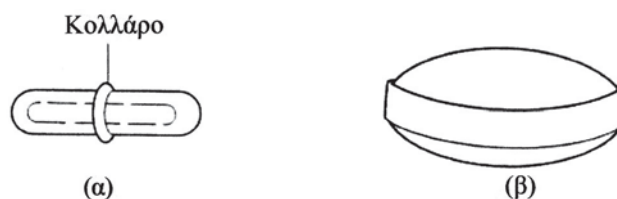
Η θερμοκρασία των  $-78\text{ }^{\circ}\text{C}$  μπορεί να επιτευχθεί με τη χρήση στερεού διοξειδίου του άνθρακα (ξηρός πάγος). Αλλά, τα μεγάλα κομμάτια του ξηρού πάγου δεν θα έχουν καλή επαφή με τα τοιχώματα της φιάλης. Γιαυτό ένας διαλύτης, όπως είναι η ισοπροπυλική αλκοόλη ή η αιθανόλη, αναμιγνύεται με τον ξηρό πάγο για να δημιουργήσουν ένα αποδοτικό ψυχρό λουτρό. Εξαιρετικά χαμηλές θερμοκρασίες επιτυγχάνονται με χρήση υγρού αζώτου ( $-195.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Όταν δημιουργείτε χαμηλές θερμοκρασίες, να χρησιμοποιείτε πάντοτε θερμόμετρο αιθανόλης, αφού ο υδράργυρος πήζει στους  $-39\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

## 1.9 Ανάδευση

Υπάρχουν τρεις κύριοι τρόποι με τους οποίους τα μίγματα αναδεύονται- με το χέρι, με ένα μαγνητικό αναδευτήρα, και με ένα μηχανικό αναδευτήρα; μόνο οι δύο τελευταίοι τρόποι απαιτούν ειδικές συσκευές. Μην ξεχνάτε ότι τα ομογενή διαλύματα δεν απαιτούν γενικά ανάδευση εκτός από την αρχική μίξη. Οι εξαιρέσεις αυτού του κανόνα είναι οι αντιδράσεις που πραγματοποιούνται σε χαμηλές θερμοκρασίες (για παράδειγμα, αντίδραση με αλκυλολίθιο αντιδραστήρια), όπου σε τέτοιες περιπτώσεις, η ανάδευση είναι απαραίτητη για τη διάχυση της θερμότητας και όχι για την ανάμιξη των αντιδραστηρίων.

**Μαγνητική ανάδευση** Η μαγνητική ανάδευση αποτελεί τη μέθοδο επιλογής όταν απαιτείται μια εκτεταμένη περίοδος ανάδευσης. Η σχετική διάταξη στήνεται πολύ εύκολα, είναι δε μικρού μεγέθους. Το κυριότερο μειονέκτημα της μεθόδου είναι ότι δεν ταιριάζει με διαλύματα με μεγάλο ιξώδες ή όταν οι αντιδράσεις έχουν μεγάλο όγκο. Επίσης, για όγκους υγρών μεγαλύτερους από 1 L, δεν έχουμε ικανοποιητική ανάδευση σε όλη τη μάζα. Ο μαγνητικός αναδευτήρας μπορεί να συνδυάζεται με θερμαντική πλάκα, και τέτοιες συσκευές έχουν εξαιρετικές πολλαπλές χρήσεις. Γενικά μπορούμε να πούμε, ότι όσο μεγαλύτερος είναι ο όγκος του υγρού που αναδεύεται, τόσο μικρότερη πρέπει να είναι η μηχανή ανάδευσης, και τόσο μεγαλύτερο πρέπει να είναι το μαγνητάκι.

Τα μαγνητάκια κατασκευάζονται σε διάφορες σχεδιάσεις και διαστάσεις; μια επιλογή από μαγνητάκια, μήκους περίπου 10, 20, και 30 mm, μιας σχεδίασης που περιλαμβάνει ένα κολλάρο γύρω από τη μέση (Εικόνα 1.16α), είναι κατάλληλη σχεδόν για όλες τις περιπτώσεις. Για αντιδράσεις σε σφαιρικές φιάλες με μεγάλο όγκο, τα μαγνητάκια βαρειάς δουλειάς ελλειπτικού-σχήματος (Εικόνα 1.16β) είναι κατάλληλα, αλλά έχουν το μειονέκτημα ότι μπορούν να σπασούν τη γυάλινη συσκευή.



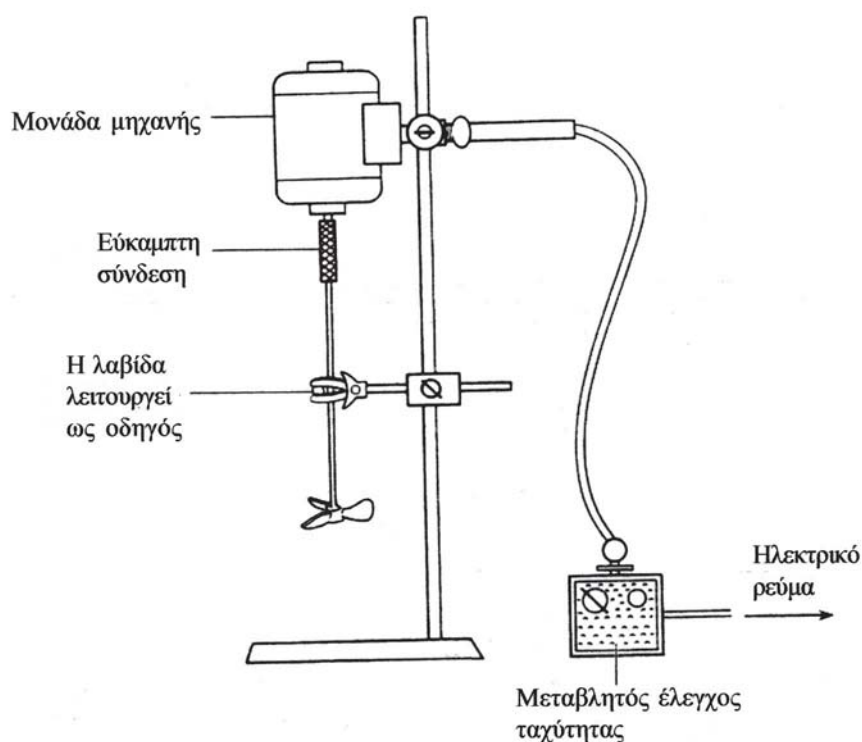
Εικόνα 1.16 Χρήσιμα σχήματα μαγνητικών ράβδων επικαλυμμένα με Teflon

Αν και τα μαγνητάκια μπορούν να ληφθούν με διάφορες επιστρώσεις, μόνο η επίστρωση Teflon είναι χρήσιμη παντού-ακόμη και όταν αυτά χρωματίζονται μαύρα στις αντιδράσεις αλκα-

λιμετάλλων σε υγρή αμμωνία. Αυτός ο χρωματισμός δεν επηρεάζει την ικανοποιητική απόδοση της μαγνητικής ράβδου, τουλάχιστον για μικρό χρονικό διάστημα.

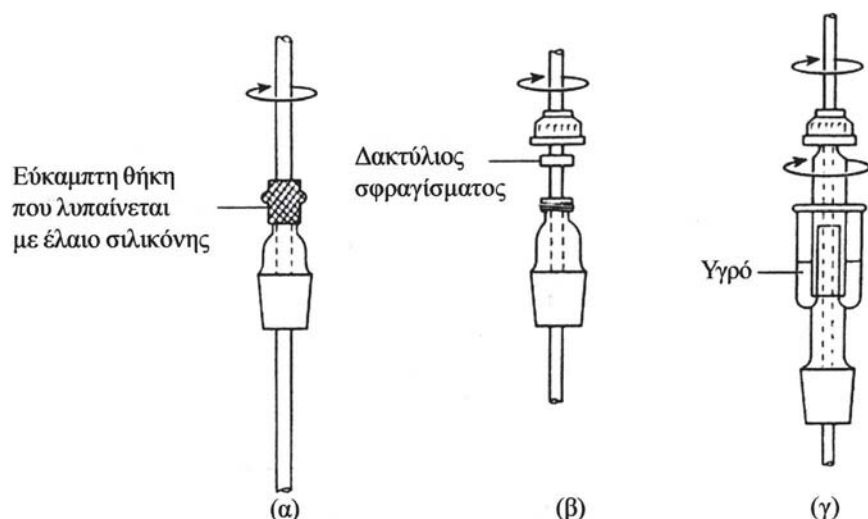
**Μηχανική ανάδευση** Αντιδράσεις μεγάλου όγκου ή μίγματα με μεγάλο ιξώδες χρειάζονται τη μεγαλύτερη ισχύ μιας εξωτερικής μηχανής που περιστρέφει μια αναδευτική λεπίδα. Είναι μεγάλο πλεονέκτημα, η μηχανή να διαθέτει μεταβλητό έλεγχο ταχύτητας και ένα τυπικό μοντέλο απεικονίζεται στην εικόνα 1.17. Αυτές οι συσκευές είναι σχεδόν πάντοτε βαριές και πρέπει να στηρίζονται σταθερά.

Το στελέχος αναδευτήρα συνδέεται στη μηχανή με μια εύκαμπτη σύνδεση, που συνήθως είναι ένα μικρό κομμάτι από λάστιχο κενού. Αλλά, όταν αναδεύονται ανοικτά δοχεία, η ελαστικότητα της σύνδεσης απαιτεί τη χρήση οδηγού (π.χ. μια σχετικά κλειστή λαβίδα) στη μέση περίπου του στελέχους για να προφυ-



Εικόνα 1.17 Ένας τυπικός μηχανικός αναδευτήρας

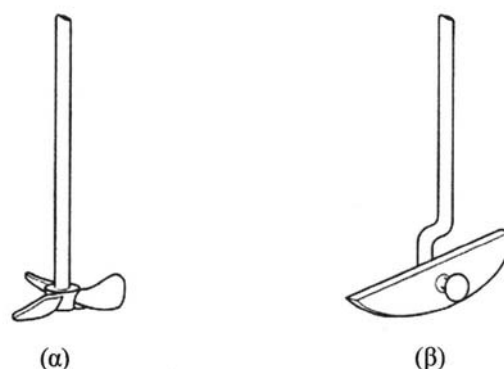
λάξει από ανεπιθύμητη κίνηση. Αντίθετα, με κλειστά συστήματα, όπως όταν αναδεύουμε μίγματα αντίδρασης που βράζουν, ένα επίθεμα κλεισίματος απαιτείται. Ένα απλό επίθεμα, που συχνά καλείται *σφράγισμα Kyrides*, μπορεί να κατασκευαστεί από ένα επίθεμα σωλήνα εφοδιασμένο με ένα μικρό μήκος σωλήνα που αποτελεί τη θήκη-οδηγό του στελέχους του αναδευτήρα (Εικόνα 1.18α). Το σημείο επαφής μεταξύ του στελέχους και του επιθέματος λαδώνεται με σιλικόνη, και ένα προσεκτικά κατασκευασμένο επίθεμα αυτού του τύπου μπορεί να επιτρέψει την ανάδευση με ταυτόχρονο κενό υδραντλίας (περίπου 20 mm Hg). Ένα βιδωτό επίθεμα, που συχνά χρησιμοποιείται για τη συγκράτηση θερμομέτρων, μπορεί επίσης να χρησιμοποιηθεί με καλά αποτελέσματα αν μια μικρή επίστρωση σιλικόνης εφαρμοστεί στο λαστιχένιο δακτύλιο κλεισίματος και το πλαστικό βιδωτό καπάκι δεν σφραγιστεί εντελώς (Εικόνα 1.18β). Οι οδηγοί στελέχους αναδευτήρα τύπου κλεισίματος-υδραργύρου (Εικόνα 1.18γ) δεν είναι πλέον δημοφιλείς, αφού είναι αυξημένη η πιθανότητα διαρροής του εξαιρετικά τοξικού μεταλλικού



**Εικόνα 1.18** Οδηγοί ανάδευσης για κλειστά συστήματα: (α) Σφράγισμα Kyrides. (β) Βιδωτό επίθεμα. (γ) Οδηγός αναδευτήρα τύπου σφραγίσματος-υγρού

υδραργύρου όταν χρησιμοποιούνται μεγάλες ταχύτητες ανάδευσης. Επιπρόσθετα, αν και αυτή η διάταξη επιτρέπει τον καλό αποκλεισμό του αέρα δεν μπορεί να χρησιμοποιηθεί υπο κενό. Αν μια τέτοια διάταξη χρησιμοποιηθεί είναι προτιμότερη η χρήση ελαίου σιλικόνης αντί του μεταλλικού υδραργύρου.

Τα στελέχη αναδευτήρα μπορεί να κατασκευάζονται από γυαλί, ή μέταλλο ή Teflon ενώ η λεπίδα μπορεί να έχει διάφορα σχήματα. Το Teflon είναι το επιθυμητό υλικό κατασκευής όλου του στελέχους αναδευτήρα αφού δεν πρόκειται να σπάσει όταν πιεστεί (για παράδειγμα αν πέσει στο πάτωμα) ούτε μπορεί να προκαλέσει ρωγμές στη φιάλη κατά τη διάρκεια της χρήσης του. Κανονικά, ο αναδευτήρας τύπου προπέλας (Εικόνα 1.19α), που χρησιμεύει στην ανάδευση ανοικτών δοχείων με ευρείς λαιμούς, κατασκευάζεται από μέταλλο.



**Εικόνα 1.19** Οδηγοί αναδευτήρα (α) Τύπου προπέλας για χρήση σε ανοικτές φιάλες. (β) Με αφαιρούμενη λεπίδα Teflon

Ενα στέλεχος αναδευτήρα, από γυαλί ή Teflon, που διαθέτει μια αφαιρούμενη λεπίδα από Teflon (Εικόνα 1.19β) είναι μια απλή και πολύ χρήσιμη κατασκευή κατάλληλη για χρήσεις σε φιάλες με περιορισμένα ανοίγματα. Επιπρόσθετα, η λεπίδα από Teflon έχει ημικυκλική μορφή στη κάτω μεριά, ένα γεγονός που την κάνει ιδανική για ανάδευση σε σφαιρικές φιάλες.

## 1.10 Η μέτρηση του όγκου και βάρους

Η πραγματοποίηση επιτυχημένων πειραμάτων στην οργανική χημεία απαιτεί την μέτρηση με ακρίβεια στερεών και υγρών ενώσεων. Αυτό προϋποθέτει την επιλογή της κατάλληλης μέτρησης και τη σωστή μέθοδο μέτρησης.

Τα υγρά που πρόκειται να χρησιμοποιηθούν σε ένα πείραμα θα βρεθούν σε μικρά δοχεία. Για τα περισσότερα πειράματα, ένας ογκομετρικός κύλινδρος, μια αντλία μεταφοράς, ή μια βαθμονομημένη πιπέττα θα χρησιμοποιηθούν για τη μέτρηση του όγκου ενός υγρού. Θα μεταφέρετε στη συνέχεια την υγρή ένωση σε μια σφαιρική ή μια κωνική φιάλη.

Στις περιπτώσεις όπου το υγρό είναι ένα αντιδραστήριο, που είτε είναι ακριβό είτε διαθέτετε μικρή ποσότητα, θα πρέπει να προζυγίσετε τη φιάλη πριν μεταφέρετε το υγρό στη φιάλη. Όταν ξαναζυγίσετε τη φιάλη, θα γνωρίζετε ακριβώς τη ποσότητα που έχετε τοποθετήσει στη φιάλη. Η εργαστηριακή τεχνική συνήθως καθορίζει πότε πρέπει να ζυγίσετε ένα υγρό αντιδραστήριο. Όταν θέλετε να μεταφέρετε ένα υγρό στη σφαιρική φιάλη, να τοποθετείτε τη φιάλη μέσα σε ένα ποτήρι ζέσης και να προζυγίζετε τη φιάλη μαζί με το ποτήρι ζέσης. Ο ρόλος του ποτηριού ζέσης (εναλλακτικά, μπορείτε να χρησιμοποιείτε ένα δακτύλιο από φελλό) είναι να κρατά τη φιάλη σε όρθια θέση ώστε να αποφεύγονται διαρροές. Είναι επίσης φρόνιμο να φέρετε μαζί και το πώμα της φιάλης, ώστε να πωματίζετε τη φιάλη μετά την μεταφορά του υγρού και να αποφεύγεται έτσι η δραπέτευση ατμών του υγρού στον αέρα.

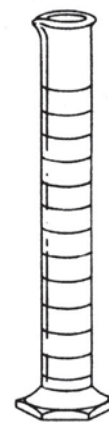
Στις περιπτώσεις που η υγρή ένωση είναι διαθέσιμη σε μεγάλες ποσότητες, μπορείτε να υπολογίσετε το βάρος του υγρού από τον όγκο του υγρού που μεταφέρατε στη φιάλη και την πυκνότητά του, σύμφωνα με την εξίσωση:

$$\text{Βάρος (gr)} = \text{Πυκνότητα (gr/mL)} \times \text{Όγκος (mL)}$$

Τα στερεά που πρόκειται να χρησιμοποιηθούν σε ένα πείραμα βρίσκονται συνήθως κοντά στο ζυγό. Για να ζυγίσετε ένα στερεό, θα πρέπει να τοποθετήσετε μια σφαιρική φιάλη ή μια κωνική φιάλη σε ένα μικρό ποτήρι ζέσης και να πάρετε αυτή τη διάταξη μαζί σας στο ζυγό. Τοποθετείτε ένα κομμάτι διηθητικού χαρτιού, που έχει διπλωθεί μια φορά, στο δίσκο του ζυγού. Το διπλωμένο χαρτί θα σας βοηθήσει να μεταφέρετε το στερεό μέσα στη φιάλη χωρίς διαρροές. Με τη χρήση της σπάτουλας θα αρχίσετε τη μεταφορά του στερεού στο χαρτί. Μην ζυγίζετε ποτέ απευθείας στη φιάλη, και μην χύνετε, απορρίπτετε, ή αναταράσσετε ένα υλικό από δοχείο. Η φιάλη πρέπει να είναι τοποθετημένη μέσα στο ποτήρι ζέσης όταν μεταφέρετε το στερεό. Ο ρόλος του ποτηριού ζέσης είναι να λειτουργεί ως παγίδα κάθε στερεού που πέφτει έξω από τη φιάλη. Στηρίζει επίσης τη σφαιρική φιάλη ώστε να μην πέσει. Δεν είναι απαραίτητο να ζυγίσετε την ακριβή ποσότητα που λέει το εργαστηριακό πείραμα. Κάτι τέτοιο θα απαιτούσε την παραμονή για μεγάλο χρονικό διάστημα στο ζυγό. Απλά η πραγματική ποσότητα θα πρέπει να γράφει στο εργαστηριακό τετράδιο, ώστε να υπολογίσετε την απόδοση της αντίδρασης.

Η απρόσεκτη μεταφορά στερεών και υγρών εγκυμονεί κινδύνους σε οποιοδήποτε εργαστήριο. Όταν υπάρχουν διαρροές αντιδραστηρίων διατρέχετε κίνδυνο υγείας ή πυρκαγιάς. Επιπρόσθετα, έχετε δαπανήσει ακριβά αντιδραστήρια, έχετε καταστρέψει το δίσκο του ζυγού και τα ρούχα σας, και μολύνετε το περιβάλλον. Οι διαρροές πρέπει να καθαρίζονται πάντοτε αμέσως.

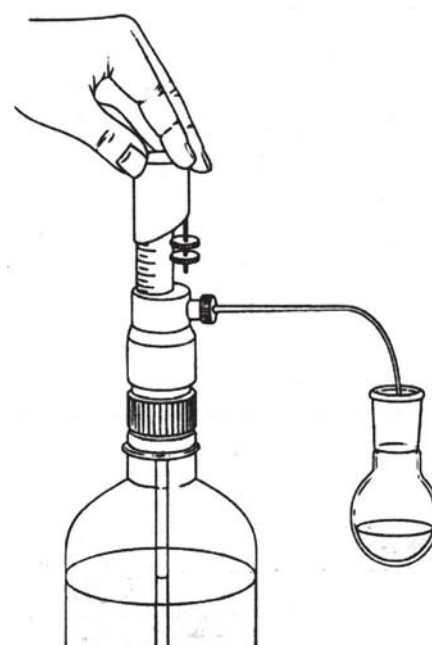
**Ογκομετρικοί κύλινδροι.** Οι ογκομετρικοί κύλινδροι χρησιμοποιούνται για τη μέτρηση υγρών. Οι πλέον κοινές διαστάσεις είναι των 10 mL, 25 mL, 50 mL, και 100 mL αλλά είναι πιθανό ότι όλα αυτά τα μεγέθη δεν θα είναι διαθέσιμα στο εργαστήριο. Ογκοί υγρών από 2 μέχρι 100 mL μπορούν να μετρηθούν με ακρίβεια, αρκεί να χρησιμοποιηθεί ο κατάλληλος κύλινδρος. Θα πρέπει να χρησιμοποιήσετε τον *μικρότερο* δυνατό κύλινδρο που περιλαμβάνει όλη την υγρή ουσία που θέλετε να μετρήσετε. Για παράδειγμα, αν μια μέθοδος ζητά 4.5 mL ενός αντιδραστήριου, θα πρέπει να χρησιμοποιήσετε ένα κύλινδρο των 10 mL. Η χρήση ενός μεγαλύτερου κυλίνδρου θα οδηγήσει σε λιγότερο ακριβή μέτρηση. Η χρήση ενός κυλίνδρου για τη μέτρηση ενός υγρού με λιγότερο από το 10% της χωρητικότητας του κυλίνδρου οδηγεί σε εσφαλμένη μέτρηση.



**Εικόνα 1.20** Ογκομετρικός κύλινδρος

Όταν η υγρή ένωση είναι τοποθετημένη σε ένα μικρό δοχείο (<1 L) και έχει στενό λαιμό, μπορείτε να αποχύσετε τη μεγαλύτερη ποσότητα του υγρού στον ογκομετρικό κύλινδρο και να χρησιμοποιήσετε μια πιπέτα Pasteur για να συμπληρώσετε το επιθυμητό όγκο. Όταν το δοχείο αποθήκευσης είναι μεγάλο (> 1 L) και έχει ευρύ λαιμό, υπάρχουν δύο στρατηγικές. Πρώτον, μπορείτε να χρησιμοποιήσετε μια πιπέτα για να μεταφέρετε το υγρό στον κύλινδρο. Εναλλακτικά, μπορείτε να αποχύσετε πρώτα κάποια ποσότητα σε ένα ποτήρι ζέσης και έπειτα να αποχύσετε αυτό το υγρό στον ογκομετρικό κύλινδρο, και με τη χρήση μιας πιπέτας Pasteur να ρυθμίσετε τον επιθυμητό όγκο. Η περίσσεια του υγρού, δεν πρέπει ποτέ να επιστραφεί στο δοχείο αποθήκευσης. Είτε κάποιος άλλος φοιτητής θα χρησιμοποιήσει αυτήν την ποσότητα είτε θα αποχυθεί στο κατάλληλο δοχείο συλλογής απορριμμάτων.

**Αντλίες μεταφοράς** Οι αντλίες μεταφοράς είναι σχετικά απλές στη χρήση τους, χημικά αδρανείς, και σχετικά ακριβείς. Αφού, το έμβολο είναι κατασκευασμένο από Teflon, μπορεί να χρησιμοποιηθεί με τα περισσότερα διαβρωτικά υλικά και τους οργανικούς διαλύτες. Οι αντλίες μεταφοράς έρχονται σε διάφορες διαστάσεις από 1 mL ως 300 mL. Όταν χρησιμοποιούνται σωστά μπορούν να μεταφέρουν με ακρίβεια όγκους από 0.1 mL μέχρι τη μέγιστη χωρητικότητά τους. Η αντλία συνδέεται στο δοχείο που περιλαμβάνει το υγρό που μεταφέρεται. Το υγρό αναρροφείται από το δοχείο με τη χρήση ενός αδρανούς πλαστικού σωλήνα. Η δυσκολία χρήσης



**Εικόνα 1.21** Αντλία μεταφοράς

τους βρίσκεται συνήθως στη ρύθμιση της επιθυμητής ποσότητας. Αυτή η ρύθμιση πρέπει να γίνεται από το έμπειρο προσωπικό του εργαστηρίου.

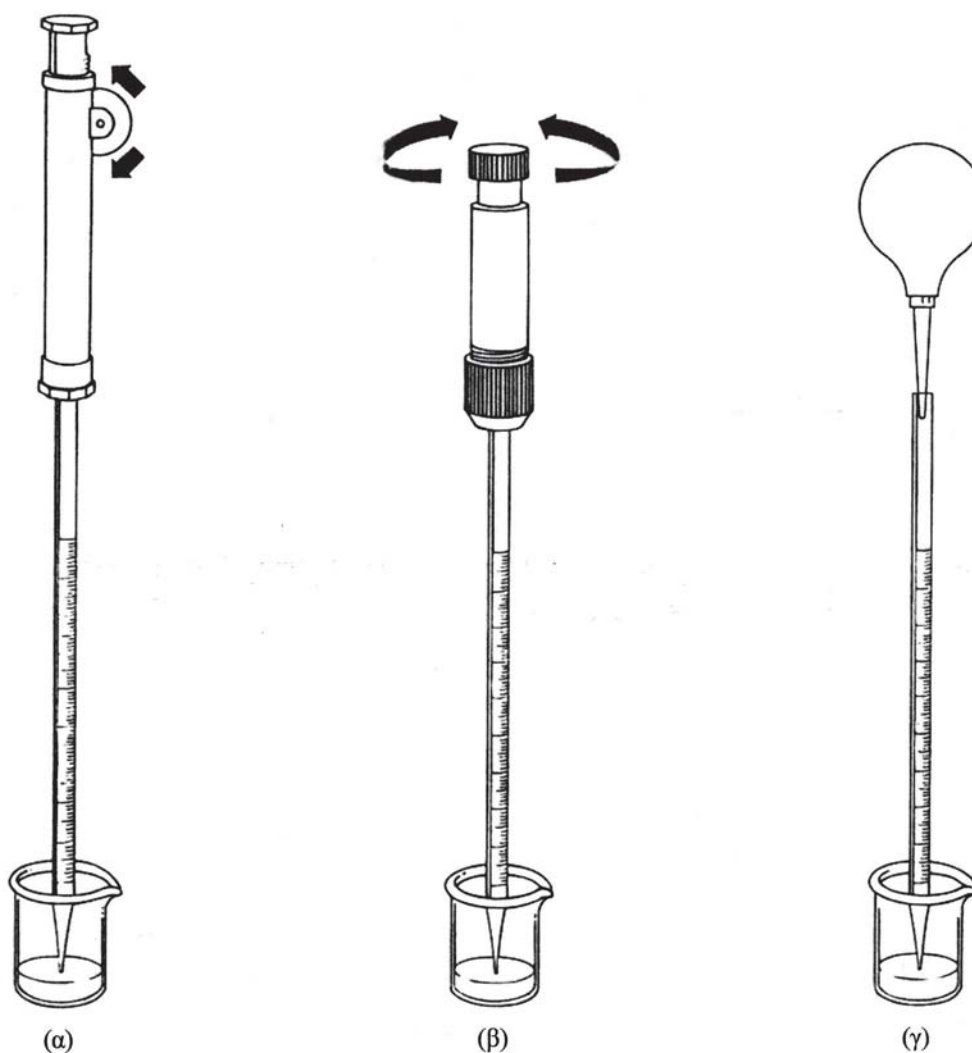
**Βαθμονομημένες πιπέτες** Χρησιμοποιούνται ευρύτατα για τη μέτρηση υγρών. Οι γυάλινες πιπέτες είναι εμπορικά διαθέσιμες σε διάφορα μεγέθη. Οι βαθμονομημένες πιπέτες μιας χρήσης μπορούν να χρησιμοποιούνται για μεγάλο χρονικό διάστημα, μέχρι να μην φαίνονται οι διαβαθμίσεις. Μια καλή σειρά τέτοιων πιπετών περιλαμβάνει:

πιπέτες 1mL διαβαθμισμένες ανά 0.01 mL

πιπέτες 2mL διαβαθμισμένες ανά 0.01 mL

πιπέτες 5mL διαβαθμισμένες ανά 0.1 mL

*Ποτέ να μην αναρροφάται υγρά με τις πιπέτες χρησιμοποιώντας το στόμα σας.* Για να γεμίσετε τις πιπέτες θα πρέπει να χρησιμοποιείτε είτε μια αντλία πιπέτας, είτε ένα βολβό πιπέτας είτε ένα σταγονομετρικό βολβό πιπέτας. Δύο είδη αντλιών πιπέτας και ένα βολβός πιπέτας απεικονίζονται στην εικόνα 1.22. Η πιπέτα πρέπει να εφαρμόζει στην αντλία, και η αντλία χρησιμοποιείται για τη μέτρηση του ακριβή όγκου. Ο έλεγχος γίνεται με την περιστροφή του κουμπιού της αντλίας.



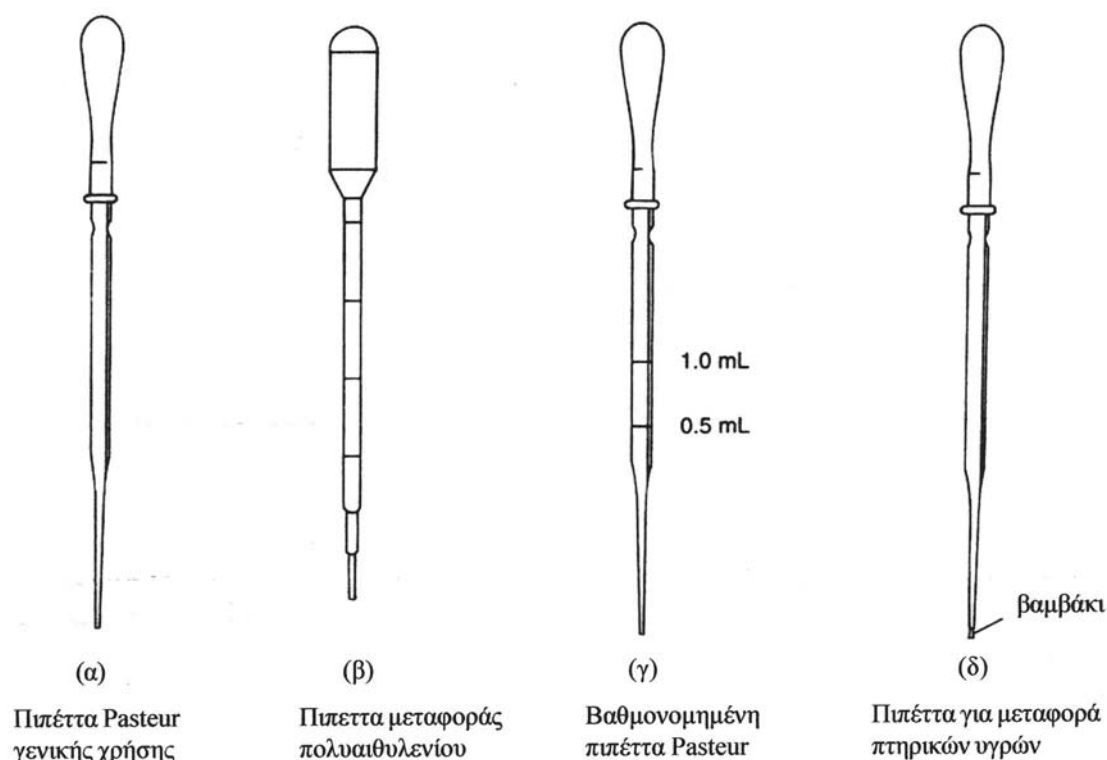
**Εικόνα 1.22** (α) Αντλία πιπέτας. (β) Αντλία πιπέτας. (γ) Βολβός πιπέτας



Περιστρέφοντας το κουμπί προς μια κατεύθυνση, το υγρό αναρροφάται, και το υγρό απωθείται απο την αντλία με την περιστροφή του κουμπιού προς την αντίθετη κατεύθυνση. Εναλλακτικά, μια λιγότερη ακριβή προσέγγιση είναι η χρήση του λαστιχένιου βολβού αντλίας (Εικόνα 1.22γ).

**Πιπέττες Pasteur** Υπάρχουν δύο μεγέθη αυτών των πιπετών: το μικρό μέγεθος (5 3/4 in) και το μεγάλο μέγεθος (9 in). Το σημαντικότερο γεγονός της χρήσης τους είναι η απόλυτη εφαρμογή του βολβού στην πιπέττα. Η πιπέττα Pasteur είναι ένα πολύ χρήσιμο εργαλείο ρουτίνας για τη μεταφορά υγρών στο εργαστήριο. Χρησιμοποιούνται επίσης σε διαχωρισμούς, μαζί με βαμβάκι μπορούν να χρησιμοποιηθούν για διήθηση στερεών, ή και μαζί με προσροφητικό μπορεί να χρησιμοποιηθούν ως μια μικρή στήλη χρωματογραφίας. Αν και θεωρούνται υλικά μιας χρήσης, εύκολα καθαρίζονται και επαναχρησιμοποιούνται.

Μια πιπέττα Pasteur μπορεί να χρησιμοποιηθεί και για τη προσθήκη στάγδην υγρών σε μια αντίδραση. Για παράδειγμα, το θειικό οξύ αποχύνεται πολλές φορές κατά τέτοιο τρόπο. Ιδιαίτερη μέριμνα πρέπει να ληφθεί όμως ώστε το οξύ να μην έλθει σε επαφή με το λαστιχένιο βολβό.



**Εικόνα 1.23** Πιπέττα Pasteur και πιπέττες μεταφοράς

Η χρήση του λαστιχένιου βολβού πιπέττας μπορεί να αποφευχθεί με τη χρήση της πολυαιθυλενικής πιπέττας μεταφοράς ενός κομματιού (Εικόνα 1.23β). Αυτές οι πλαστικές πιπέττες είναι διαθέσιμες σε μεγέθη των 1 mL και 2 mL. Είναι βαθμονομημένες κατά προσέγγιση. Μπορούν να χρησιμοποιηθούν με όλα τα υδατικά διαλύματα και τους περισσότερους οργανικούς διαλύτες.

Οι πιπέτες Pasteur μπορούν να βαθμονομηθούν για να χρησιμοποιηθούν σε διαδικασίες όπου δεν απαιτείται εξαιρετική ακρίβεια. Τέτοια παραδείγματα περιλαμβάνουν τους διαλύτες που απαιτούνται για εκχύλιση και για τη πλύση στερεών που έχουν ανακρυσταλλωθεί. Μια τέτοια πιπέτα απεικονίζεται στην εικόνα 1.23γ.

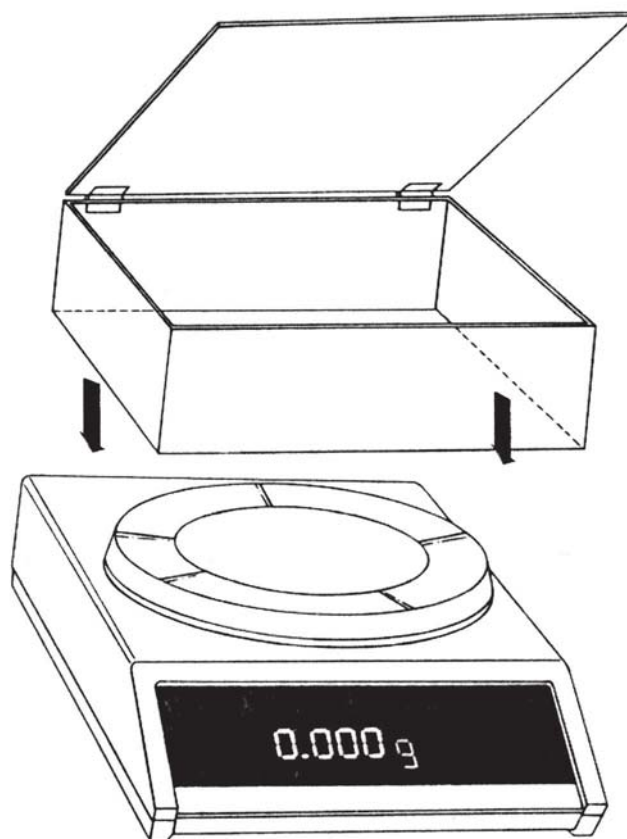
Ενα μικρό κομμάτι βαμβακιού μπορεί να τοποθετηθεί στην άκρη μιας πιπέτας (Εικόνα 1.23δ). Οι πιπέτες αυτού του είδους μπορούν να χρησιμοποιηθούν για τη μεταφορά πτητικών διαλυτών ή για τη διήθηση μικρής ποσότητας ακαθαρσιών από διαλύματα. Είναι ιδιαίτερα χρήσιμη στην παρασκευή διαλυμάτων δειγμάτων για τη λήψη φασμάτων NMR.

**Σύριγγες** Οι σύριγγες χρησιμοποιούνται για την προσθήκη ενός υγρού ή διαλύματος σε ένα μίγμα αντίδρασης. Είναι εξαιρετικά χρήσιμες ιδιαίτερα όταν απαιτούνται άνυδρες συνθήκες. Η βελόνα εισέρχεται διαμέσου ενός λαστιχένιου πώματος, και το υγρό μεταφέρεται στο μίγμα της αντίδρασης. Αν και είναι μιας χρήσης, ο προσεκτικός καθαρισμός της σύριγγας και της βελόνας με ακετόνη ή κάποιο άλλο πτητικό διαλύτη επιτρέπει την επαναχρησιμοποίησή τους.

**Αυτόματες πιπέτες** Είναι ιδιαίτερα ακριβείς στη μέτρηση υδατικών διαλυμάτων αλλά όχι για οργανικούς διαλύτες. Γιαυτό και είναι διαδεδομένες σε ένα εργαστήριο Βιοχημείας. Συναντώνται σε διάφορα μεγέθη και μπορούν να μεταφέρουν ακριβείς όγκους από 0.1 mL ως 1.0 mL, Αυτές οι πιπέτες είναι πανάκριβες και πρέπει να χρησιμοποιούνται από όλο το εργαστήριο.

**Ζυγοί** Τα στερεά και μερικά υγρά πρέπει να ζυγίζονται σε ζυγό που ζυγίζει τουλάχιστον μέχρι το δεύτερο δεκαδικό ψηφίο (Εικόνα 1.24). Ενας ζυγός με την ένδειξη μέτρησης που διαβάζεται από πάνω δουλεύει καλά όταν ο δίσκος του ζυγού προστατεύεται με ένα πλαστικό κάλυμμα. Το προστατευτικό κάλυμμα έχει μια πορτούλα που επιτρέπει την προσπέλαση στο δίσκο του ζυγού. Ενας αναλυτικός ζυγός μπορεί επίσης να χρησιμοποιηθεί. Ενας τέτοιος ζυγός μπορεί να μετρά το ένα δέκατο του मिलigrammίου, όταν προστατεύεται από γυάλινο κάλυμμα.

Οι μοντέρνοι ηλεκτρονικοί ζυγοί έχουν τη δυνατότητα να αφαι-



**Εικόνα 1.24** Ζυγός με προστατευτικό κάλυμμα και την ένδειξη μέτρησης προς τα πάνω

ρούν αυτόματα το απόβαρο κάποιου δοχείου ή του διηθητικού χαρτιού που τοποθετείτε στο δίσκο του ζυγού, από το συνολικό βάρος ώστε να δίνουν το βάρος του δείγματος. Με τα στερεά δείγματα είναι εύκολο να τοποθετηθεί ένα κομμάτι διηθητικό χαρτί στο δίσκο του ζυγού, να πατηθεί το κουμπί του απόβαρου ώστε το χαρτί να δείχνει ότι έχει μηδενικό βάρος, και έπειτα να προστεθεί το στερεό μέχρι το επιθυμητό βάρος. Το ζυγισμένο στερεό μεταφέρεται έπειτα στο δοχείο. Θα πρέπει να χρησιμοποιείτε πάντοτε μια σπάτουλα για τη μεταφορά του στερεού από το δοχείο και ποτέ δεν πρέπει να ρίξετε το στερεό απευθείας από το δοχείο. Επίσης, τα στερεά πρέπει να ζυγίζονται σε χαρτί και ποτέ απευθείας στο δίσκο του ζυγού. Όλες οι διαρροές πρέπει να καθαρίζονται αμέσως.

Όταν πρέπει να ζυγίσετε υγρά, παίρνετε πρώτα το απόβαρο της φιάλης, μεταγγίζετε το υγρό στη φιάλη και ξαναζυγίζετε. Συνήθως δεν είναι απαραίτητο να ζυγίζουμε τα υγρά αφού με βάση τον όγκο και την πυκνότητα του υγρού μπορούμε να προσδιορίσουμε με σχετική ακρίβεια το βάρος του υγρού.

### 1.11 Μέθοδοι αντίδρασης

Η επιτυχημένη ολοκλήρωση μιας οργανικής αντίδρασης απαιτεί από το χημικό να είναι γνώστης μιας ποικιλίας εργαστηριακών μεθόδων. Αυτές οι μέθοδοι περιλαμβάνουν την ασφαλή λειτουργία, την επιλογή και σωστή χρήση των διαλυτών, τη θέρμανση των μιγμάτων της αντίδρασης, την προσθήκη υγρών αντιδραστηρίων, τη διατήρηση άνυδρων συνθηκών και τη συλλογή αερίων προϊόντων.

**Διαλύτες** Η χρήση των οργανικών διαλυτών πρέπει να γίνεται με ασφάλεια. Να θυμάστε πάντοτε, ότι οι οργανικοί διαλύτες είναι τουλάχιστον μέτρια τοξικοί και αρκετοί από αυτούς είναι εύφλεκτοι. Οι πιο κοινοί οργανικοί διαλύτες απεικονίζονται στον Πίνακα 1.3 μαζί με τα σημεία ζέσης τους. Οι διαλύτες που απεικονίζονται με έντονη γραφή είναι εύφλεκτοι. Ο διαιθυλαιθέρας, το πεντάνιο, και το εξάνιο είναι εξαιρετικά επικίνδυνοι; όταν συνδυάζονται με την κατάλληλη ποσότητα του αέρα εκρήγνυνται.

Οι όροι πετρελαιοειδής αιθέρας και λιγροίνη συχνά προκαλούν σύγχυση. Ο πετρελαιοειδής αιθέρας είναι μίγμα των ισομερών υδρογονανθράκων με τύπο  $C_5H_{12}$  και  $C_6H_{14}$ . Ο πετρελαιοειδής αιθέρας δεν ανήκει στην οικογένεια των αιθέρων αφού δεν περιέχει κανένα άτομο οξυγόνου στο μίγμα του. Στην οργανική χημεία, αιθέρας είναι μια ένωση που περιέχει ένα τουλάχιστον άτομο οξυγόνου συνδεδεμένο με δύο αλκυλο ομάδες. Δεν θα πρέπει να υπάρξει σύγχυση μεταξύ του όρου πετρελαιοειδής αιθέρας και αιθέρας. Η λιγροίνη ή ο πετρελαιοειδής αιθέρας υψηλού σημείου ζέσης περιλαμβάνει ισομερή αλκάνια με υψηλό σημείο ζέσης. Η σύσταση και το σημείο ζέσης της λιγροίνης εξαρτάται από τον προμηθευτή.

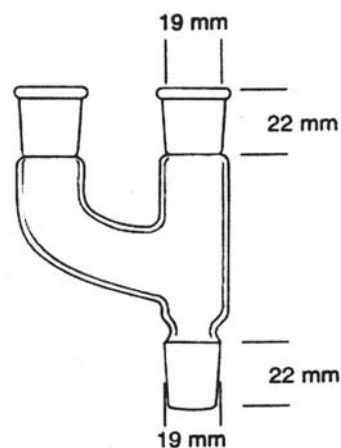
**Εσφυρίσματα** Ο γυάλινος εξοπλισμός της θέσης περιλαμβάνει συσκευές με εσφυρίσματα. Για παράδειγμα, η κεφαλή Claisen, που απεικονίζεται στην εικόνα 1.25 αποτελείται από ένα

**Πίνακας 1.3** Κοινοί οργανικοί διαλύτες

Διαλύτης	Σ. ζέσης (°C)	Διαλύτης	Σ. ζέσης (°C)
<i>Υδρογονάνθρακες</i>			
<b>Πεντάνιο</b>	36	<i>Αιθέρες</i>	
<b>Εξάνιο</b>	69	<b>Διαιθυλαιθέρας</b>	35
<b>Βενζόλιο*</b>	80	<b>Διοξάνιο*</b>	101
<b>Τολουόλιο</b>	111	<b>1,2-Διμεθοξυαιθάνιο</b>	83
<i>Μίγματα υδρογονανθράκων</i>			
<b>Πετρελαιοί αιθέρας</b>	30-60	<i>Άλλοι διαλύτες</i>	
<b>Λιγροίνη</b>	60-90	Οξικό οξύ	118
		Οξικός ανυδρίτης	140
		<b>Πυριδίνη</b>	115
<i>Αλκυλαλογονίδια</i>		<b>Ακετόνη</b>	56
Διχλωρομεθάνιο	40	<b>Οξικός αιθυλεστέρας</b>	77
Χλωροφόρμιο*	61	Διμεθυλοφορμαμίδιο	153
Τετραχλωράνθρακας*	77	Διμεθυλοσουλφοξείδιο	189
<i>Αλκοόλες</i>			
<b>Μεθανόλη</b>	65		
<b>Αιθανόλη</b>	78		
<b>Ισοπροπανόλη</b>	82		

\* Καρκινογόνος διαλύτης

ενδότερο (αρσενικό) εσμύρισμα στο κάτω μέρος και απο δύο εξώτερα (θηλυκά) εσμυρίσματα στο πάνω μέρος. Το κάθε εσμύρισμα έχει ένα συγκεκριμένο μέγεθος που υποδηλώνεται απο τους δύο αριθμούς. Ενα κοινό εσμύρισμα μπορεί να είναι NS 00/00. Ο πρώτος αριθμός υποδηλώνει τη διάμετρο (σε χιλιοστά, mm) του ευρύτερου άκρου του εσμυρίσματος, ενώ ο δεύτερος αριθμός αναφέρεται στο μήκος του εσμυρίσματος. Το πλεονέκτημα των εσμυρισμάτων είναι ότι τα διάφορα κομμάτια εφαρμόζουν καλά μεταξύ τους έτσι ώστε η διάταξη να σφραγίζεται καλά. Επίσης, τα εσμυρίσματα επιτρέπουν τα μέρη που έχουν το ίδιο εσμύρισμα να συνδέονται μεταξύ τους δημιουργώντας μια μεγάλη ποικιλία συσκευών. Το μειονέκτημα των γυαλίνων συσκευών με εσμύρισμα είναι ότι είναι ιδιαίτερα ακριβές.

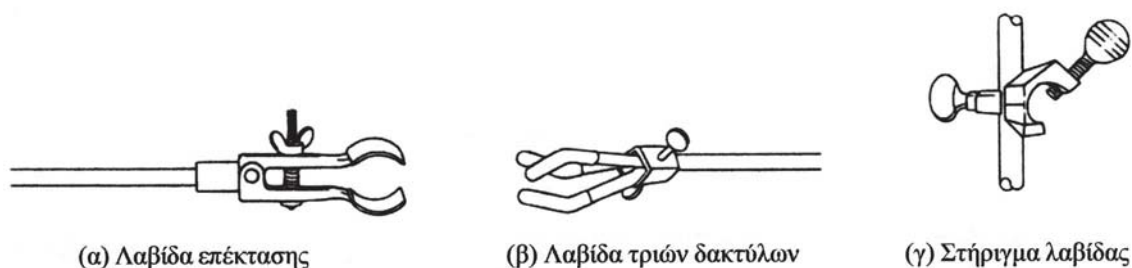


**Εικόνα 1.25** Κεφαλή Claisen με εσμυρίσματα NS 19/22

Είναι σημαντικό να μην υπάρχει στερεό στη επιφάνεια του εσμυρίσματος. Ενα τέτοιο υλικό θα έχει σαν αποτέλεσμα τη μείωση της αποτελεσματικότητας του σφραγίσματος, με αποτέλεσμα την ύπαρξη διαρροής απο τις συνδέσεις. Επίσης, όταν η συσκευή πρόκειται να θερμανθεί, το υλικό παγιδεύεται μεταξύ των συνδέσεων με αποτέλεσμα την αύξηση της τάσης συγκόλλησης των μερών. Όταν τα εσμυρίσματα είναι ακάθαρτα, θα πρέπει να καθαρίζονται με ένα μαλακό χαρτί πριν χρησιμοποιηθούν. Μερικές φορές τα εσμυρίσματα πρέπει να επαλείφονται με βαζελίνη πριν τη σύνδεση τους.

**Στήσιμο της συσκευής** Μεγάλη προσοχή πρέπει να επιδεικνύεται όταν τα διάφορα γυάλινα μέρη συνδέονται για να δημιουργηθεί η επιθυμητή συσκευή. Θα πρέπει πάντοτε να θυμάστε ότι η φυσική του Νεύτωνα ισχύει για τις χημικές συσκευές και ότι μη στερεομένα τμήματα της συσκευής είναι σίγουρο ότι αντιδρούν στη βαρύτητα.

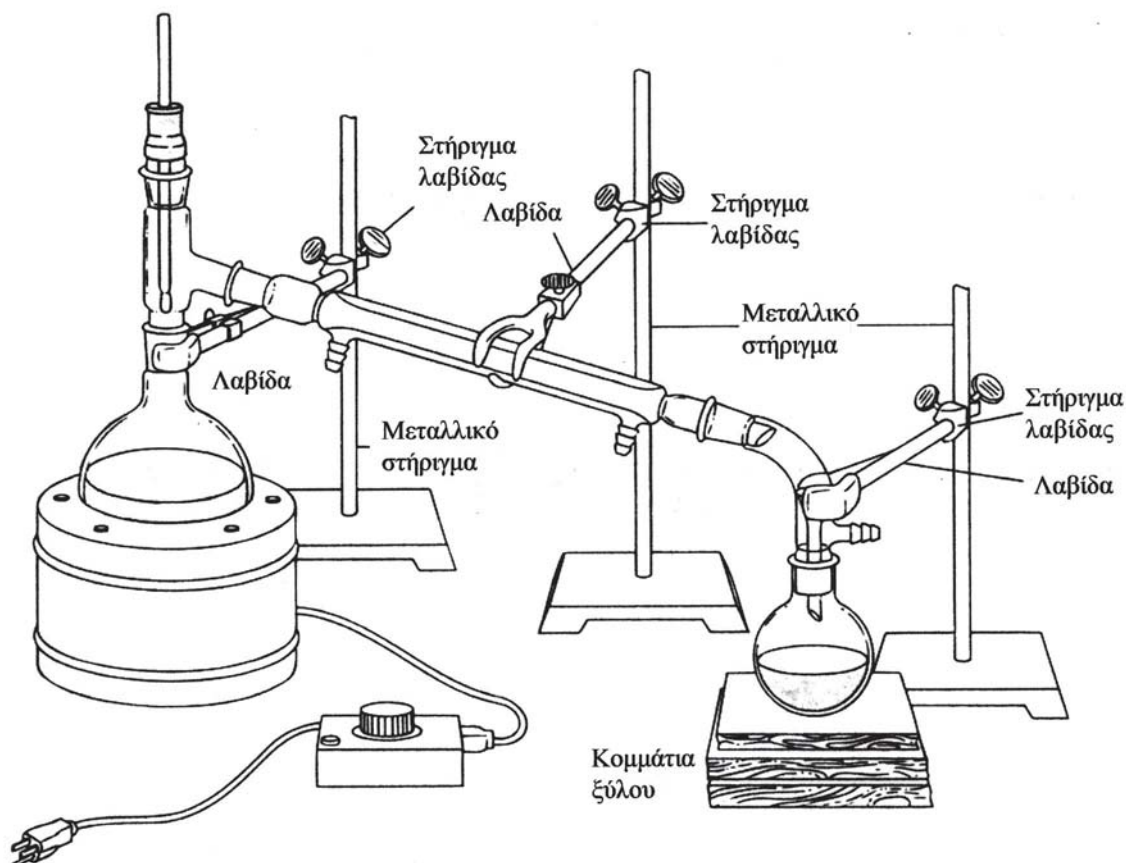
Ο σωστός τρόπος στησίματος μιας συσκευής προϋποθέτει ότι τα διάφορα τμήματα συνδέονται μεταξύ τους με ασφάλεια και ότι όλη η συσκευή βρίσκεται στη σωστή θέση. Αυτό επιτυγχάνεται με τη χρήση των ρυθμιζόμενων μεταλλικών λαβίδων ή απο ένα συνδυασμό των ρυθμιζόμενων μεταλλικών λαβίδων και πλαστικών συνδετήρων σύνδεσης (συνδετήρας Keck). Υπάρχουν δύο τύποι μεταλλικής λαβίδας όπως απεικονίζονται στην εικόνα 1.26. Η λαβίδα επέκτασης και η λαβίδα τριών δακτύλων. Συνήθως μια λαβίδα επέκτασης χρησιμοποιείται για να συγκρατεί σφαιρικές φιάλες ενώ μια λαβίδα τριών δακτύλων χρησιμοποιείται για ψυκτήρες. Και οι δύο τύποι λαβίδας συνδέονται σε μεταλλικό στήριγμα με τη χρήση του στήριγματος (μούφα) λαβίδας (Εικόνα 1.26γ).



**Εικόνα 1.26** Διάφορες μεταλλικές λαβίδες: (α) Λαβίδα επέκτασης. (β) Λαβίδα τριών δακτύλων. (γ) Στήριγμα (μούφα) λαβίδας

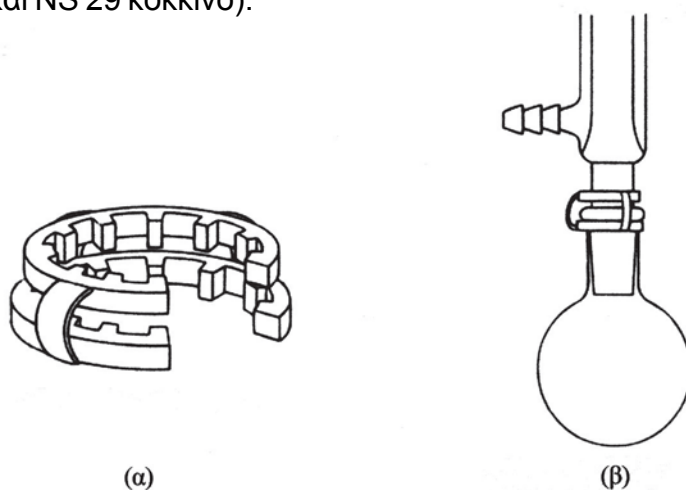
Η κατασκευή μιας διάταξης μπορεί να γίνει χρησιμοποιώντας τις ρυθμιζόμενες μεταλλικές λαβίδες. Μια συσκευή που χρησιμοποιείται στην απόσταξη απεικονίζεται στην εικόνα 1.27. Συγκρατείται στη θέση της σταθερά με τρεις μεταλλικές λαβίδες. Λόγω του μεγέθους της συσκευής και της γεωμετρίας της, οι τρεις λαβίδες πρέπει να συνδέονται σε τρία διαφορετικά μεταλλικά στήριγματα. Αυτή η συσκευή είναι κάπως δύσκολο να στηθεί αφού θα πρέπει τα διάφορα κομμάτια να παραμένουν μαζί κατά την ασφάλιση της συσκευής ενώ η ρύθμιση των λαβίδων απαιτεί όλη τη συσκευή να βρίσκεται στη θέση της. Ταυτόχρονα θα πρέπει να υπάρχει και η απαραίτητη προσοχή ώστε να μην κτυπούν τα διάφορα γυάλινα μέρη στα μεταλλικά στήριγματα.

Μια περισσότερο ικανοποιητική εναλλακτική λύση είναι η χρήση ενός συνδυασμού μεταλλικών λαβίδων και πλαστικών συνδετηρών σύνδεσης. Ένας πλαστικός συνδετήρας σύνδεσης (Keck) απεικονίζεται στην εικόνα 1.28α. Αυτοί οι συνδετήρες είναι πολύ εύκολοι στη χρήση τους (απλά κλειδώνουν τη σύνδεση), αντέχουν μέχρι τους 140 °C, και έχουν μεγάλη διάρκεια ζωής. Μπορούν να συγκρατούν μαζί δύο γυάλινα κομμάτια με εσφυρίσματα (εικόνα 1.28β). Αυτοί οι συνδετήρες είναι διαθέσιμοι σε διάφορα μεγέθη για τα αντίστοιχα εσφυρίσματα



**Εικόνα 1.27** Συσκευή απόσταξης ασφαλισμένη με μεταλλικές λαβίδες

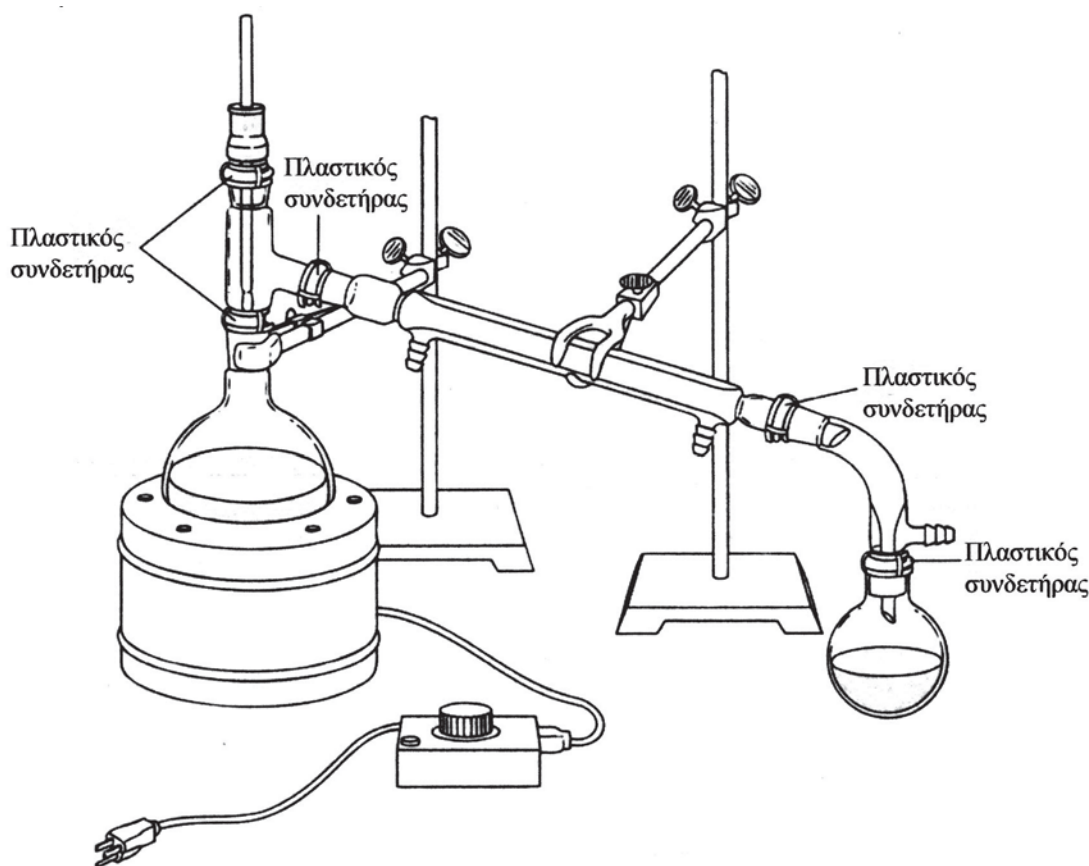
και έχουν διαφορετικό χρώμα για το κάθε είδος εσφυρίσματος (NS 14 κίτρινο, NS 19 μπλέ, NS 24 πράσινο, και NS 29 κόκκινο).



**Εικόνα 1.28** (α) Πλαστικός συνδετήρας σύνδεσης (συνδετήρας Keck). (β) Ασφάλιση σύνδεσης

Όταν αυτοί οι πλαστικοί συνδετήρες χρησιμοποιούνται σε συνδυασμό με μεταλλικές λαβίδες, κάνουν ευκολότερη τη συναρμολόγηση των περισσότερων συσκευών με ένα πιο ασφαλή τρόπο. Υπάρχει μικρότερος κίνδυνος σπασίματος γυαλίνων μερών ενώ συναρμολογείται η συσκευή, και όταν συναρμολογηθεί είναι περισσότερο ασφαλής. Η εικόνα 1.29 απεικονίζει τη συσκευή απόσταξης που σταθεροποιείται από ρυθμιζόμενες μεταλλικές λαβίδες και πλαστικούς συνδετήρες σύνδεσης.





**Εικόνα 1.29** Συσκευή απόσταξης ασφαλισμένη με μεταλλικές λαβίδες και πλαστικούς συνδέσμους

Για τη συναρμολόγηση αυτής της συσκευής, κάποιος πρέπει πρώτα να συνδέσει όλα τα μέρη χρησιμοποιώντας τους πλαστικούς συνδέτες. Ολόκληρη η συσκευή στη συνέχεια συνδέεται και σταθεροποιείται στα μεταλλικά-κάθετα στηρίγματα με τη χρήση των ρυθμιζόμενων μεταλλικών λαβίδων. Σημειώστε ότι τώρα, δεν απαιτείται η ξύλινη βάση, ενώ απαιτούνται μόνο δύο μεταλλικά στηρίγματα και δύο μεταλλικές λαβίδες.

**Συναρμολόγηση διατάξεων μικροκλίμακας** Ο γυάλινος εξοπλισμός μικροκλίμακας περιλαμβάνει συνήθως τα μικρά εσμυρίσματα NS 14/10. Μερικά είδη συσκευών μικροκλίμακας περιλαμβάνουν χωνευτές σπείρες στην εξωτερική πλευρά του εσμυρίσματος (Εικόνα 1.30). Το βιδωτό εσμύρισμα επιτρέπει τη χρήση ενός πλαστικού πώματος, με μια τρύπα στη μέση, για τη σύνδεση δύο διαφορετικών κομματιών. Το πλαστικό πώμα γλιστρά πάνω από το εσωτερική σύνδεση του άνω τμήματος, μετά από τη τοποθέτηση ενός λαστιχένιου Ο-δακτύλιου. Αυτός ο δακτύλιος εφαρμόζει στην κορυφή της βάσης του άνω τμήματος. Το βιδωτό πώμα στη συνέχεια σφίγγεται, χωρίς ιδιαίτερη δύναμη, και συγκρατά όλη τη συσκευή μαζί. Ο Ο-δακτύλιος παρέχει επιπρόσθετο σφράγισμα κάνοντας τη σύνδεση αεροστεγή. Επίσης ο δακτύλιος χρησιμοποιείται για να αποφεύγεται το σπάσιμο

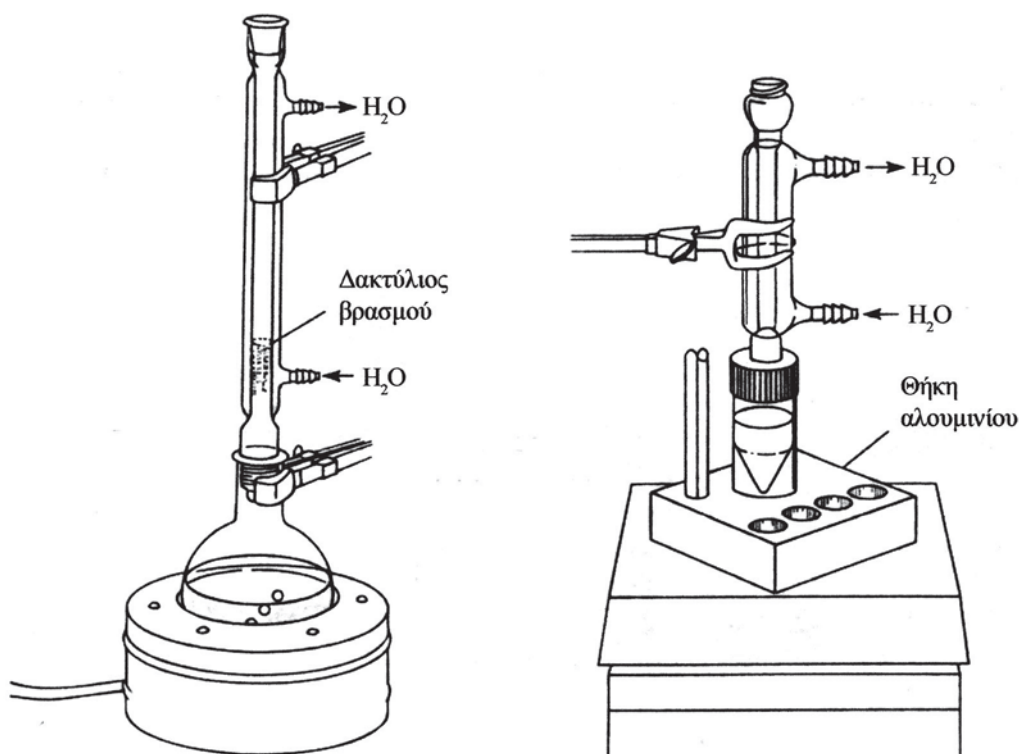


**Εικόνα 1.30** Διάταξη μικροκλίμακας

των γυαλίνων μερών όταν βιδώνεται το πώμα. Με αυτόν τον τρόπο η συναρμολόγηση όλης της διάταξης γίνεται πολύ εύκολα. Αφού συναρμολογηθεί όλη η συσκευή ασφαλιζεται και σταθεροποιείται σε μεταλλικό στήριγμα με τη χρήση μεταλλικής λαβίδας.

**Θέρμανση σε βρασμό** Πολύ συχνά θα απαιτηθεί να θερμάνουμε ένα μίγμα αντίδρασης για μεγάλο χρονικό, χωρίς να του δίνουμε ιδιαίτερη προσοχή. Μια συσκευή βρασμού (Εικόνα 1.31) επιτρέπει αυτή τη θέρμανση. Η συσκευή αυτή συγκρατεί το διαλύτη απο την εξαφάνιση λόγω εξάτμισης. Ένας ψυκτήρας συνδέεται στη φιάλη που περιέχει το υγρό που βράζει.

**Ψυκτήρας** Ο ψυκτήρας που απεικονίζεται στην εικόνα 1.31 αποτελείται απο δύο ομοκέντρους σωλήνες, ο εξωτερικός σωλήνας έχει σφραγιστεί στον εσωτερικό σωλήνα. Οι ατμοί ανέρχονται στον εσωτερικό σωλήνα, ενώ νερό κυκλοφορεί στον εξωτερικό σωλήνα. Το νερό που κυκλοφορεί απομακρύνει τη θερμότητα απο τους ατμούς και τους υγροποιεί. Η εικόνα περιλαμβάνει επίσης μια συσκευή μικροκλίμακας για τη θέρμανση μικρών ποσοτήτων υγρού σε βρασμό (Εικόνα 1.31β).



A. Συσκευή βρασμού για κανονικού-μεγέθους αντιδράσεις, που περιλαμβάνει μανδύα θέρμανσης και ψυκτήρα.

B. Συσκευή βρασμού για αντιδράσεις μικροκλίμακας, που περιλαμβάνει θερμαντικό σώμα, θήκη αλουμινίου και ψυκτήρα.

**Εικόνα 1.28** Συσκευές βρασμού

Όταν χρησιμοποιείτε ένα ψυκτήρα, η κατεύθυνση του νερού θα πρέπει να είναι τέτοια ώστε να τον γεμίζει με ψυχρό νερό. Το νερό θα πρέπει να εισέρχεται απο τη βάση του ψυκτήρα και να εξέρχεται απο την κορυφή του. Η ροή του νερού θα πρέπει να είναι τέτοια ώστε να μπορεί να αντισταθμίζεται τις αλλαγές της πίεσης της παροχής νερού, αλλά δεν θα πρέπει να είναι γρηγορότερη απο ότι είναι απαραίτητο. Μια αυξημένη κυκλοφορία νερού αυξάνει τη

πιθανότητα διαρροής, και η αυξημένη ροή μπορεί να βγάλει το λάστιχο απο το ψυκτήρα. Η κυκλοφορία του νερού πρέπει να αρχίζει πριν το ξεκίνημα της θέρμανσης. Αν το νερό πρέπει να κυκλοφορεί όλο το βράδυ, είναι προτιμότερο να δέσουμε τους λαστιχένιους σωλήνες πάνω στο ψυκτήρα με σύρμα. Αν λύχνος Bunsen χρησιμοποιείται ως πηγή θερμότητας είναι συνετό να τοποθετήσετε μεταλλικό πλέγμα μεταξύ της φιάλης και του λύχνου, ώστε να υπάρχει ομοιόμορφη κατανομή της θερμότητας. Στις περισσότερες περιπτώσεις είναι προτιμότερη η χρήση μανδύα θέρμανσης ή υδατόλουτρου ή ελαιόλουτρου ή αμμόλουτρου έναντι του λύχνου.

**Ανάδευση** Όταν θερμαίνετε ένα διάλυμα, θα πρέπει πάντοτε να χρησιμοποιείτε μαγνητική ανάδευση ή πέτρα βρασμού ώστε να προφυλάξετε το διάλυμα απο τα “ισχυρά τινάγματα”.

**Ταχύτητα θέρμανσης** Αν η ταχύτητα θέρμανσης έχει ρυθμιστεί σωστά, το υγρό που θερμαίνεται σε βρασμό θα ταξιδεύει πολύ λίγο στο ψυκτήρα μέχρι να συμπυκνωθεί. Κάτω απο το σημείο συμπύκνωσης θα φαίνεται διαλύτης να επαναρρέει στη φιάλη, ενώ η συσκευή πάνω απο σημείο συμπύκνωσης θα φαίνεται να είναι ξηρή. Το σύνορο μεταξύ αυτών των δύο περιοχών φαίνεται ξεκάθαρα, και ένας δακτύλιος βρασμού ή ένας δακτύλιος υγρού θα εμφανίζεται σε αυτή τη περιοχή. Στη θέρμανση με βρασμό, η ταχύτητα της θέρμανσης θα πρέπει να ρυθμίζεται έτσι ώστε δακτύλιος βρασμού να μην εμφανίζεται σε ύψος μεγαλύτερο απο το ένα τρίτο του μήκους του ψυκτήρα. Στα πειράματα μικροκλίμακας, οι ποσότητες των ατμών που ανέρχονται στο ψυκτήρα πολλές φορές δεν είναι ορατές. Σε αυτές τις περιπτώσεις, η ταχύτητα θέρμανσης πρέπει να ρυθμίζεται έτσι ώστε το υγρό να βράζει ήπια και ο διαλύτης να μην διαφεύγει απο τον ψυκτήρα. Στα πειράματα μικροκλίμακας, η απώλεια μιας μικρής ποσότητας διαλύτη μπορεί να επηρεάσει την αντίδραση. Σε κανονικού μεγέθους αντιδράσεις, ο δακτύλιος βρασμού είναι ορατός, και η ρύθμιση της θέρμανσης είναι ευκολότερη.

**Προσεκτικό βράσιμο** Είναι δυνατό να θερμάνουμε σε βρασμό μικρές ποσότητες διαλύτη σε μια κωνική φιάλη. Με τη προσεκτική θέρμανση, ο εξατμιζόμενος διαλύτης θα συμπυκνώνεται στο σχετικά ψυχρό λαιμό της κωνικής φιάλης και θα επιστρέφει στο διάλυμα. Αυτή η τεχνική (Εικόνα 1.32) απαιτεί συνεχή παρακολούθηση. Η φιάλη πρέπει να αναδεύεται περιοδικά και να απομακρύνεται απο τη πηγή θέρμανσης όταν ο βρασμός γίνεται έντονος. Όταν η θερμοκρασία ανέρχεται, ο δακτύλιος βρασμού δεν θα πρέπει να πλησιάζει το λαιμό της κωνικής φιάλης.



**Εικόνα 1.32** Προσεκτική θέρμανση σε βρασμό υγρού σε κωνική φιάλη

**Μέθοδοι ανάδευσης** Όταν ένα υγρό θερμαίνεται, υπάρχει πάντοτε ο κίνδυνος της

υπερθέρμανσης. Όταν αυτό συμβαίνει, πολύ μεγάλες φυσαλλίδες εκδιώκονται βίαια από το διάλυμα, αυτό αποτελεί το φαινόμενο των “ισχυρών τιναγμάτων”. Αυτό πρέπει να αποφεύγεται γιατί υπάρχει ο κίνδυνος της απώλειας των ουσιών από τη συσκευή ή η ίδια η συσκευή μπορεί να σπάσει. Η μαγνητική ανάδευση χρησιμοποιείται για την προφύλαξη από τα ισχυρά τινάγματα αφού δημιουργεί στροβιλισμό στο διάλυμα. Ο στροβιλισμός καταστρέφει τις μεγάλες φυσαλλίδες που δημιουργούνται σε διαλύματα που βράζουν.

**Πέτρες βρασμού.** Οι πέτρες βρασμού είναι μικρά κομμάτια πορώδους υλικού που παράγει μια συνεχή ροή φυσαλλίδων όταν θερμαίνονται σε κάποιο διαλύτη. Αυτή η ροή των φυσαλλίδων και ο στροβιλισμός που τις συνοδεύει καταστρέφουν τις μεγάλες φυσαλλίδες του διαλύματος. Με αυτόν τον τρόπο μειώνεται η πιθανότητα το διάλυμα να υπερθερμανθεί, ενώ ταυτόχρονα υποβοηθάται ο ομαλός βρασμός του διαλύματος. Οι πέτρες βρασμού μειώνουν τις πιθανότητες των ισχυρών τιναγμάτων.

Υπάρχουν δύο κοινοί τύποι πετρών βρασμού: οι ελαφρόπετρες και κομμάτια μαρμάρου. Οι ελαφρόπετρες προτιμούνται ως πέτρες βρασμού, γιατί είναι περισσότερο αδρανείς, είναι δε γενικά μικρότερες σε μέγεθος-αλλά και πιο κατάλληλες για αντιδράσεις μικροκλίμακας. Αντίθετα, τα κομμάτια μάρμαρου διαλύονται σε ισχυρά οξέα και έχουν συνήθως μεγαλύτερο μέγεθος. Το πλεονέκτημα των κομματιών μαρμάρου είναι ότι είναι φθηνότερα.

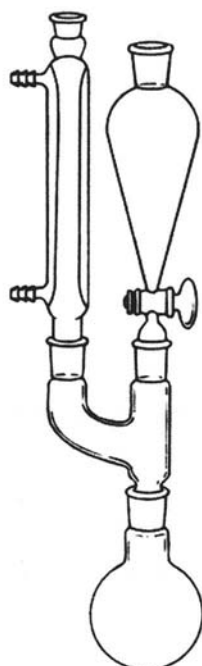
Επειδή οι πέτρες βρασμού υποβοηθούν στον ομαλό βρασμό των υγρών, θα πρέπει να βάζετε μια τουλάχιστον πέτρα βρασμού στο υγρό πριν αρχίσετε τη θέρμανση. Αν περιμένετε μέχρι να θερμανθεί το υγρό, τότε μπορεί να υπερθερμανθεί. Η προσθήκη μιας πέτρας βρασμού σε ένα υγρό που έχει υπερθερμανθεί θα έχει σαν αποτέλεσμα το υγρό να βράσει αμέσως. Σαν αποτέλεσμα, το υγρό θα εκδιωχθεί από τη φιάλη ή θα σκάσει η φιάλη.

Καθώς χαμηλώνει η θέρμανση ενός υγρού, που περιέχει πέτρα βρασμού, το υγρό εισέρχεται στους πόρους της πέτρας βρασμού. Όταν αυτό συμβαίνει, η πέτρα βρασμού δεν μπορεί πλέον να παράγει μια ομαλή ροή φυσαλλίδων; είναι δηλαδή καταναλωθείσα. Θα πρέπει να προσθέσετε μια νέα πέτρα βρασμού αν διακόψετε τη θέρμανση για μεγάλο χρονικό διάστημα.

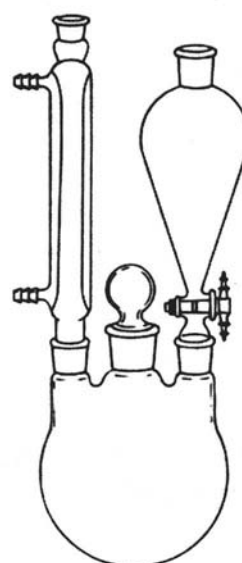
**Προσθήκη υγρών αντιδραστηρίων.** Υγρά αντιδραστήρια και διαλύματα προστίθενται σε αντιδράσεις με διάφορους τρόπους, όπως απεικονίζεται στην εικόνα 1.33. Η πιό κοινή διάταξη για κανονικού μεγέθους πειράματα απεικονίζεται στην εικόνα 1.33α. Σε αυτή τη διάταξη, ένα διαχωριστικό χωνί προσαρμόζεται στον πλευρικό σωλήνα μιας κεφαλής Claisen. Το διαχωριστικό χωνί πρέπει να είναι εφοδιασμένο με εσμύρισμα στη βάση για να χρησιμοποιηθεί κατά αυτόν τον τρόπο. Το υγρό αποθηκεύεται στη διαχωριστική χοάνη (που καλείται **χωνί προσθήκης**) και προστίθεται στην αντίδραση. Ο ρυθμός της προσθήκης ρυθμίζεται από τη στρόφιγγα. Όταν το χωνί προσθήκης χρησιμοποιείται σε μια αντίδραση, το ανώτερο άνοιγμα του πρέπει να είναι ανοικτό στην ατμόσφαιρα. Αν η άνω οπή είναι κλειστή, ένα κενό θα αναπτυχθεί στο χωνί που θα έχει σαν αποτέλεσμα να σταματήσει η προσθήκη του υγρού στην αντίδραση.

Όταν το χωνί είναι ανοικτό στην ατμόσφαιρα, υπάρχει η περίπτωση η ατμοσφαιρική υγρασία να μολύνει το υγρό αντιδραστήριο που προστίθεται. Για να αποφύγουμε αυτή τη περίπτωση, ένας σωλήνας ξήρανσης μπορεί να συνδεθεί στο άνω άκρο του χωνιού προσθήκης. Ο σωλήνας ξήρανσης επιτρέπει στο χωνί να διατηρεί την ατμοσφαιρική πίεση αλλά δεν επιτρέπει το πέρασμα της ατμοσφαιρικής υγρασίας στην αντίδραση. Για αντιδράσεις που είναι εξαιρετικά ευαίσθητες σε υγρασία, ένας δεύτερος σωλήνας ξήρανσης μπορεί να προστεθεί στο ανοικτό άκρο του ψυκτήρα.

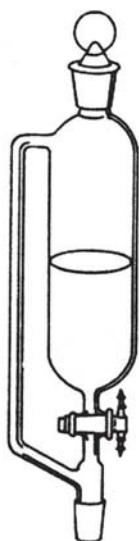
Μια άλλη διάταξη κανονικού-μεγέθους, αλλά για μεγάλες ποσότητες αντιδρώντων απεικονίζεται στην εικόνα 1.33β. Σωλήνες ξήρανσης μπορούν να χρησιμοποιηθούν επίσης



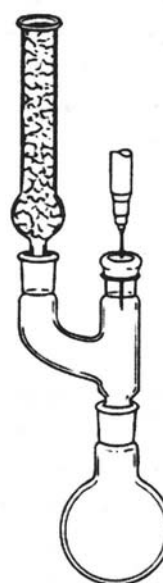
A. Κανονικού-μεγέθους συσκευή που χρησιμοποιεί χωνί προσθήκης



B. Κανονικού-μεγέθους, για μεγάλες ποσότητες



Γ. Χωνί προσθήκης σταθερή πίεσης



Δ. Προσθήκη υγρού με χρήση σύριγγας διαμέσου λαστιγένιου πώματος.

**Εικόνα 1.33** Μέθοδοι προσθήκης υγρών αντιδραστηρίων σε μια αντίδραση



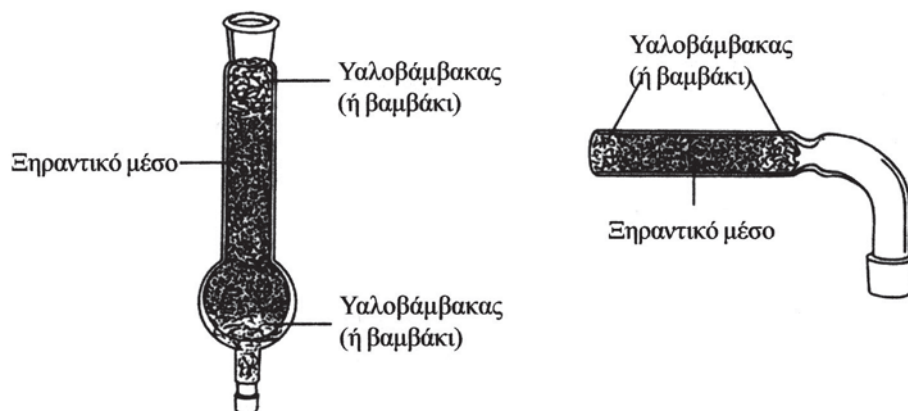
σε αυτή τη διάταξη ώστε να εμποδίζουν τη μόλυνση από την ατμοσφαιρική υγρασία.

Στην εικόνα 1.33γ απεικονίζεται ένας άλλος τύπος χωνιού προσθήκης που είναι ιδιαίτερα χρήσιμος σε αντιδράσεις που πραγματοποιούνται σε αδρανή ατμόσφαιρα. Αυτό είναι ένα **χωνί προσθήκης σταθεράς πίεσης**. Σε αυτό το γυάλινο σκεύος, το άνω άκρο πωματίζεται. Ο πλευρικός σωλήνας επιτρέπει την πίεση πάνω από την επιφάνεια του υγρού στο χωνί να εξισορροπείται με την πίεση στο υπόλοιπο της συσκευής, και επιτρέπει στο αδρανές αέριο να διαχέεται πάνω από την επιφάνεια του υγρού που προστίθεται.

Με κάθε τύπο χωνιού προσθήκης, η ταχύτητα ροής του υγρού αντιδραστηρίου ελέγχεται με την προσεκτική περιστροφή της στρόφιγγας. Ακόμη και αν έχει γίνει προσεκτική ρύθμιση της στρόφιγγας, αλλαγές στην πίεση μπορούν να λάβουν χώρα, αυτό συνεπάγεται μεταβολές στην ταχύτητα προσθήκης του αντιδραστηρίου. Συνεπώς, είναι σημαντικό να παρατηρείται προσεκτικά η ταχύτητα προσθήκης, και όταν παρατηρούνται μεταβολές να ρυθμίζονται αυτές με τη στρόφιγγα.

Μια τέταρτη μέθοδος προσθήκης περιγράφεται στην εικόνα 1.33δ, που είναι κατάλληλη για χρήση σε αντιδράσεις μικροκλίμακας όπως επίσης και σε κανονικού-μεγέθους πειράματα όπου η αντίδραση πρέπει να κρατηθεί απομονωμένη από την ατμόσφαιρα. Σε αυτή τη διάταξη, το υγρό προστίθεται με μια υποδερμική σύριγγα. Η βελόνα της σύριγγας διέρχεται διαμέσου ενός λαστιχένιου πώματος, και το υγρό αντιδραστήριο προστίθεται στάγδην από τη σύριγγα. Το λαστιχένιο πώμα απομονώνει την αντίδραση από την ατμόσφαιρα, και κάνει τη μεθοδολογία κατάλληλη για αντιδράσεις σε αδρανή ατμόσφαιρα ή όταν άνυδρες συνθήκες πρέπει να διατηρηθούν. Ο σωλήνας ξήρανσης χρησιμεύει για τη προστασία της αντίδρασης από την ατμοσφαιρική υγρασία.

**Σωλήνες ξήρανσης** Σε ορισμένες αντιδράσεις πρέπει να αποφεύγετε η είσοδος της ατμοσφαιρικής υγρασίας μέσα στη φιάλη της αντίδρασης. Ένας σωλήνας ξήρανσης μπορεί να διατηρεί τις άνυδρες συνθήκες μέσα στη συσκευή. Δύο είδη σωλήνων ξήρανσης απεικονίζονται στην εικόνα 1.34. Ένας τυπικός σωλήνας ξήρανσης παρασκευάζεται με τη τοποθέτηση ενός μικρού κομματιού υαλοβάμβακα ή βαμβάκι στο στενό σημείο κοντά στο άκρο του σωλήνα



Εικόνα 1.34 Σωλήνες ξήρανσης

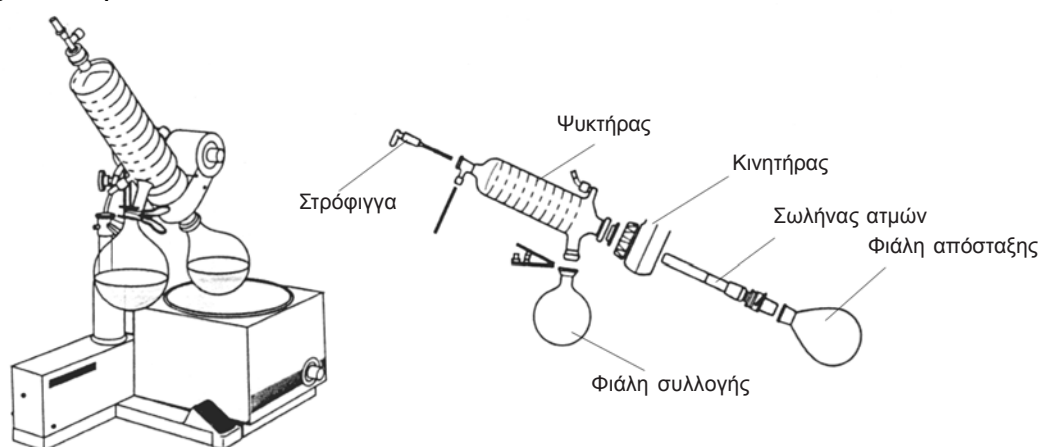


με το εσμύρισμα. Το κομμάτι πιέζεται ελαφρά για να τοποθετηθεί στη σωστή θέση. Ενα ξηραντικό μέσο, συνήθως θειικό ασβέστιο ή χλωριούχο ασβέστιο ρίχνεται μέσα στο σωλήνα μέχρι το κατάλληλο ύψος. Ενα άλλο κομμάτι υαλοβάμβακα ή βαμβακιού τοποθετείται στη κορυφή του ξηραντικού μέσου ώστε να παρεμποδίζει τη πτώση του ξηραντικού μέσου έξω από το σωλήνα. Ο σωλήνας ξήρανσης τοποθετείται έπειτα στη φιάλη ή στον ψυκτήρα. Ο αέρας που εισέρχεται στη συσκευή πρέπει να περνάει διαμέσου του ξηραντικού σωλήνα. Το ξηραντικό μέσο απορροφά την υγρασία από τον αέρα, έτσι ώστε ο αέρας που εισέρχεται στη συσκευή να μην έχει υγρασία.

### 1.12 Ο περιστροφικός εξατμιστήρας.

Αυτή η συσκευή, συνήθως σε όλα τα ερευνητικά εργαστήρια, έχει σχεδιαστεί για την ταχεία απομάκρυνση σε ελαττωμένη πίεση μεγάλων ποσοτήτων πτητικών διαλυτών από διαλύματα, αφήνοντας στη φιάλη τα μη πτητικά συστατικά. Η περιστροφική εξάτμιση βρίσκει εφαρμογή στην απομάκρυνση των διαλυτών της εκχύλισης και χρωματογραφίας, τεχνικές που χρησιμοποιούνται για την απομόνωση και τον καθαρισμό των προϊόντων μιας αντίδρασης. Η αρχή λειτουργίας της συσκευής που είναι διαφορετική από την απόσταξη σε ελαττωμένη πίεση (υπό κενό) είναι το γεγονός ότι η φιάλη απόσταξης περιστρέφεται κατά τη διάρκεια της απομάκρυνσης του διαλύτη. Αυτή η περιστροφή έχει σαν αποτέλεσμα τη ελαχιστοποίηση των απότομων εκτινάξεων του διαλύτη (που συνοδεύει όλες τις αποστάξεις υπό κενό), και την αύξηση της ταχύτητας της απομάκρυνσης του διαλύτη με το άπλωμα του στα τοιχώματα της φιάλης με μορφή λεπτού υμενίου, που έχει σαν αποτέλεσμα την αύξηση της επιφάνειας του διαλύτη.

Ένα μεγάλος αριθμός διαφόρων διατάξεων είναι εμπορικά διαθέσιμος για μια ποικιλία χρήσεων. Ένα βασικό μοντέλο που συνήθως απαντάται σε ένα φοιτητικό εργαστήριο απεικονίζεται στην εικόνα 1.35.



Εικόνα 1.35. Ενα βασικό μοντέλο περιστροφικού εξατμιστήρα

**Η συσκευή.** Η φιάλη απόσταξης, που μπορεί να είναι απιοειδής ή οποιαδήποτε σφαιρική

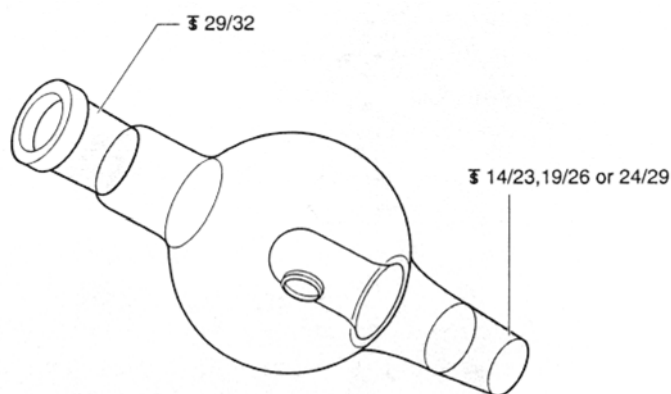
φιάλη που διαθέτει ένα εσμύρισμα, συνδέεται σε μια γυάλινη θήκη (σωλήνας ατμού) που περνά από ένα αεροστεγές σφράγισμα και επιτρέπει την ταυτόχρονη εφαρμογή του κενού και την περιστροφή. Ο σωλήνας ατμού κατευθύνει τους ατμούς διαλύτη από τη φιάλη σε ένα ελικοειδή ψυκτήρα και ο συμπυκνωμένος διαλύτης συλλέγεται σε μια σφαιρική *φιάλη συλλογής*, που συνδέεται με ένα ημισφαιρικό γυάλινο εσμύρισμα. Ο κινητήρας που περιστρέφει τη φιάλη βρίσκεται πάνω από το αεροστεγές σφράγισμα και η ταχύτητα περιστροφής μπορεί να μεταβάλλεται. Το κενό εφαρμόζεται διαμέσου του εξωτερικού μανδύα του ψυκτήρα και η εφαρμογή ή η απομάκρυνση του κενού ελέγχεται με τη στρόφιγγα που βρίσκεται στο άκρο του ψυκτήρα. Αυτή η στρόφιγγα μπορεί να είναι εφοδιασμένη με ένα μακρύ εύκαμπτο πλαστικό σωλήνα που διαπερνά κατά μήκος τον ψυκτήρα και καταλήγει στη φιάλη απόσταξης με σκοπό την εισαγωγή πρόσθετης ποσότητας διαλύματος χωρίς να σταματήσει το κενό και να διακοπεί η εξάτμιση.

Ολόκληρη η μονάδα στηρίζεται σε μια βάση που είναι σχεδιασμένη ώστε να επιτρέπει την εύκολη κίνηση κατακόρυφα του περιστροφικού εξατμιστήρα για την εισαγωγή της φιάλης απόσταξης στο λουτρό θέρμανσης. Το σύστημα στήριξης της βάσης επιτρέπει επίσης τη ρύθμιση της γωνίας κλίσης του περιστροφικού εξατμιστήρα. Η πλέον κατάλληλη κλίση είναι περίπου  $45^\circ$  σε σχέση με την κατακόρυφο και αυτό δεν χρειάζεται συνήθως ρύθμιση.

Η τακτική συντήρηση του αεροστεγούς σφραγίσματος είναι απαραίτητη ώστε να επιτυγχάνεται ένα ικανοποιητικό κενό. Η αστοχία αυτού του σφραγίσματος θα έχει σαν αποτέλεσμα ένα μεταβλητό κακό κενό. Αυτή η δουλειά θα πρέπει να αφήνεται να γίνει από τους παρασκευαστές, εφόσον διαπιστωθεί ότι αυτό είναι το σφάλμα, και όχι στην υδραντλία που προκαλεί το πρόβλημα. Για να γίνει αυτό, θα πρέπει να απομονωθεί ο περιστροφικός εξατμιστήρας και να ελεγχθεί το κενό της υδραντλίας.

Κατά τη διάρκεια της εξάτμισης, το εφαρμοζόμενο κενό στο σύστημα τείνει να συγκρατεί τη φιάλη απόσταξης στη θέση της. Αλλά, ποτέ μην βασίζεστε στο συνδυασμό τριβής και κενού για να συγκρατήσετε τη φιάλη απόσταξης στον περιστροφικό εξατμιστήρα, μια πρόσθετη ασφάλεια είναι η χρήση ενός συνδετήρα Keck για τη συγκράτηση της φιάλης απόσταξης. Η εικόνα μιας φιάλης που περιστρέφεται άναρχα πάνω-κάτω σε ένα θερμό υδρόλουτρο συνηθίζεται σε ένα φοιτητικό εργαστήριο όπου η πίεση του νερού αυξομειώνεται (με ταυτόχρονη αυξομείωση του δημιουργούμενου κενού).

Αν μια κανονική σφαιρική φιάλη χρησιμοποιηθεί ως φιάλη απόσταξης, είναι πιθανό ότι ένας επίθεμα επέκτασης είναι απαραίτητο για να συνδεθεί η φιάλη στον κώνο του σωλήνα ατμών. Ένα πολύ χρήσιμο εξάρτημα για τον περιστροφικό εξατμιστήρα είναι το επίθεμα παφλασμού που τοποθετείται ανάμεσα στη σφαιρική φιάλη και το σωλήνα ατμών (Εικόνα 1.36). Αυτό λειτουργεί και ως επίθεμα επέκτασης, αλλά ταυτόχρονα προστατεύει τη μόλυνση του σωλήνα ατμών από την ένωση σας λόγω των απότομων εκτινάξεων. Θα πρέπει όμως ο



**Εικόνα 1.36.** Επίθεμα παφλασμού

πλήρη βαθμό και στη συνέχεια τοποθετείται η φιάλη απόσταξης στο σωλήνα ατμών (μαζί με το επίθεμα, αν απαιτείται), χρησιμοποιώντας ένα συνδετήρα Keck που θα συγκρατεί τη φιάλη. Συγκρατώντας τη φιάλη ελαφρά με το χέρι, ανοίγετε τη περιστροφή σε χαμηλή ταχύτητα και κλείνετε τη στρόφιγγα στο άκρο του ψυκτήρα. Όταν το μανόμετρο δείξει ότι έχει δημιουργηθεί ένα σημαντικό κενό (ή όταν δεν υπάρχει μανόμετρο συνδεδεμένο, με την αλλαγή του ήχου της υδραντλίας) είναι ασφαλές να απομακρύνεται το χέρι σας και να αυξήσετε την ταχύτητα περιστροφής ώστε να απλώνεται ο διαλύτης στα τοιχώματα της φιάλης χωρίς όμως να δημιουργείται παφλασμός. Αν το μίγμα βράζει μη-ελεγχόμενα, μπορείτε περιοδικά να ανοίξετε τη στρόφιγγα ώστε να εισέλθει αέρας στο σύστημα και να τη ξανακλείσετε. Όταν η εξάτμιση του διαλύματος έχει αποκατασταθεί, η φιάλη απόσταξης μπορεί να κατεβεί στο λουτρό του θερμού νερού. Αλλά, θα πρέπει να είστε έτοιμοι να ανεβάσετε τη φιάλη αμέσως αν υπάρχει κάποια ένδειξη ότι το μίγμα αρχίζει να βράζει βίαια. Οι περισσότεροι οργανικοί διαλύτες, π.χ. διαιθυλαιθέρας ή διχλωρομεθάνιο έχουν σημεία ζέσης πολύ χαμηλότερα από τη θερμοκρασία δωματίου σε ελαττωμένη πίεση, γιατί χρειάζεται μεγάλη προσοχή όταν πρόκειται να θερμάνετε τη φιάλη απόσταξης. Όταν χρησιμοποιείτε πολύ πτητικούς διαλύτες είναι προτιμότερο να κατεβάζετε τη φιάλη σε ένα κρύο λουτρό, το οποίο το θερμαίνετε κατά τη διάρκεια της εξάτμισης.

Τα τελευταία ίχνη του διαλύτη είναι δύσκολο να απομακρυνθούν από τα δείγματα, ιδιαίτερα όταν πρόκειται για κολλώδη υλικά, τα οποία συχνά απομονώνονται ως μίγματα αντιδράσεων. Ετσι είναι απαραίτητο να παραμείνει το υπόλειμμα στο περιστροφικό εξατμιστήρα για 5 τουλάχιστον λεπτά μετά τη τελευταία σταγόνα που έχετε αντιληφθεί να τρέχει στη φιάλη συλλογής.

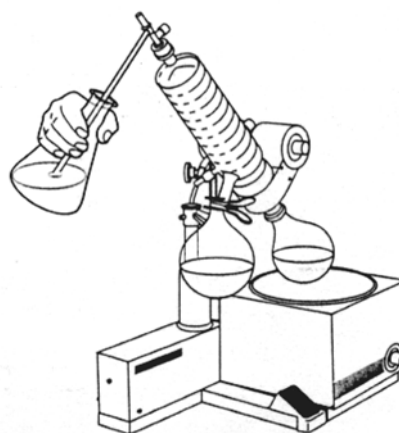
Όταν ο όγκος του διαλύματος είναι υπερβολικά μεγάλος για το μέγεθος της σφαιρικής φιάλης που χρησιμοποιείτε (η οποία δεν πρέπει να γεμίζει πάνω από το μισό του όγκου της), μπορείτε να εισάγετε επιπρόσθετη ποσότητα διαλύματος διαμέσου της στρόφιγγας, αν αυτή είναι εφοδιασμένη με τον εύκαμπτο πλαστικό σωλήνα που φθάνει μέχρι τη φιάλη απόσταξης. Απλά τοποθετείτε ένα πλαστικό σωλήνα στην εξωτερική σύνδεση της στρόφιγγας και το οποίο βυθίζεται στο διάλυμα που θέλετε να προσθέσετε (Εικόνα 1.37). Το προσεκτικό άνοιγμα της

σωλήνας παφλασμού να καθαρίζεται πριν και μετά τη χρήση του περιστροφικού εξατμιστήρα.

**Σωστή χρήση του περιστροφικού εξατμιστήρα.** Θα πρέπει να βεβαιώνετε ότι η φιάλη συλλογής είναι άδεια και ότι νερό διέρχεται από τις σπείρες του ψυκτήρα με αργή αλλά σταθερή ροή. Η υδραντλία ανοίγεται σε

στρόφιγγας θα έχει σαν αποτέλεσμα την είσοδο του διαλύματος στη φιάλη απόσταξης λόγω του κενού που υπάρχει στη διάταξη. Η εξάτμιση του διαλύτη συνεχίζει μετά το κλείσιμο της στρόφιγγας.

Όταν όλος ο διαλύτης έχει απομακρυνθεί από τη φιάλη απόσταξης, σταματάτε την περιστροφή και βγάζετε (η ανεβάζετε) τη φιάλη από το λουτρό θέρμανσης. Ανοίγετε τη στρόφιγγα ώστε να εισέλθει αέρας στο σύστημα, στηρίζοντας τη φιάλη με το χέρι σας, βγάζετε τη φιάλη από το σωλήνα ατμών, και κλείνετε την υδραντλία και το νερό του ψυκτήρα. Θα πρέπει να αδειάζετε το περιεχόμενο της φιάλης συλλογής στο κατάλληλο δοχείο συλλογής διαλυτών ενώ πριν απομακρυνθείτε θα πρέπει να ελέγχετε ότι δεν έχετε βρωμίσει το σωλήνα ατμών επειδή αυτό δεν θα μειώσει μόνο την απόδοση της αντίδρασης σας αλλά θα μολύνει και το επόμενο δείγμα.



**Εικόνα 1.38.** Προσθήκη διαλύτη χωρίς διακοπή του κενού και της εξάτμισης.

---

## BIBΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry* Vogel, A. I.; Furniss, B. S.; Hannaford, A. J.; Smith, P.W.G.; Tatchell, A. R. 5th ed. Longman, Harlow, UK. 1989.
2. *Experimental Organic Chemistry*, Palleros, D. R. John Wiley & Sons, New York, 2000.
3. *Experimental Organic Chemistry Standard and Microscale*, Harwood, L. M.; Moody, C.J.; Percy, J.M. 2nd ed. Blackwell Science, Oxford, UK, 1999.
4. *Organic Laboratory Techniques*, Pavia, D.L.; Lampman, G.M.; Kriz, G.S.; Engel, R.G. Saunders Orlando, 1998.
5. *Εργαστηριακή τεχνική και Οργανικά Συνθέσεις* Αλεξάνδρου, Ν.; Βάρβογλη, Α.; Χατζημιχαλάκη, Φ. Θεσσαλονίκη, 1977.
6. *Microscale Techniques for the Organic Laboratory*, Mayo, D.W.; Ke, R.M.P.; Trumper, P.K. 2nd ed., J. Wiley & Sons, New York, 2001.
7. *The Organic Chem Lab Survival Manual*, Zubrick, J.W. 4th ed., J.Wiley & Sons, New York, 1997.