

IV. Aparatura de laborator utilizată în laboratorul de chimie organică

Pentru desfășurarea lucrărilor practice de laborator este necesară dotarea laboratorului cu principalele vase, ustensile, aparate și materiale rezistente la acțiunea substanțelor chimice. În laboratoarele de chimie organică se folosesc vasele uzuale din practica chimiei anorganice.

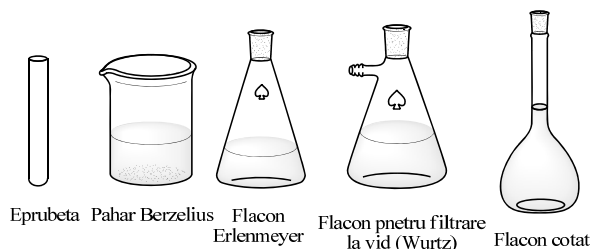
IV.1. Vase și ustensile din sticlă, cuarț și porțelan

Eprubetele sunt cele mai simple vase de laborator, care servesc la efectuarea reacțiilor chimice. Ele au forma unor tuburi de sticlă (gradate sau negradate) închise la un capăt și sunt confecționate din sticlă obișnuită. Eprubetele se umplu cu substanță cel mult până la jumătate și agitarea conținutului se face prin scuturare. Nu se răstoarnă eprubeta și nu se astupă cu degetul. Încălzirea eprubetei se face înclinând-o pentru a evita degajarea bruscă a vaporilor și agitând-o continuu. În timpul încălzirii eprubeta se ține cu cleștele din lemn, evitând orientarea deschiderii acesteia către persoanele aflate în jur. Eprubetele gradate fiind confecționate din sticlă groasă, mai puțin rezistentă la șocuri termice, nu se vor încălzi la flacăra puternică a becului de gaz.

Paharele Berzelius sunt utilizate la efectuarea unor operații ca: dizolvarea, fierberea, evaporarea, precipitarea. Ele au capacități diferite 25, 50, 100, 150 . . . ml. Folosirea paharelor nu este indicată în cazul solvenților organici cu puncte de fierbere scăzute și presiuni de vapori ridicate. În aceste cazuri potrivite sunt baloanele Erlenmeyer care se pot închide ușor cu un dop rotat, sau dca operațiile au loc la cald se utilizează baloanele cu fund rotund prevăzute cu refrigerent.

Flacoanele conice (Erlenmeyer) sunt folosite la colectarea unor filtrate sau pentru păstrarea unor soluții. Un alt vas conic utilizat în laborator este vasul de trompă utilizat pentru filtrarea la vid.

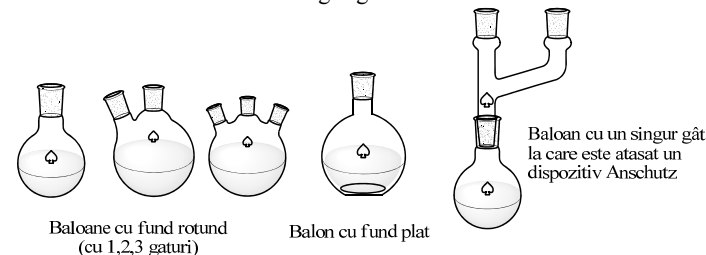
Flacoanele cotate sunt vase pentru umplere, au fundul plat și pe gât au un semn circular care arată până unse se vor umple. Flacoanele cotate se folosesc pentru prepararea soluțiilor de concentrație bine determinată și pentru măsurarea exactă a volumului de soluție.



Baloanele cu fund plat și rotund se folosesc la fierberea soluțiilor, colectarea unor filtrate, determinarea unor constante fizice. Baloanele cu fund rotund sau sub formă de pară se folosesc de obicei ca vase de distilare și de colectare. De reținut este faptul că baloanele cu fund rotund nu se videază niciodată pentru a elimina pericolul de implozie.

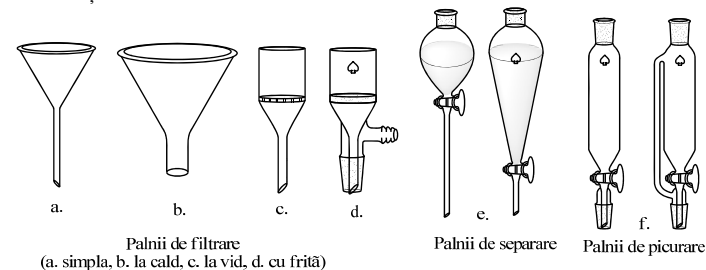
Există de asemenea, baloane cu mai mult de un gât care permit realizarea unor instalații mai complicate. Aceste baloane sunt folosite atunci când în timpul unei reacții se efectuează mai multe simultan (barbotarea unui gaz, picurarea unui reactant și agitare cu un agitator KPG).

De asemenea, se poate obține un balon cu mai multe gâturi prin montarea unui dispozitiv Anschütz la un balon cu un singur gât.



Pâlniile sunt de mai multe tipuri:

- pâlnii de filtrare simple (a, b) folosite pentru separarea precipitatelor ce au conul de 60°;
- pâlnii de filtrare Büchner (c) utilizate pentru filtrarea la vid;
- pâlnii de filtrare cu frită de sticlă (d) ce sunt utilizate în prezenta unor substanțe care atacă hârtia de filtru;
- pâlnii de separare (e) folosite pentru separarea lichidelor nemiscibile, cu densități diferite, prevăzute cu dop șlefuit și robinet;
- pâlnii de picurare (f) folosite pentru picurarea unor volume de reactanți în baloanele de reacție.



Baghetele din sticlă se folosesc la agitarea diferitelor soluții, precipitate, dar și pentru transvazarea soluțiilor.

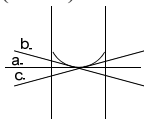
Cilindrii gradati sunt utilizați la măsurarea volumelor. Sunt confecționați din sticlă groasă marcată cu diviziuni care indică volumul în mililitri. Pentru citirea volumului cilindrul se așează pe o suprafață orizontală și se citește meniscul inferior tangent diviziunii (pentru lichidele care udă pereții) sau meniscul superior tangent diviziunii (pentru lichidele colorate).

Pipetele au formă și capacitate diferită, sunt calibrate pentru anumite temperaturi. Ele se păstrează în stative speciale. Pipetele pot fi gradate, simplu cotate, dublu cotate și fără gradații.

Pentru a măsura cu pipeta un anumit volum de soluție, se introduce vârful pipetei în soluție, se aspiră cu gura sau cu o pară de cauciuc până nivelul lichidului depășește gradația. Se astupă cu degetul arătător orificiul de sus al pipetei și se lasă să se scurgă

lichidul, ridicând ușor degetul până când meniscul inferior al lichidului este tangent la diviziunea de sus a pipetei.

Citirea gradăției de pe pipetă, cilindru, biuretă, flacon cotat etc. se face în așa mod încât să fie înlăturată eroarea de *paralaxă*. În acest scop raza vizuală a observatorului trebuie să fie perpendiculară și tangentă meniscului la diviziunea dorită (linia a). În caz contrar, dacă ochiul se găsește deasupra acestei linii orizontale, eroarea va fi în minus (linia b), în caz contrar eroarea va fi în plus (linia c).



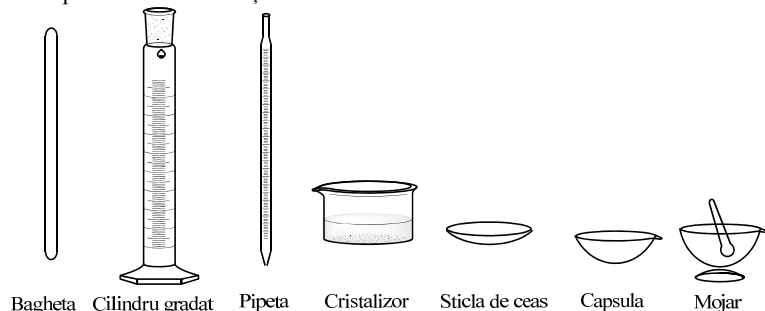
După măsurarea corectă a volumului de lichid, acesta se lasă să se scurgă în vasul în care trebuie să fie introdus și după câteva secunde se apropie vârful pipetei de peretele interior al vasului pentru a se elimina și ultimele picături de lichid din pipetă (fără a sufla cu gura în pipetă).

Cristalizoare sunt vase de sticlă de formă joasă și largi, utilizate pentru concentrarea rapidă a soluțiilor și pentru recristalizare.

Sticlele de ceas se folosesc pentru cântărirea substanțelor, pentru acoperirea paharelor și a cristalizoarelor.

Mojarele sunt confecționate din porțelan și servesc la sfărâmarea și omogenizarea substanțelor solide și transformarea lor în pulberi fine. Mojarele pot fi confecționate din sticlă, porțelan și agat.

Capsulele de evaporare pot fi confecționate din sticlă sau porțelan și servesc la evaporarea prin încălzire a soluțiilor.



Refrigerente sunt dispozitive folosite pentru răcirea și condensarea vaporilor. De obicei, în vederea efectuării unei reacții, substanțele organice sunt încălzite împreună cu solventul organic în care se află dizolvate.

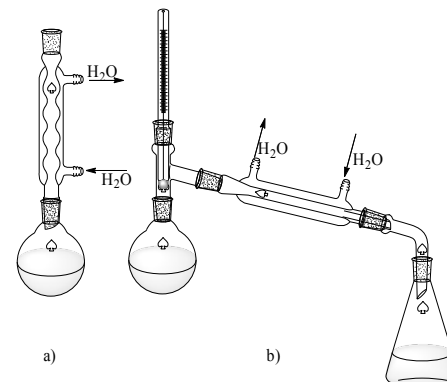
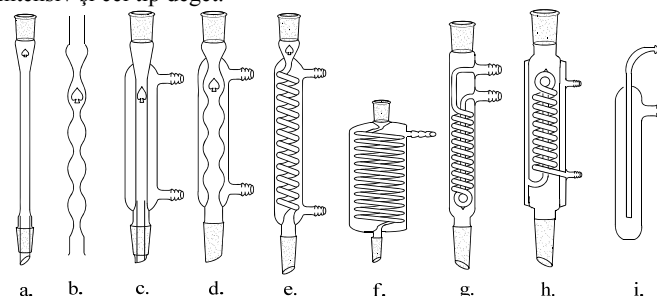


Figura 1a. Refrigerent ascendent; **b.** Refrigerent descendent.

Vaporii solventului ajung în contact cu pereții reci ai refrigerentului și condensează. În funcție de mișcarea pe care o au vaporii prin refrigerent, acestea se clasifică în:

- *refrigerent ascendent* – vaporii au o mișcare ascendentă prin refrigerent (așa cum este reprezentat în **Figura 1a**). Această mișcare ascendentă a vaporilor se întâlnește în cazul operației de refluxare, de aceea refrigerentul se mai numește *refrigerent de reflux*;
- *refrigerent descendent* - vaporii au o mișcare descendentă prin refrigerent (așa cum este reprezentat în **Figura 1b**). Această mișcare descendentă a vaporilor se întâlnește în cazul operației de distilare simplă, de aceea refrigerentul se mai numește *refrigerent pentru distilare simplă*.

Cele mai utilizate sunt refrigerentele cu aer, Liebig, cu bule, cu spirală, Stadeler, Dimroth, intensiv și cel tip deget.



Refrigerente (a. de aer drept; b. de aer cu bule; c. Liebig; d. cu bule; e. cu spirală; f. Stadeler; g. Dimroth; h. intensiv; i. deget)

Refrigerentul cu aer este cel mai simplu refrigerent și se prezintă sub două forme: refrigerent drept (Liebig) (a) și cu bule (b). Ambele tipuri de refrigerente au capacitate redusă de răcire și sunt utilizate numai în cazul substanțelor cu puncte de fierbere de peste 150°C. Refrigerentul drept își găsește aplicații atât ca refrigerent ascendent, însă nu foarte eficient deoarece conduce la scăparea substanțelor cât și ca refrigerent descendent la viteze de distilare nu prea mari.

Refrigerentul Liebig (c) este foarte des folosit în instalațiile de distilare ca refrigerent descendent și mai rar ca refrigerent ascendent în instalațiile de refluxare aceasta deoarece

suprafața de răcire oferită de acest refrigerent este relativ mică. Numai pentru substanțele ce posedă puncte de fierbere de peste 100 °C refrigerentul Liebig poate fi folosit ca și refrigerent ascendent. Aceste refrigerente sunt utilizate pentru condensarea vaporilor lichidelor cu temperaturi de fierbere de maxim 150°C. Pentru răcire este recomandat a se utiliza un curent de apă dacă temperatura nu este mai mare de 120°C și apă staționară dacă temperatura este între 120 – 150°C.

Refrigerentul cu bule (d) este alcătuit dintr-un tub de sticlă sub formă de bule, acesta fiind îmbrăcat într-o manta de sticlă prin care circulă apa de răcire care se introduce printr-un ștuț situat la partea inferioară și se evacuează pe la partea superioară. are tubul de sticlă drept față de refrigerentele descrise anterior. Acest refrigerent prezintă avantajul că are suprafața de răcire mai mare față de refrigerentul de tip Liebig, fiind astfel mai eficient. Datorită configurației cu bule, pe care o posedă, acest tip de refrigerent se folosește numai ca refrigerent ascendent în instalații de refluxare.

Refrigerentul cu spirală (e) se utilizează numai ca refrigerent descendent la distilarea substanțelor cu puncte de fierbere coborâte și numai în poziție verticală. Acest tip de refrigerent nu se utilizează ca refrigerent ascendent în instalații de refluxare, deoarece există pericolul blocării condensului în spirală ce poate fi aruncat mai apoi pe la partea superioară a refrigerentului.

Refrigerentul Städeler (f) este o formă modificată a refrigerentului cu spirală deosebirea evidențiindu-se la sistemul de răcire. Spre deosebire de refrigerentul cu spirală unde răcirea se realizează cu apă, refrigerentul Städeler ne oferă avantajul răcirii cu gheață și sare sau zăpadă carbonică în felul acesta facilitându-se condensarea substanțelor cu puncte de fierbere foarte coborâte.

Refrigerentul Dimroth (g) se poate utiliza atât ca refrigerent ascendent de mare eficacitate cât și ca refrigerent descendent în condițiile în care se poate renunța la distilatul ce rămâne aderent pe spirele refrigerentului. Acest tip de refrigerent nu se utilizează în cazul substanțelor cu puncte de fierbere coborâte (de ex. eterul) deoarece acestea pot părăsi refrigerentul pe lângă peretele exterior ce nu este răcit cu apă. De asemenea, pentru a evita impurificarea produsului de reacție cu vapori de apă proveniți din aerul atmosferic este recomandat ca la partea superioară a acestui tip de refrigerent să se atașeze un tub de uscare.

Refrigerentul intensiv (h) se obține din combinarea refrigerentelor Liebig și Dimroth. Este refrigerentul cel mai eficient deoarece poate fi utilizat cu succes în cazul substanțelor cu puncte de fierbere coborâte sau a solvenților foarte volatili ce sunt condensați aproape în totalitate. Însă, acest refrigerent este destul de scump și de greu (trebuie bine fixat) și din acest motiv se utilizează doar acolo unde celelalte refrigerente nu fac față.

Refrigerentul deget (i) este utilizat în scopuri semipreparative și se introduce direct în vasele de reacție.

În majoritatea cazurilor părțile componente ale unui aparat de sticlă se pot îmbina prin diverse șlifuri. În **Figura 2** sunt prezentate cele mai des utilizate șlifuri.

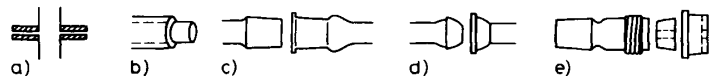


Figura 2. Diferite tipuri de șlifuri. **a.** șlif plan, de ex. la excicator; **b.** șlif cilindric, de ex. la agitatoare mecanice și pompe de recirculare; **c.** șlif conic; **d.** șlif sferic; **e.** șlif conic cu cap filetat

Dintre acestea cele mai des utilizate sunt șlifurile conice normale ce sunt formate dintr-un manșon și un con. Șlifurile de dimensiuni diferite se pot îmbina ușor cu ajutorul reducărilor (**Figura 3**). Șlifurile sferice se întâlnesc de obicei la instalații mari, unde este necesară o flexibilitate mare ce nu poate fi oferită de șlifurile conice normale.

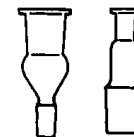


Figura 3. Reducții

În special când se lucrează la cald sau la vid este necesară ungerea șlifurilor. Această operație se face cu mare grijă în așa fel încât substanțele chimice să nu fie impurificate cu unsoare. Pentru ungere corectă este recomandat ca o cantitate mică de unsoare să fie distribuită pe con sub forma unui inel, iar apoi conul se introduce în manșon și se răsuște ușor până când șliful uns devine transparent.

Alte ustensile confecționate din alte materiale

Dintre acestea amintim: becurile de gaz, sita de azbest, băile (de apă, de ulei, cu manta, de nisip), stativele, clemele (Hofman și Mohr), trepiedele, centrifuga.