

Κεφάλαιο 4^ο

ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑ ΚΑΙ ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ

Στόχοι :

Στο τέλος αυτής της διδακτικής ενότητας θα πρέπει να μπορείς

- να προβαίνεις σε ορθή λήψη του δείγματος ανάλογα με τη φυσική κατάσταση του δείγματος.
- να ξηραίνεις, να ζυγίζεις και να διαλυτοποιείς το δείγμα.
- να απαλλάσσεις το δείγμα από ξένες προσμίξεις.
- να ερμηνεύεις και να εφαρμόζεις ένα διάγραμμα ροής προετοιμασίας του δείγματος.

4.1 Δειγματοληψία στερεών - υγρών - αερίων

4.1.α. Δειγματοληψία στερεών

Στο κεφάλαιο της Εισαγωγής έχει τονιστεί η σημασία της δειγματοληψίας και έχει αναλυθεί η επιμελής προετοιμασία, λήψη και φύλαξη ενός αντιπροσωπευτικού εργαστηριακού δείγματος. Δεν έχει αναλυθεί όμως η δειγματοληψία ανάλογα με τη φυσική κατάσταση του δείγματος.

Στο κεφάλαιο αυτό θα αναλυθεί χωριστά η δειγματοληψία στερεού, υγρού ή αέριου δείγματος.

Η λήψη στερεού δείγματος αποτελεί εύκολη διαδικασία, σε σχέση με την προετοιμασία που απαιτεί ένα στερεό μέχρι τη δειγματοληψία.

Δείγματα στερεών που συναντάμε συχνά είναι: απορρίμματα, ορυκτά, κράματα, πλαστικά, τρόφιμα, δημητριακά, μεταλλεύματα κ.ά.

Παρακάτω δίνεται σχηματική απεικόνιση δειγματοληψίας για στερεά απορρίμματα.



Σχήμα 4.1 Σχηματική απεικόνιση δειγματοληψίας στερεών απορριμμάτων

Τα βασικά στάδια που ακολουθούνται στη δειγματοληψία στερεών δειγμάτων είναι:

1. Ελάττωση του μεγέθους του στερεού
2. Ομογενοποίηση του δείγματος
3. Ποσοτική ελάττωση του δείγματος
4. Δημιουργία εργαστηριακού δείγματος

Η ελάττωση του μεγέθους του στερεού, συνήθως, επιτυγχάνεται με λειοτρίβηση σε ειδικές συσκευές (σπαστήρες ή μύλους) ή σε ιγδία (γουδιά).

Η ομογενοποίηση του λειοτριβηθέντος δείγματος γίνεται με κοσκίνιση σε ειδικά κόσκινα, συγκεκριμένης διατομής, ανάλογα με το απαιτούμενο μέγεθος κόκκων.

Η ποσοτική ελάττωση, όπως περιγράφεται στην Εισαγωγή, μπορεί να γίνει με τεταρτημόρια ή με μηχανικά μέσα.



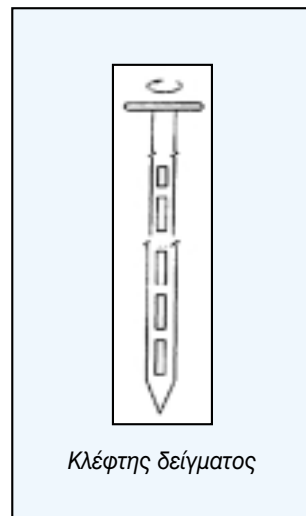
Σχήμα 4.2 Μείωση με τεταρτημόρια

Η δημιουργία εργαστηριακού δείγματος καθορίζεται ποιοτικά και ποσοτικά από την αναλυτική μέθοδο που πρόκειται να ακολουθηθεί.

Η δειγματοληψία στερεού εξαρτάται από πολλούς παράγοντες, που πρέπει να λαμβάνονται υπόψη από τον εκάστοτε αναλυτή. Για παράδειγμα, η λήψη δείγματος σιταριού είναι διαφορετική αν πρόκειται για ποσότητα ενός σακιού, ή δέκα σακιών, ή εκατό σακιών. Για να είναι αντιπροσωπευτικό το δείγμα, θα πρέπει να πάρουμε δείγμα από πολλά σημεία του σακιού, αν πρόκειται για δείγμα από ένα σακί. Απ' όλα τα σακιά και από διαφορετικά σημεία κάθε σακιού, αν πρόκειται για δειγματοληψία δέκα σακιών. Από πολλά σακιά και από διαφορετικά σημεία αν πρόκειται για δείγμα εκατό σακιών κ.ο.κ.

Για τη λήψη στερεού δείγματος χρησιμοποιούμε συνήθως σπάτουλες ή φτυάρια, αλλά μπορούμε να χρησιμοποιήσουμε και το λεγόμενο «κλέφτη».

Είναι ένα σύστημα που αποτελείται από δύο ομόκεντρους κυλίνδρους γεμάτους τρύπες, σε μορφή σύριγγας. Το ένα άκρο τους είναι αιχμηρό για να εισχωρεί με ευκολία στο στε-



Κλέφτης δείγματος

ρεό. Αν τραβήξουμε περιστροφικά τον εσωτερικό κύλινδρο, ο «κλέφτης» γεμίζει από τις τρύπες και από διαφορετικά σημεία με ποσότητα στερεού (Σχήμα 4.3).

1^η Εργαστηριακή άσκηση

Δειγματοληψία στερεών

Στόχοι :

Στο τέλος αυτής της εργαστηριακής άσκησης θα πρέπει να μπορείς

- να επιλέγεις τον τρόπο λήψης δείγματος, ανάλογα με την ποιότητα και την ποσότητα του στερεού, αλλά και ανάλογα με την αναλυτική μέθοδο που θα ακολουθήσεις.
- να προβαίνεις σε σωστή λήψη εργαστηριακού δείγματος στερεών σωμάτων.
- να χειρίζεσαι σωστά τα απαιτούμενα όργανα δειγματοληψίας.

Πείραμα 1.1

Παρασκευή εργαστηριακού δείγματος ελληνικού καφέ βάρους 12g περίπου

Πρόβλημα:

Για τον προσδιορισμό λίπους στον ελληνικό καφέ με τη μέθοδο της εκχύλισης απαιτείται εργαστηριακό δείγμα βάρους 12 g περίπου.

Σκεφτόμαστε - αποφασίζουμε:

- ▶ Το δείγμα θα ληφθεί από ένα σακουλάκι καφέ με τη μέθοδο της μείωσης σε τεταρτημόρια. Άρα, θα χρειαστεί μία μεταλλική σπάτουλα.
- ▶ Συνήθως, η ελάττωση του δείγματος με τεταρτημόρια γίνεται σε χαρτί. Επειδή όμως το χαρτί απορροφάει λίπος από το δείγμα, το αποτέλεσμα της ανάλυσης θα ήταν ανακριβές. Κρίνεται λοιπόν αναγκαία η χρήση τεμαχίου γυαλιού ή Plexiglas.
- ▶ Η ζύγιση του δείγματος απαιτεί τη χρήση γυαλιού ρολογιού, καθώς και εργαστηριακού ζυγού.
- ▶ Το πλήθος των τεμαχισμών εξαρτάται από το βάρος του αρχικού δείγματος, καθώς και από το επιθυμητό βάρος του εργαστηριακού δείγματος. Γι' αυτό, προτείνεται η ζύγιση του αρχικού δείγματος.

Προτείνεται η δειγματοληψία σε:

- ◆ αλεύρι
- ◆ χώμα
- ◆ φρυγανιά
- ◆ ορυκτό (πέτρα)
- ◆ τυρί φέτα

Άρα:

A/a	Απαιτούμενα όργανα	Απαιτούμενα αντιδραστήρια
1.	Ζυγός	Ελληνικός καφές
2.	Σπάτουλα	
3.	Γυαλί ρολογιού	
4.	Τελάρο γυαλιού ή Plexiglas	

Πειραματική πορεία:

- Ζυγίζουμε το αρχικό δείγμα και υπολογίζουμε τον αριθμό των τεμαχισμών που απαιτούνται, ώστε το τελικό εργαστηριακό δείγμα να έχει το επιθυμητό βάρος.
- Απλώνουμε τον καφέ πάνω στο τελάρο του γυαλιού ή Plexiglas, δίνοντάς του σχήμα κυκλικό, πάχους ενός εκατοστού περίπου.
- Με τη βοήθεια της σπάτουλας χαράζουμε σταυρό, χωρίζοντας το δείγμα σε τεταρτημόρια.
- Επιλέγουμε τεταρτημόριο και επαναλαμβάνουμε τη διαδικασία μέχρις ότου το τελικό δείγμα αποκτήσει το επιθυμητό βάρος.



Προσέχουμε.....

- ✓ Δεν πρέπει να αγγίζουμε το άκρο της σπάτουλας με το χέρι, για να μη μεταφέρεται λίπος.
- ✓ Κατά τη διάρκεια των τεμαχισμών και της μεταφοράς δεν πρέπει να παρατηρείται απώλεια δείγματος.

4.1.β. Δειγματοληψία υγρών

Δείγματα υγρών λαμβάνονται συνήθως από απλά υδατικά διαλύματα (θαλασσινό νερό, λύματα κλπ.), γάλα, υγρά τρόφιμα (χυμοί), λάδια (βρώσιμα ή λιπαντικά), υγρά με διαλυμένες ποσότητες αερίων, γαλακτώματα, διάφορα είδη οργανικών υγρών κ.ά.

Στην περίπτωση κατά την οποία το υγρό δεν είναι ομογενές, πριν από τη λήψη του δείγματος απαιτείται ομογενοποίησή του. Αν αυτό δεν είναι δυνατό, τότε προβαίνουμε σε πολλές λήψεις από διαφορετικά σημεία του υγρού.

Η δειγματοληψία σε υγρά δείγματα γίνεται, συνήθως, με

ποτήρια, φιάλες, ογκομετρικούς κυλίνδρους, σύριγγες και από διάφορα μέρη του υγρού, ανάλογα με τη συσκευασία.

Τα χρησιμοποιούμενα όργανα δειγματοληψίας είναι διάφορων μεγεθών και χωρητικότητας. Η επιλογή του οργάνου που θα χρησιμοποιηθεί γίνεται ανάλογα με την απαιτούμενη ποσότητα του δείγματος.

Τονίζεται ότι το όργανο της δειγματοληψίας ξεπλένεται πολλές φορές με το δείγμα πριν από την τελική δειγματοληψία.

2η Εργαστηριακή άσκηση

Δειγματοληψία υγρού

Στόχοι:

Στο τέλος αυτής της εργαστηριακής άσκησης θα πρέπει να μπορείς

- να επιλέγεις τον τρόπο λήψης δείγματος, ανάλογα με την ποιότητα και την ποσότητα του υγρού, αλλά και ανάλογα με την αναλυτική μέθοδο που θα ακολουθήσεις.
- να προβαίνεις σε σωστή λήψη εργαστηριακού δείγματος υγρών σωμάτων.
- να χειρίζεσαι σωστά τα απαιτούμενα όργανα δειγματοληψίας.

Πείραμα 2.1

Παρασκευή εργαστηριακού δείγματος γάλακτος όγκου 50 mL περίπου

Πρόβλημα:

Για τον προσδιορισμό του στερεού υπολείμματος στο γάλα απαιτείται δείγμα όγκου 50 mL περίπου.

Σκεφτόμαστε - αποφασίζουμε:

- Για την αντιπροσωπευτική δειγματοληψία προτείνεται ο χωρισμός του αρχικού δείγματος σε πέντε ποτήρια ζέσεως, από τα οποία με τη βοήθεια σύριγγας θα πάρουμε 10 mL από το καθένα, ώστε το τελικό δείγμα να έχει τον επιθυμητό όγκο.
- Αν το αρχικό δείγμα έχει όγκο 1 L, τότε τα ποτήρια θα πρέπει να έχουν χωρητικότητα 250 mL, ώστε να χωρούν τα 200 mL το καθένα.
- Η σύριγγα που θα χρησιμοποιηθεί για τη λήψη των επί μέρους δειγμάτων θα πρέπει να είναι όγκου 10 mL.

Προτείνεται η δειγματοληψία σε:

- ◆ Χυμούς φρούτων
- ◆ Λάδι
- ◆ Θαλασσινό νερό
- ◆ Σαμπουάν

- Η συλλογή των επί μέρους δειγμάτων θα γίνει σε χωνευτήριο.

Άρα:

A/a	Απαιτούμενα όργανα	Απαιτούμενα αντιδραστήρια
1.	5 ποτήρια ζέσεως 250 mL	Γάλα
2.	1 σύριγγα 10 mL	
3.	1 Χωνευτήριο	

Πειραματική πορεία:

- Ανακινούμε δυνατά μία κλειστή φιάλη γάλακτος 1 L, για την καλύτερη ομογενοποίηση του δείγματος.
- Αδειάζουμε (ισομοιράζουμε) το περιεχόμενο της φιάλης στα πέντε ποτήρια.
- Με τη βοήθεια της σύριγγας, παίρνουμε 10 mL από κάθε ποτήρι και το αδειάζουμε στο χωνευτήριο.
Το περιεχόμενο του χωνευτηρίου είναι το επιθυμητό εργαστηριακό δείγμα.



Προσέχουμε.....

- ✓ Δεν πρέπει να παρατηρείται απώλεια δείγματος.
- ✓ Πρέπει να επιτυγχάνεται καλή ομογενοποίηση του δείγματος, ιδιαίτερα σε χαμηλές θερμοκρασίες, όπου πολλά λιπαρά στερεοποιούνται και καθιζάνουν.

4.1.γ. Δειγματοληψία αερίων

Η δειγματοληψία των αερίων αφορά τόσο καθαρά αέρια όσο και μίγματα αερίων.

Για τη δειγματοληψία αερίων χρησιμοποιούνται ειδικά όργανα συλλογής, κυριότερα ο φάκελος και ο σάκος. Ο φάκελος είναι συνήθως πλαστικός, ενώ ο σάκος μπορεί να είναι γυάλινος ή πλαστικός.

Το δοχείο συλλογής αερίου, πριν από τη δειγματοληψία, «καθαρίζεται» πολλές φορές με το ίδιο αέριο του δείγματος.

Αν απαιτείται συγκεκριμένος όγκος δείγματος, τότε μπορεί να χρησιμοποιηθεί ειδικό ροόμετρο, το οποίο μετράει τον εισερχόμενο στο δοχείο συλλογής όγκο αερίου.

Υπάρχουν όμως και δοχεία συγκεκριμένου όγκου αερίου, στα οποία πρέπει να αναγράφεται η πίεση και η θερμοκρασία της δειγματοληψίας.

Σε πολλές όμως περιπτώσεις αερίων δειγμάτων, υπάρχουν και αιωρούμενα στερεά σωματίδια (π.χ. ατμοσφαιρικός αέρας). Αν ενδιαφέρει ο προσδιορισμός τους, τότε συλλέγονται με τη χρήση ειδικών φίλτρων ή παγίδων και οδηγούνται στην ανάλυση.

3^η Εργαστηριακή άσκηση

Δειγματοληψία αερίων

Στόχοι:

Στο τέλος αυτής της εργαστηριακής άσκησης θα πρέπει να μπορείς

- να παίρνεις αντιπροσωπευτικό δείγμα αερίου.
- να κατασκευάζεις πρόχειρο δειγματολήπτη αερίων.

Πείραμα 3.1.

Δειγματοληψία καυσαερίων από την εξάτμιση αυτοκινήτου

Πρόβλημα:

Να γίνει δειγματοληψία καυσαερίων από την εξάτμιση ενός αυτοκινήτου, για να ελεγχθούν οι τιμές του εκπεμπόμενου μονοξειδίου του άνθρακα και των υδρογονανθράκων.

Σκεφτόμαστε - αποφασίζουμε:

Για να πάρουμε αντιπροσωπευτικό δείγμα καυσαερίων, απαιτείται ειδικός φάκελος συλλογής αερίων. Μπορούμε όμως να κατασκευάσουμε πρόχειρο δειγματολήπτη καυσαερίων με τη βοήθεια δύο μικρών μπουκαλιών εμφιαλωμένου νερού. Κόβουμε τον πυθμένα των δύο μπουκαλιών και με τη βοήθεια μονωτικής ταινίας κολλάμε καλά τα δύο μπουκάλια στους κομμένους πυθμένες τους. Το κατασκεύασμα αποτελεί έναν πολύ καλό δειγματολήπτη αερίων. Άρα:

A/a	Απαιτούμενα όργανα	Απαιτούμενα αντιδραστήρια
1.	2 πλαστικά μπουκαλάκια	
2.	Μονωτική ταινία	

Πειραματική πορεία:

- Ξεβιδώνουμε τα δύο καπάκια του δειγματολήπτη και τοποθετούμε το ένα άκρο του στην εξάτμιση ενός αυτοκινήτου την ώρα που δουλεύει η μηχανή του για δύο περίπου λεπτά. Έτσι επέρχεται καθαρισμός του δειγματολήπτη.
- Βιδώνουμε πρώτα το απομακρυσμένο από την εξάτμιση καπάκι.
- Μετά από μισό λεπτό βιδώνουμε και το δεύτερο καπάκι, το πλησιέστερο στην εξάτμιση.
- Με τη βοήθεια σύριγγας μπορούμε να πάρουμε από το δειγματολήπτη την απαιτούμενη για την ανάλυση ποσότητα αέριου δείγματος.

**Προσέχουμε.....**

- ✓ Κατά τη δειγματοληψία, θα πρέπει να αποφεύγουμε την εισπνοή των καυσαερίων.
- ✓ Ο καθαρισμός του δειγματολήπτη κατά τη διάρκεια συλλογής θα πρέπει να διαρκεί τουλάχιστον δύο λεπτά, ώστε να εκδιώκεται ο υπάρχων αέρας στο δοχείο.

4.2 Καθαρισμός δείγματος

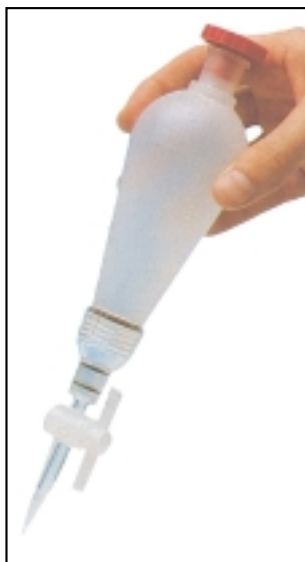
Πολλές φορές ένα δείγμα περιέχει διάφορες προσμίξεις, οι οποίες παρεμποδίζουν την ανάλυση. Γι' αυτό το δείγμα απαιτείται να υποβληθεί σε μια σειρά διεργασιών, για την απομάκρυνση αυτών των προσμίξεων.

Οι κυριότερες διεργασίες για τον καθαρισμό ενός δείγματος είναι:

- **Έκπλυση**
- **Επίπλευση**
- **Μαγνητική διαλογή**
- **Κοσκίνισμα**
- **Εκχύλιση**
- **Διήθηση**
- **Φυγοκέντρηση**

Έκπλυση είναι το πλύσιμο με άφθονο νερό, ώστε να απαλλαγεί το δείγμα από τυχόν προσμίξεις, όπως χώμα, σκόνη κλπ.

Επίπλευση είναι η μέθοδος καθαρισμού, κατά την οποία εμβαπτίζεται το δείγμα σε νερό. Έτσι, προσμίξεις που δε



εκχύλιση με διαχωριστική
χοάνη.

βυθίζονται επιπλέουν. Κατόπιν, με απόχυση, απαλλάσσεται το δείγμα από τις προσμίξεις αυτές.

Μαγνητική διαλογή είναι η μέθοδος κατά την οποία το δείγμα διαχωρίζεται από προσμίξεις μετάλλων. Σύμφωνα με αυτή, το δείγμα μεταφέρεται, με τη βοήθεια ενός ιμάντα, πάνω από έναν ισχυρό μαγνήτη. Ο μαγνήτης έλκει τα μεταλλικά συστατικά, τα οποία πέφτουν σε ειδικό κάδο συλλογής. Το υπόλοιπο δείγμα, απαλλαγμένο πλέον από τα μεταλλικά συστατικά, οδηγείται μέσω του ιμάντα σε δεύτερο κάδο συλλογής.

Κόσκινισμα γίνεται σε στερεό δείγμα, του οποίου τα σωματίδια έχουν διαφορετικό μέγεθος από αυτό των προσμίξεων.

Τα κόσκινα, που είναι διαφορετικών οπών μεταξύ τους, τοποθετούνται το ένα πάνω στο άλλο, διαδοχικά, από το κόσκινο μεγάλης διατομής προς το κόσκινο μικρής διατομής. Με τον τρόπο αυτό επιτυγχάνεται και κλασμάτωση του δείγματος.

Τονίζεται ότι δείγματα και κόσκινα πρέπει να είναι στεγνά, ώστε να αποφεύγεται η απόφραξη του συστήματος.

Εκχύλιση είναι η μέθοδος κατά την οποία το δείγμα αναδεύεται με κατάλληλο υγρό, το οποίο διαλύει μόνο κάποιο ή κάποια συστατικά του δείγματος που παρεμποδίζουν την ανάλυση. Στη συνέχεια, το συνολικό διάλυμα με το στερεό διηθείται και το ίζημα, που παραμένει στον ηθμό, περιέχει το δείγμα απαλλαγμένο από το συστατικό ή τα συστατικά «παρεμποδιστές».

Η απλή εκχύλιση μπορεί να γίνει και με τη διαχωριστική χοάνη όπως φαίνεται στο διπλανό σχήμα.

Η εκχύλιση είναι φθηνή, απλή και αποτελεσματική μέθοδος διαχωρισμού συστατικών. Συνδυάζεται επίσης με πολλές τεχνικές της Αναλυτικής Χημείας αυξάνοντας τις δυνατότητές τους.

Η διήθηση και η φυγοκέντρηση έχουν αναλυθεί λεπτομερώς στο προηγούμενο κεφάλαιο.

4^η Εργαστηριακή άσκηση

Καθαρισμός στερεών δειγμάτων

Στόχος:

Στο τέλος αυτής της εργαστηριακής άσκησης θα πρέπει να μπορείς

- να λειοτριβείς,
- να εκπλένεις

- και να ξηραίνεις ένα στερεό δείγμα.

Πείραμα 4.1

Καθαρισμός ορυκτού σιδηροπυρίτη

Πρόβλημα:

Να γίνει καθαρισμός ενός δείγματος ορυκτού σιδηροπυρίτη για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητάς του σε καθαρό μέταλλευμα.

Σκεφτόμαστε - αποφασίζουμε:

- Η διαδικασία καθαρισμού του στερεού ορυκτού δείγματος περιλαμβάνει τα παρακάτω στάδια:

- Α. Λειοτριβήση
- Β. Έκπλυση
- Γ. Απόχυση
- Δ. Ξήρανση

Η λειοτριβήση απαιτεί μύλο ή σπαστήρα. Η έκπλυση και η απόχυση απαιτεί ποτήρι ζέσεως (για να διευκολύνεται η απόχυση), καθώς και υδροβολέα για την έκπλυση των οργάνων και την ολική μεταφορά του υλικού, ώστε να μειωθούν οι απώλειες. Η ξήρανση απαιτεί πυριατήριο σε θερμοκρασία 110°C. Για την καλύτερη έκπλυση του υλικού, απαιτείται ανάδευσή του με γυάλινη ράβδο.

Άρα:

A/a	Απαιτούμενα όργανα	Απαιτούμενα αντιδραστήρια
1.	Μύλος ή σπαστήρας	Ορυκτός σιδηροπυρίτης
2.	Ποτήρι ζέσεως 500 mL	
3.	Υδροβολέας	
4.	Γυάλινη ράβδος	
5.	Πυριατήριο	

Πειραματική πορεία:

- Ανάβουμε το πυριατήριο τοποθετώντας το θερμοστάτη του στους 110°C.
- Λειοτριβούμε το υλικό στο μύλο ή στο σπαστήρα.
- Μεταφέρουμε το υλικό στο ποτήρι με τη βοήθεια υδροβολέα.
- Προσθέτουμε 100 mL νερό περίπου.
- Αναδεύουμε καλά με τη γυάλινη ράβδο.

- Αφήνουμε ακίνητο το μίγμα για πέντε λεπτά περίπου.
- Αποχύνουμε το υπερκείμενο υγρό με τις προσμίξεις.
- Τοποθετούμε το ποτήρι στο πυριατήριο μέχρι την ξήρανση του δείγματος.



Προσέχουμε.....

- ✓ Η μεταφορά του ποτηριού από το πυριατήριο στον πάγκο εργασίας γίνεται με τη βοήθεια αντιθερμαντικών (μονωτικών) γαντιών ή ξύλινης λαβίδας.
- ❑ Ο χειρισμός του σπαστήρα πρέπει να γίνεται με προσοχή για την αποφυγή ατυχήματος. Όταν ο κοχλίας του σπαστήρα είναι σε λειτουργία, δεν πλησιάζουμε χέρια, μαλλιά, ρούχα κλπ., διότι είναι πιθανό να τα τραβήξει και να προκαλέσει σοβαρό τραυματισμό του αναλυτή.

4.3 Ξήρανση - ζύγιση - διαλυτοποίηση

Η Ξήρανση και η ζύγιση του δείγματος αναλύονται σε προηγούμενα κεφάλαια και δεν θα αναλυθούν στο παρόν κεφάλαιο.

Διαλυτοποίηση του δείγματος

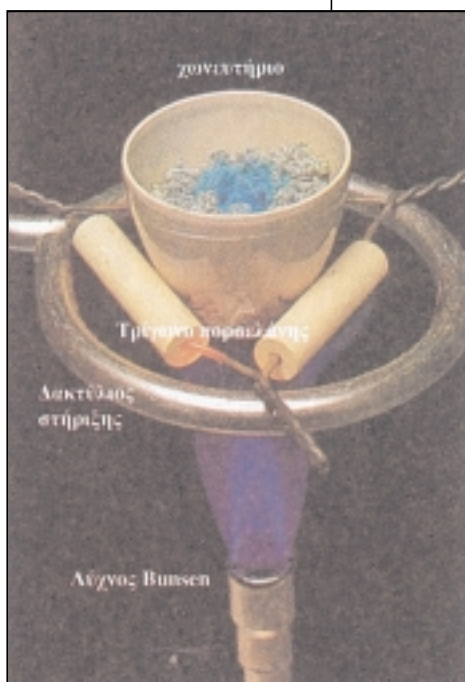
Πολλές φορές είναι αναγκαία η διαλυτοποίηση στερεών δειγμάτων, προτού αυτά οδηγηθούν για ποιοτικό και ποσοτικό προσδιορισμό.

Υπάρχουν βέβαια χημικές μέθοδοι ανάλυσης, οι οποίες αναλύουν το δείγμα χωρίς προηγούμενη διαλυτοποίησή του.

Η διαλυτοποίηση ενός δείγματος απαιτεί ειδικά διαλυτικά μέσα ανάλογα με την προέλευση και το είδος του δείγματος.

Τα οργανικά υλικά, συνήθως, απαιτούν για διαλυτοποίηση νερό ή οργανικούς διαλύτες, ενώ τα ανόργανα απαιτούν νερό ή διαλύματα οξέων. Πολλά υλικά πριν από τη διαλυτοποίηση απαιτούν «**σύντηξη**» με κατάλληλο αντιδραστήριο, άλας ή βάση ή οξείδιο.

Σύντηξη ονομάζεται η ειδική τεχνική θέρμανσης ενός δείγματος σε πολύ υψηλές θερμοκρασίες, μέσα σε ειδικά δοχεία από ανθεκτικό υλικό, όπως πορ-



Σύντηξη σε χωνευτήριο

σίες, μέσα σε ειδικά δοχεία από ανθεκτικό υλικό, όπως πορ-

σελάνη, χρυσός, λευκόχρυσος, νικέλιο κλπ.

Τα απαιτούμενα μέσα διαλυτοποίησης, που χρησιμοποιούνται ανάλογα με το αρχικό δείγμα, δίνονται στον παρακάτω πίνακα (4.1).

Μορφή αρχικού δείγματος	Μορφή στην οποία συναντάται στη φύση	Μέσο διαλυτοποίησης
Ανθρακικά άλατα	Ασβεστόλιθος, ασβεστίτης, δολομίτης κ.ά.	Διάλυμα HCl 1:1
Θειικά	Βαριτίνη (BaSO_4) Γύψος ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	Σύντηξη με Na_2CO_3 Νερό με λίγο HCl
Θειούχα	Σιδηροπυρίτης (FeS)	HNO_3 ή HCl και HNO_3 με αναλογία 1:1
Φωσφορικά	Φωσφορίτης	Διάλυμα HNO_3
Πυριτικά	Άλατα με Na ή K Εφυδατωμένα οξειδία	Νερό Σύντηξη με KNaCO_3 ή με HF
Αλογονούχα άλατα	Π.χ. AgCl NaCl, NH_4Cl	Κατεργασία με αραιό HNO_3 και πλάκα Zn Με νερό
Οξειδία	Βωξίτης Αιματίτης Χρωμίτης Αλουμίνα	Σύντηξη με πυροθειικό κάλιο $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ Πυκνό HCl Σύντηξη με Na_2CO_3 ή KNO_3 Σύντηξη με KHSO_4 ή $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$

Πίνακας 4.1. Μέσα διαλυτοποίησης

Πρέπει εδώ να τονιστεί ότι υπάρχουν και άλλες μέθοδοι διαλυτοποίησης, οι οποίες χρησιμοποιούνται σπανιότερα και απαιτούν περισσότερες επιστημονικές γνώσεις.

5^η Εργαστηριακή άσκηση

Διαλυτοποίηση στερεού δείγματος

Στόχοι:

Στο τέλος αυτής της εργαστηριακής άσκησης θα πρέπει να μπορείς

- να διαλυτοποιείς ένα στερεό δείγμα.
- να επιλέγεις το κατάλληλο διαλυτικό μέσο ανάλογα με τη χημική μορφή του δείγματος.

Πείραμα 5.1

Διαλυτοποίηση στερεού δείγματος γύψου

Πρόβλημα:

Να γίνει διαλυτοποίηση δείγματος γύψου βάρους 5 g.

Σκεφτόμαστε - αποφασίζουμε:

- Η διαλυτοποίηση του δείγματος γίνεται σε ποτήρι ζέσεως των 100 mL.
- Ο διαλύτης που θα χρησιμοποιηθεί είναι νερό με λίγο HCl και θα παρασκευαστεί σε ποτήρι ζέσεως των 100 mL με τη βοήθεια υδροβολέα.
- Για τη ζύγιση και τη μεταφορά της γύψου απαιτείται σπάτουλα μεταλλική ή πλαστική και εργαστηριακός ζυγός.
- Για τη μεταφορά του διαλύματος HCl απαιτείται σιφώνι των 20 mL με πουάρ.
- Για την ανάδευση και την καλή διαλυτοποίηση του δείγματος απαιτείται γυάλινη ράβδος.

Άρα:

Προτείνεται να γίνει διαλυτοποίηση σε:

- ◆ Na_2SO_4
- ◆ Na_2CO_3
- ◆ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- ◆ ασβεστόλιθο
- ◆ σιδηροπυρίτη

A/a	Απαιτούμενα όργανα	Απαιτούμενα αντιδραστήρια
1.	2 ποτήρια ζέσεως 100 mL	1. Γύψος
2.	Υδροβολέας	2. Διάλυμα HCl 1M
3.	Σπάτουλα	3. Απιονισμένο νερό
4.	Σιφώνι με πουάρ	
5.	Ζυγός	
6.	Γυάλινη ράβδος	

Πειραματική πορεία:

- Σε ποτήρι ζέσεως, ρίχνουμε με τη βοήθεια σιφωνιού 20 mL διαλύματος HCl 1M.
- Συμπληρώνουμε με τη βοήθεια υδροβολέα νερό μέχρι να γίνει ο όγκος 100 mL.
- Ζυγίζουμε στο άδειο ποτήρι 5 g γύψου.
- Προσθέτουμε λίγο - λίγο από το διάλυμα που παρασκευάσαμε στο ποτήρι με το γύψο αναδεύοντας συνεχώς.
- Όταν παρατηρηθεί πλήρης διαλυτοποίηση (εξαφάνιση του άσπρου ιζήματος), σταματάμε την προσθήκη του διαλύματος.

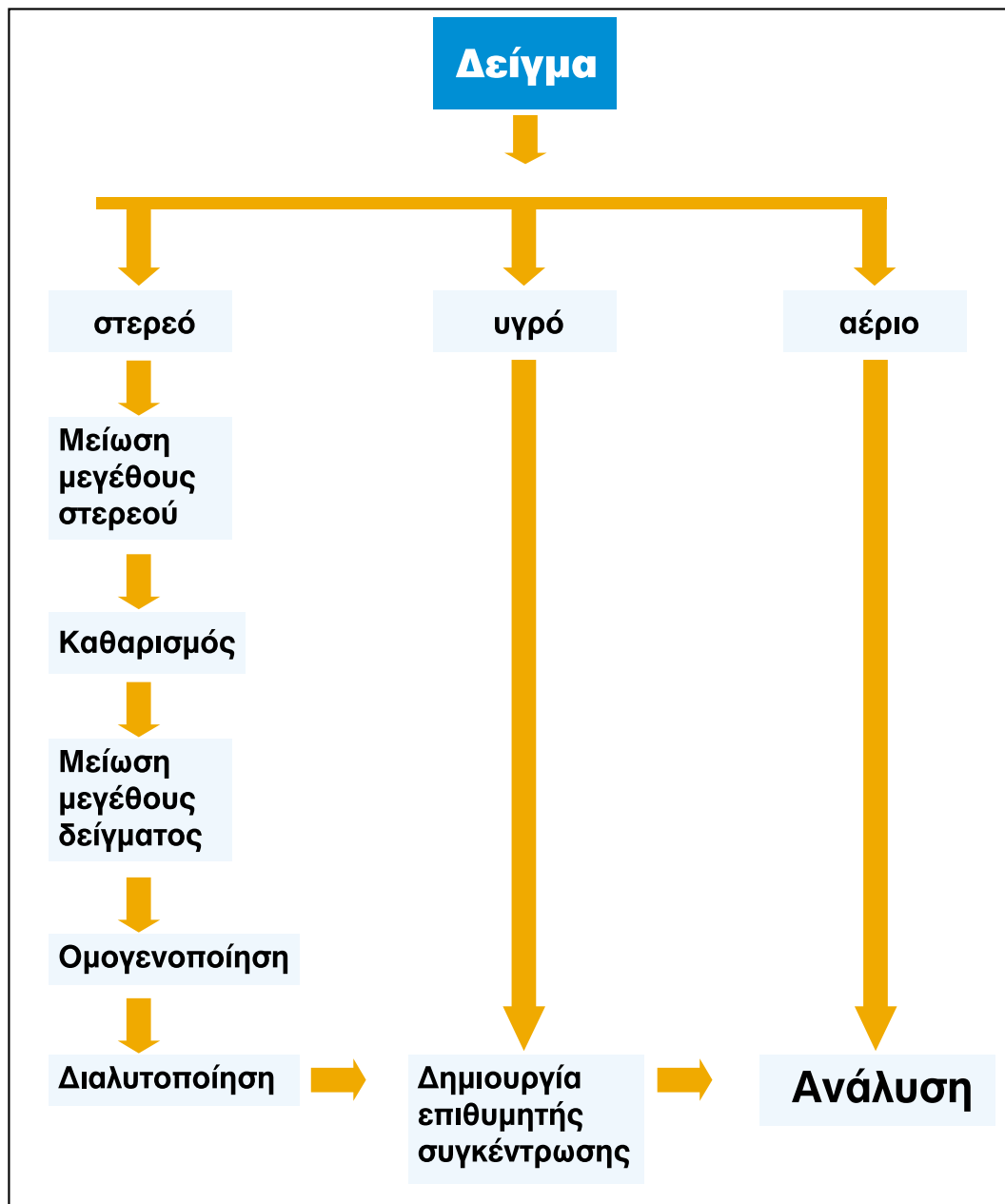
**Προσέχουμε.....**

- ✓ Η μεταφορά του HCl στο σιφώνι γίνεται με το πουάρ και όχι με αναρρόφηση με το στόμα.
- ✓ Η μεταφορά του HCl με το σιφώνι γίνεται προσεκτικά, ώστε να αποφεύγεται η εκτίναξη σταγόνων στο σώμα ή στα ρούχα.
- ✓ Κατά την προσθήκη του διαλύματος από το σιφώνι στο ποτήρι ακουμπάμε το ελεύθερο άκρο του σιφωνιού στο τοίχωμα του ποτηριού, ώστε να αποφεύγεται η εκτίναξη σταγονιδίων.

4.4 Διάγραμμα ροής προετοιμασίας του δείγματος

Στις προηγούμενες παραγράφους αναλύθηκαν οι τρόποι δειγματοληψίας, ανάλογα με το είδος του δείγματος.

Το παρακάτω διάγραμμα ροής παρουσιάζει αναλυτικά τα στάδια και τις διαδικασίες, οι οποίες πρέπει να προηγηθούν σε οποιοδήποτε δείγμα, ώστε αυτό να καταλήξει έτοιμο στη διαδικασία της ανάλυσης.



6^η Εργαστηριακή άσκηση

Στάδια προετοιμασίας δείγματος

Στόχος:

Στο τέλος αυτής της εργαστηριακής άσκησης θα πρέπει να μπορείς

- να προετοιμάζεις ένα δείγμα, ανάλογα με την ποιότητά του και την προβλεπόμενη αναλυτική μέθοδο, ακολουθώντας το διάγραμμα ροής προετοιμασίας ενός δείγματος.

Πείραμα 6.1.

Προετοιμασία δείγματος τυριού (φέτας)

Πρόβλημα:

Να γίνει η προετοιμασία δείγματος 50 g τυριού για τον προσδιορισμό των λιπαρών συστατικών του.

Σκεφτόμαστε - αποφασίζουμε:

Σύμφωνα με το διάγραμμα ροής η διαδικασία που θα ακολουθήσουμε είναι:

- ▶ Το δείγμα είναι στερεό.
- ▶ Δεν απαιτείται καθαρισμός.
- ▶ Η μείωση του μεγέθους του στερεού θα γίνει με πολτοποίηση σε γουδί.
- ▶ Η ομογενοποίηση θα γίνει με σπάτουλα μεταλλική.
- ▶ Η μείωση του δείγματος θα γίνει με τεταρτημόρια.
- ▶ Η διαλυτοποίηση θα γίνει επιλεκτικά, αφού η ανάλυση αφορά μόνο τα λιπαρά συστατικά. Στο στάδιο αυτό θα ζυγιστεί με ακρίβεια ποσότητα 50 g δείγματος και θα διαλυτοποιηθεί σε αιθέρα.
- ▶ Το μίγμα που θα προκύψει διηθείται, και το διήθημα αποτελεί το προς ανάλυση δείγμα, αφού περιέχει τα λιπαρά συστατικά του τυριού.

Με βάση τις παραπάνω αναφερόμενες οδηγίες, επιλέξτε τα απαιτούμενα όργανα και αντιδραστήρια καθώς και τις ποσότητές τους.

Σχεδιάστε και εκτελέστε την πειραματική πορεία, μέχρι την τελική φάση της ανάλυσης.

Η πειραματική πορεία σταματάει με την εκτέλεση της διήθησης.

Προτεινόμενα στερεά υλικά για προετοιμασία δείγματος με βάση το διάγραμμα ροής σε:

- ◆ ασβεστόλιθο
- ◆ σόδα φαγητού
- ◆ NH_4Cl

Δραστηριότητα.....

Προτείνεται η επανάληψη της εργαστηριακής άσκησης (προετοιμασίας δείγματος με βάση το διάγραμμα ροής) σε στερεό δείγμα ορυκτού σιδηροπυρίτη.

Με δύο λόγια.....

Δειγματοληψία

Ανάλογα με τη φυσική κατάσταση του δείγματος, η δειγματοληψία διακρίνεται σε:

☐ Δειγματοληψία στερεών

Τα βασικά στάδια της δειγματοληψίας στερεών είναι:

- Ελάττωση του μεγέθους του στερεού
- Ομογενοποίηση του δείγματος
- Ποσοτική ελάττωση του δείγματος
- Δημιουργία εργαστηριακού δείγματος

☐ Δειγματοληψία υγρών

Ακολουθεί την ομογενοποίηση του δείγματος (αν χρειάζεται) και γίνεται με ειδικά όργανα.

☐ Δειγματοληψία αερίων

Γίνεται με ειδικά όργανα συλλογής αερίων, όπως ο φάκελος και ο σάκος.

Καθαρισμός δείγματος

Οι κυριότερες διεργασίες για τον καθαρισμό ενός δείγματος είναι:

- Έκπλυση
- Επίπλευση
- Μαγνητική διαλογή
- Κοσκίνισμα
- Εκχύλιση
- Διήθηση
- Φυγοκέντρωση

Διαλυτοποίηση δείγματος

Η διαλυτοποίηση ενός δείγματος γίνεται με ειδικά διαλυτικά μέσα ανάλογα με την προέλευση και το είδος του δείγματος.

Ορισμένα δείγματα, πριν από τη διαλυτοποίησή τους, απαιτούν «σύντηξη» .

ΕΛΕΓΞΤΕ τις γνώσεις σας

1. Απαντήστε στις παρακάτω ερωτήσεις:
 - α. Ποια είναι τα βασικά στάδια που ακολουθούμε στη δειγματοληψία των στερεών δειγμάτων;
 - β. Ποια όργανα - σκεύη χρησιμοποιούμε, συνήθως, στη συλλογή αερίων δειγμάτων.
 - γ. Αναφέρετε τις κυριότερες διεργασίες καθαρισμού ενός δείγματος.
2. Να συμπληρώσετε τα κενά ώστε να προκύψουν σωστές προτάσεις.
 - α. Η ποσοτική ελάττωση ενός στερεού δείγματος μπορεί να γίνει με ή με
 - β. Τα οργανικά υλικά συνήθως απαιτούν για διαλυτοποίηση νερό ή....., ενώ τα ανόργανα απαιτούν ή
 - γ. Αν ένα υγρό δείγμα δεν είναι ομογενές, πριν από τη λήψη του δείγματος απαιτείται του. Αν αυτό δεν είναι εφικτό, τότε προβαίνουμε σε λήψεις και από του υγρού.
3. Να αιτιολογήσετε το σωστό ή λάθος των παρακάτω προτάσεων.
 - α. Επιπλευση είναι μέθοδος καθαρισμού, κατά την οποία το δείγμα βαπτίζεται σε νερό, οπότε προσμίξεις που δεν βυθίζονται επιπλέουν.
 - β. Η δημιουργία εργαστηριακού δείγματος είναι ανεξάρτητη από τη μέθοδο που πρόκειται να ακολουθηθεί στην ανάλυση.
 - γ. Σύντηξη ονομάζεται η τεχνική θέρμανσης ενός δείγματος σε χαμηλή θερμοκρασία.