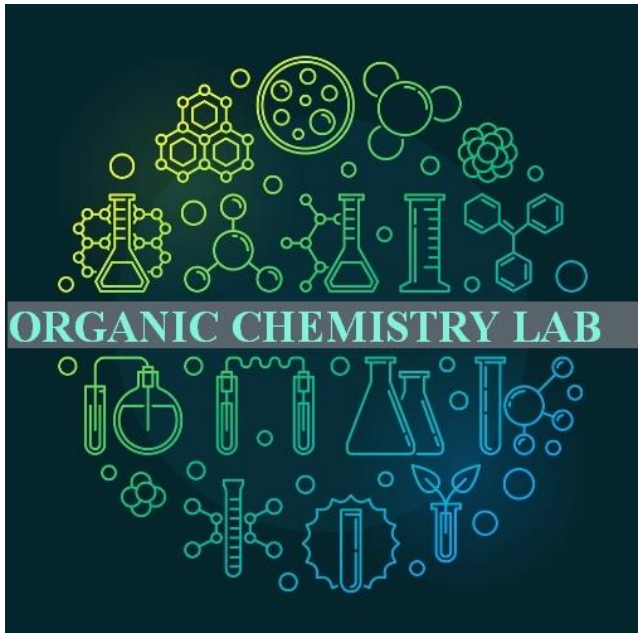
Εργαστήριο Οργανικής Χημείας Ι



Εργαστηριακή άσκηση 2

Προσδιορισμός σημείου τήξης, σημείου βρασμού

Τμήμα Χημείας Πανεπιστήμιο Κρήτης

Χειμερινό εξάμηνο 2026-2027

Δομή της παρουσίασης

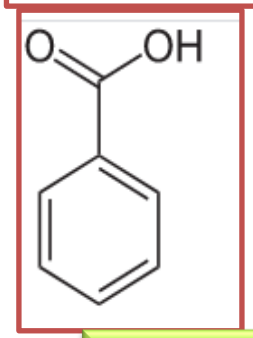
1. Πειραματικό μέρος, σημείο τήξης
2. Πειραματικό μέρος, σημείο βρασμού
3. Θεωρητικό υπόβαθρο
4. Λυμένα παραδείγματα

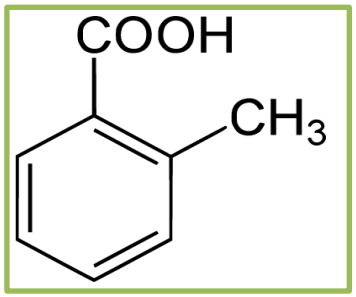
1. Πειραματικό μέρος, σημείο τήξης

Κάθε ομάδα λαμβάνει3 τριχοειδείς σωλήνες οι οποίοι είναι κλειστοί από την μια άκρη.

Ο 1ος και ο 2ος τριχοειδής σωλήνας γεμίζεται με την ουσία Α ενώ ο 3ος με την ουσία Β. Όλες οι ουσίες είναι καλά λειοτριβιμένες.

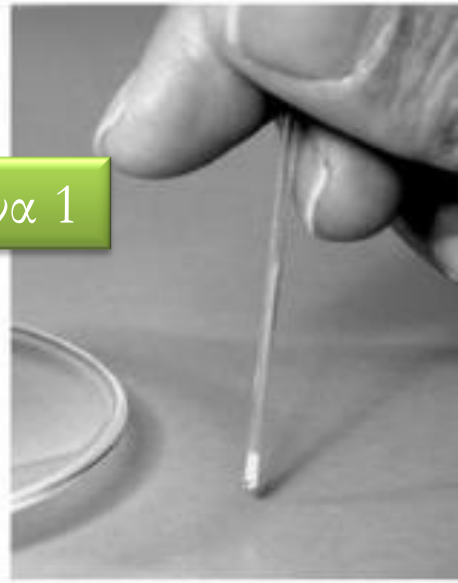
A: Βενζοικό οξύ	B: o-CH_3-βενζοικό οξύ





Εικόνα 1





Εικόνα 2



Η ποσότητα που θα εισαχθεί πρέπει να είναι περίπου όσο φαίνεται στον σωλήνα c της διπλανής εικόνας 2

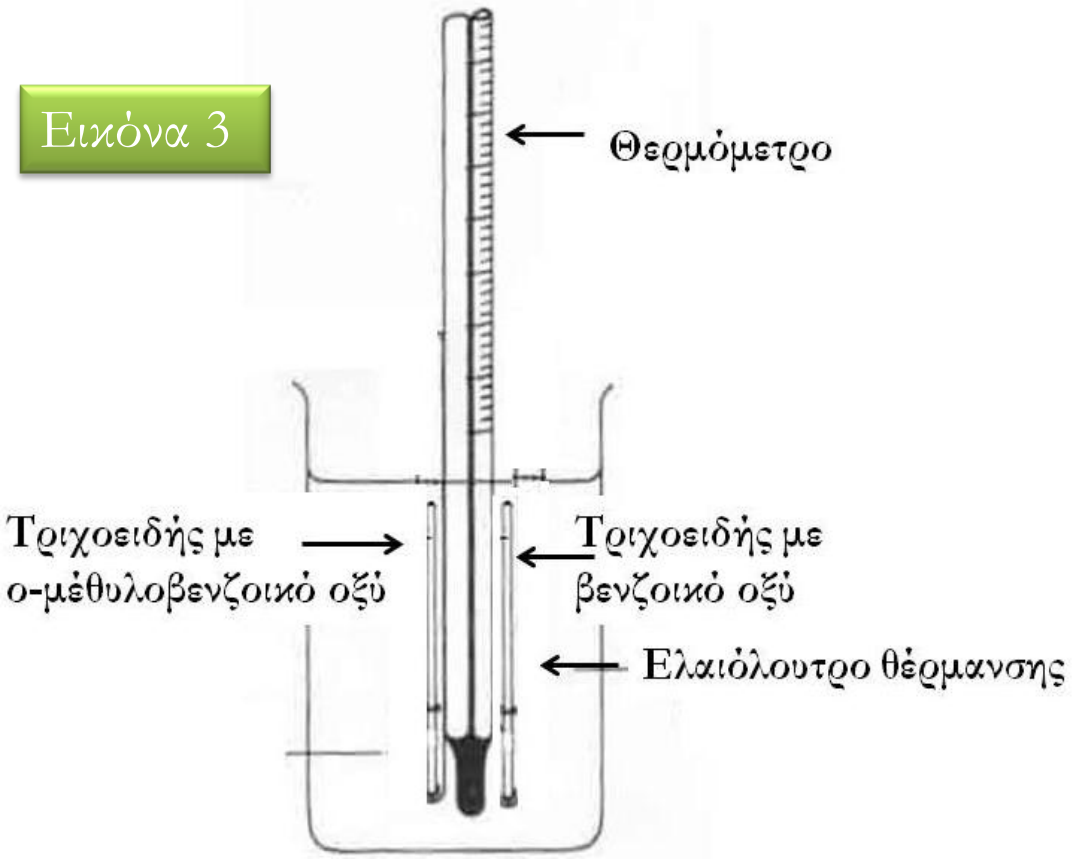
Αυτό γίνεται ως εξής: Βυθίζεται η ανοικτή άκρη (εικ. 1) στο στερεό ώστε να πάρει μια μικρή ποσότητα και στην συνέχεια με κτυπήματα σε σκληρή επιφάνεια γίνεται προσπάθεια να μεταφερθεί το δείγμα στο κλειστό άκρο του σωλήνα.

Είναι σημαντικό να υπάρχει καλό πακετάρισμα του στερεού

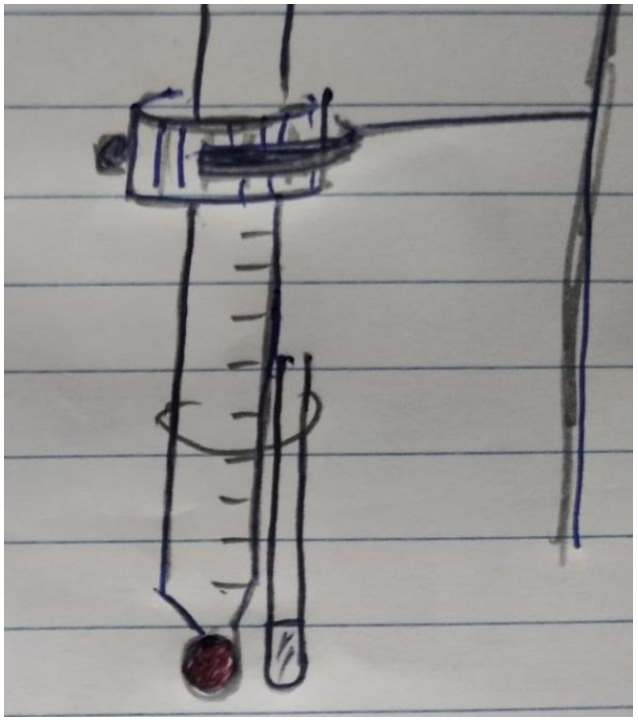
1. Πειραματικό μέρος, σημείο τήξης

Για την μέτρηση του σημείου τήξεως χρησιμοποιείται αρχικά ένα μίνι ελαιόλουτρο. Συγκεκριμένα σε ποτήρι ζέσης των 100 ml τοποθετείται σιλικονέλαιο περίπου μέχρι την μέση. Με ελαστικό δακτύλιο τοποθετούμε τον τριχοειδή σωλήνα δίπλα ακριβώς στο θερμόμετρο ώστε το στερεό να βυθίζεται μαζί με αυτό στον oilbath (εικ. 3, εικ. 4)

Εικόνα 3



Εικόνα 4



Το θερμόμετρο στηρίζεται με την βοήθεια του βιδωτού του επιθέματος πάνω σε ένα κλάμπ (εικ. 3)

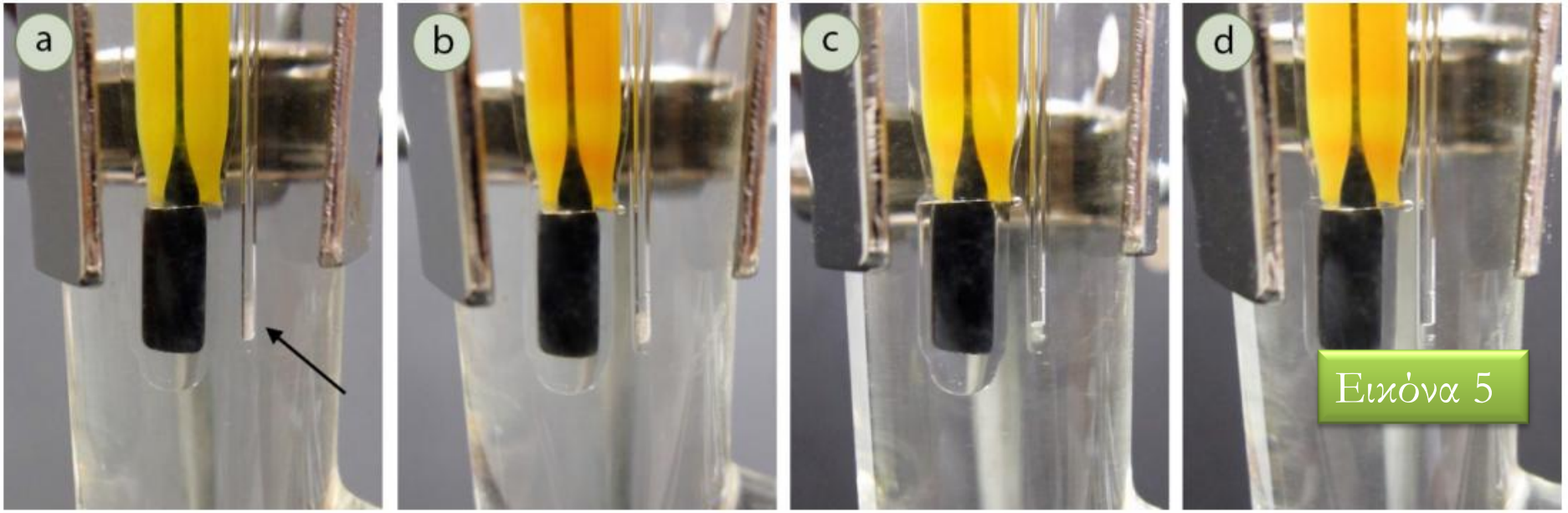
1. Πειραματικό μέρος, σημείο τήξης

Με προσεκτική παρατήρηση ελέγχεται η τήξη του στερεού που βρίσκεται στον τριχοειδή σωλήνα η οποία εξελίσσεται όπως φαίνεται στην εικόνα 5 που ακολουθεί. Καταγράφεται ένα θερμοκρασιακό εύρος από την στιγμή της έναρξης της τήξης μέχρι την πλήρη μετατροπή του στερεού σε υγρό.

Μερικές φορές πριν από την τήξη συμβαίνουν μικρές αλλαγές στην κρυσταλλική δομή του δείγματος, όπως συρρίκνωση και «κάθισμα» όμως αυτό δεν πρέπει να ληφθεί ως έναρξη της τήξης.

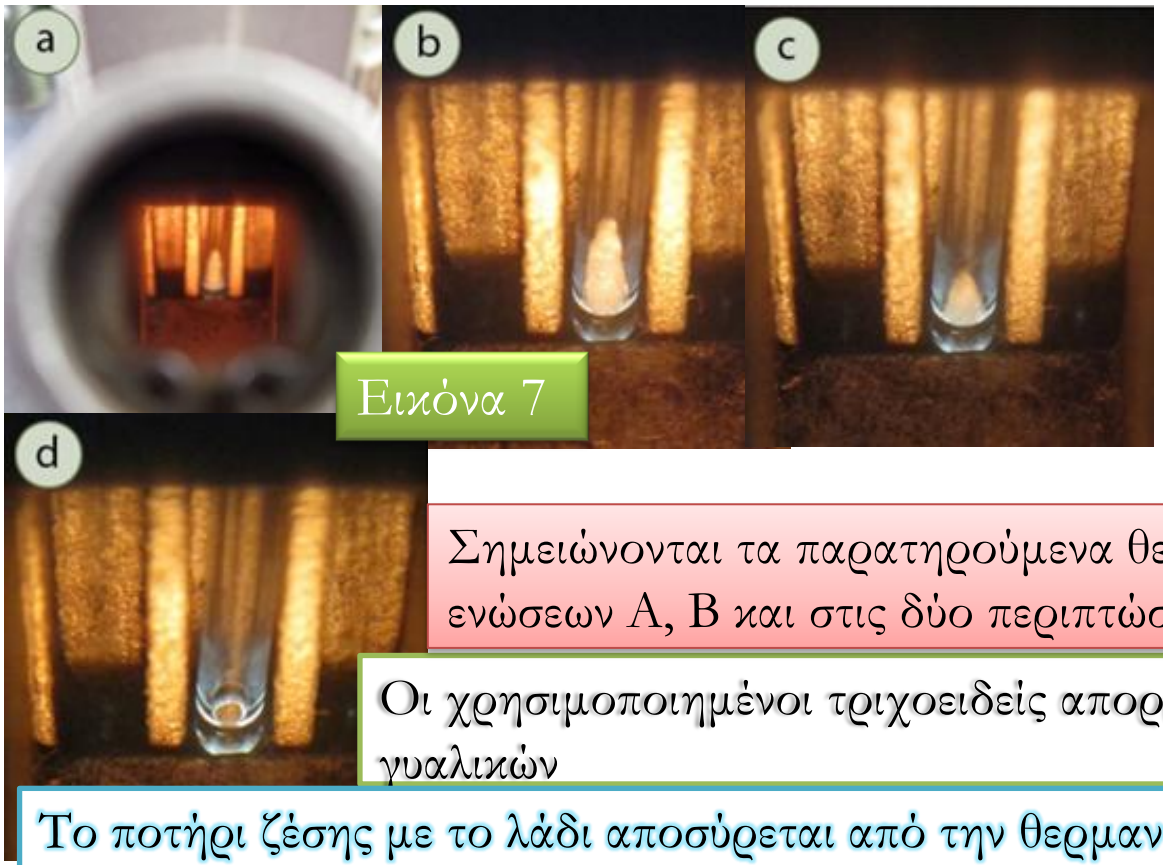
Η θερμοκρασία στο κάτω άκρο του εύρους τήξης πρέπει να αντιστοιχεί στην **πρώτη εμφάνιση υγρού** μέσα στο δείγμα.

Αν οι κρύσταλλοι απλώς αλλάζουν όψη αλλά δεν παρατηρείται ακόμη πραγματικό υγρό, **ΔΕΝ** πρέπει να το καταγραφεί η θερμοκρασία.



1. Πειραματικό μέρος, σημείο τήξης

Στην συνέχεια εκτελείται μία ακόμα μέτρηση με τον 2ο τριχοειδή σωλήνα που περιέχει το βενζοικό οξύ στην ηλεκτρική συσκευή προσδιορισμού σημείου τήξεως (εικ. 6). Παρατηρείται και καταγράφεται και εδώ το θερμοκρασιακό εύρος τήξης με τον ίδιο τρόπο όπως περιγράφεται και στην προηγούμενη διαφάνεια (εικ. 7)



Εικόνα 7



Εικόνα 6

Σημειώνονται τα παρατηρούμενα θερμοκρασιακά εύρη τήξης των ενώσεων Α, Β και στις δύο περιπτώσεις.

Οι χρησιμοποιημένοι τριχοειδείς απορρίπτονται στο κουτί των σπασμένων γυαλικών

Το ποτήρι ζέσης με το λάδι αποσύρεται από την θερμαντική πλάκα, ώστε να κρυώσει και να μπορέσει να χρησιμοποιηθεί στην απόσταξη με την μικρομέθοδο

1. Πειραματικό μέρος, σημείο τήξης

Πρακτικές συμβουλές για την σωστή μέτρηση του σημείου τήξεως

1 Αν ο ρυθμός αύξησης της θερμοκρασίας είναι πολύ γρήγορος το θερμοκρασιακό εύρος τήξης θα αυξηθεί σημαντικά στο άνω σημείο του. Αυτό συμβαίνει γιατί η θερμοκρασία ανεβαίνει αρκετά πάνω από το προβλεπόμενο σημείο τήξης πριν υγροποιηθεί στο σύνολο του το δείγμα. Γι αυτό ο ρυθμός θέρμανσης διατηρείται στους 2–4 °C ανά λεπτό μέχρι να λιώσει το δείγμα.

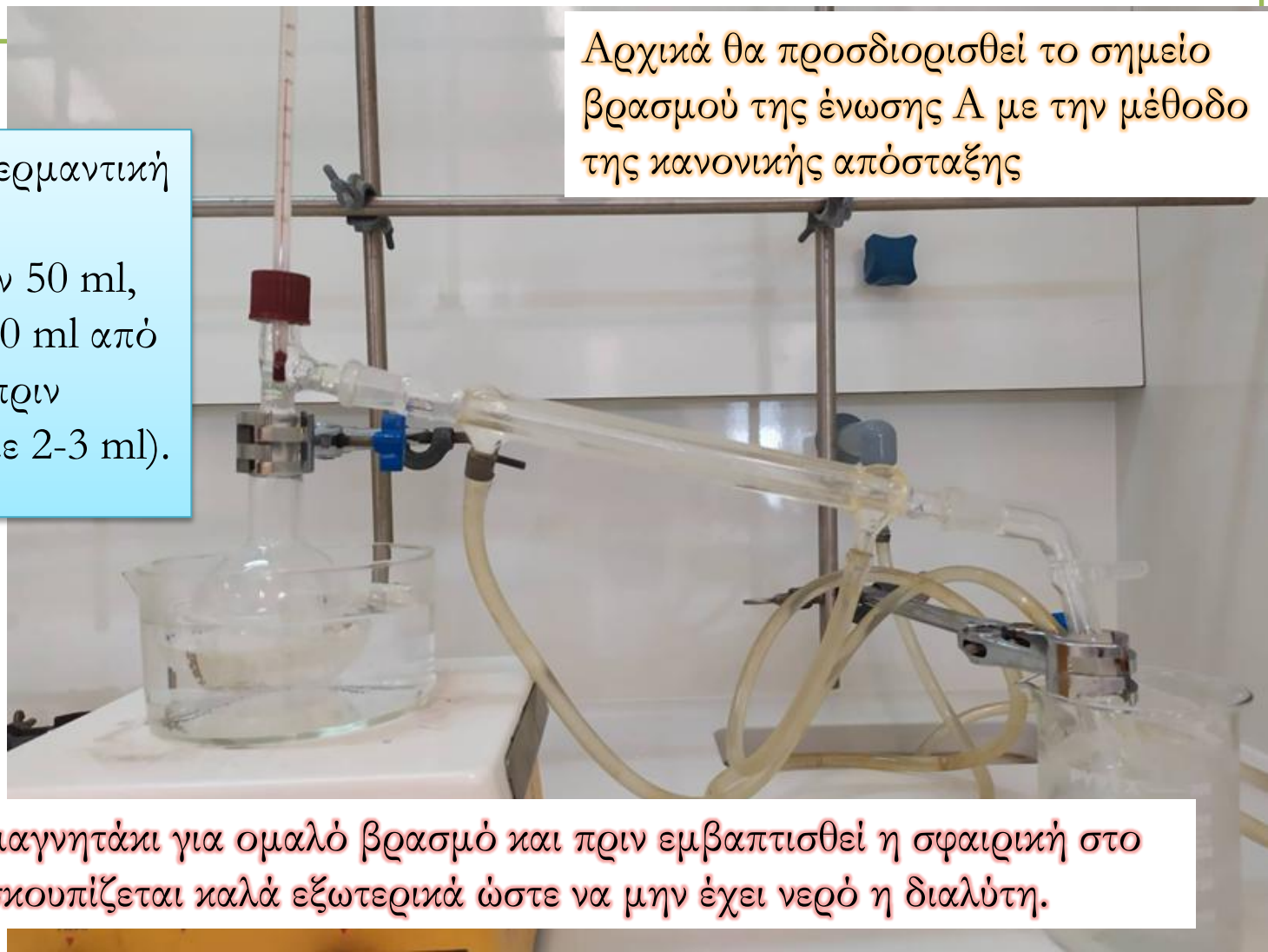
2: Τα προβλήματα μεταφοράς θερμότητας ελαχιστοποιούνται αν το δείγμα είναι λειοτριβημένο. Αν τα σωματίδια είναι πολύ χονδρόκοκκα, δεν συμπιέζονται καλά, με αποτέλεσμα να δημιουργούνται θύλακες αέρα που επιβραδύνουν τη μεταφορά θερμότητας. Επειδή το θερμόμετρο συνεχίζει να ανεβαίνει ενώ το δείγμα λιώνει αρκετά αργά, το άνω άκρο του εύρους του σημείου τήξεως θα παρατηρηθεί υψηλό.
Παρόμοια συμπεριφορά έχουμε και στο κακό πακετάρισμα

3: Η φόρτωση υπερβολικής ποσότητας δείγματος δυσκολεύει τη θέρμανση και την τήξη του εσωτερικού του. Επειδή το θερμόμετρο συνεχίζει να ανεβαίνει ενώ το δείγμα λιώνει αρκετά αργά, το άνω άκρο του εύρους του σημείου τήξεως θα παρατηρηθεί επίσης υψηλό.

2. Πειραματικό μέρος, σημείο βρασμού

Για το σημείο βρασμού θα χρησιμοποιήσουμε επίσης 2 τεχνικές:
1. Κανονική απόσταξη, 2. Απόσταξη με μικρομέθοδο (μέθοδος Siwolobof)
Στην 1η περίπτωση θα χρησιμοποιηθεί ο διαλύτης Α (προπανόλη-1) και στην 2η ο διαλύτης Β (προπανόλη-2)

Θα χρησιμοποιηθεί θερμαντική πλάκα, ελαιόλουτρο.
Σε σφαιρική φιάλη των 50 ml, θα μεταφερθούν 25-30 ml από τον διαλύτη Α (αφού πριν εκπλυθεί η σφαιρική με 2-3 ml).



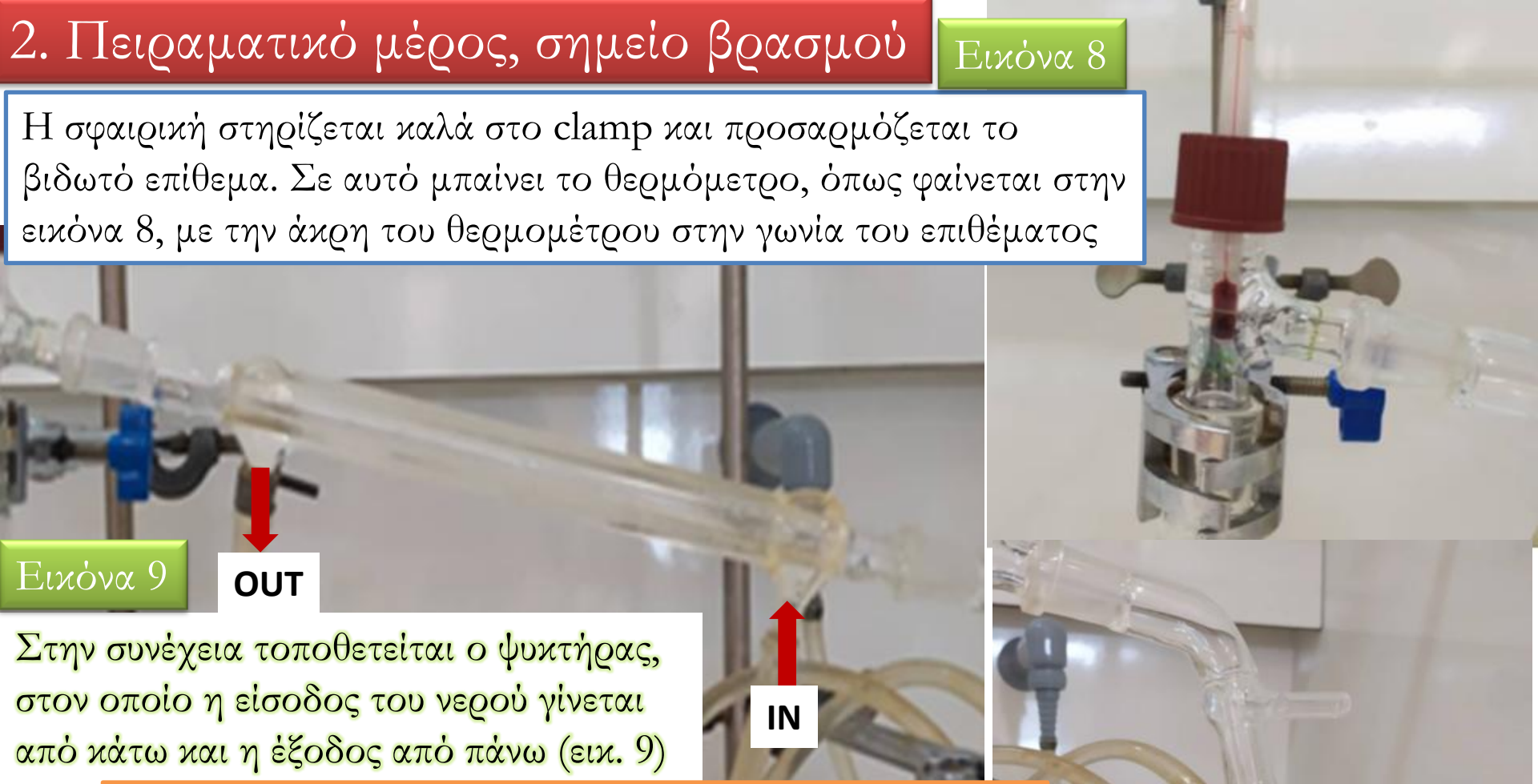
Αρχικά θα προσδιορισθεί το σημείο βρασμού της ένωσης Α με την μέθοδο της κανονικής απόσταξης

Τοποθετείται μαγνητάκι για ομαλό βρασμό και πριν εμβαπτισθεί η σφαιρική στο ελαιόλουτρο, σκουπίζεται καλά εξωτερικά ώστε να μην έχει νερό η διαλύτη.

2. Πειραματικό μέρος, σημείο βρασμού

Εικόνα 8

Η σφαιρική στηρίζεται καλά στο clamp και προσαρμόζεται το βιδωτό επίθεμα. Σε αυτό μπαίνει το θερμόμετρο, όπως φαίνεται στην εικόνα 8, με την άκρη του θερμομέτρου στην γωνία του επιθέματος



Εικόνα 9

Στην συνέχεια τοποθετείται ο ψυκτήρας, στον οποίο η είσοδος του νερού γίνεται από κάτω και η έξοδος από πάνω (εικ. 9)

Τέλος στην άκρη του ψυκτήρα προστίθεται το ράμφος απόσταξης (εικ. 10) στο οποίο συνδέουμε μια σφαιρική φιάλη των 50 ml, η οποία βυθίζεται σε παγόλουτρο

Εικόνα 10

Καταγράφεται η θερμοκρασία όταν παρατηρείται συνεχή ροή αποστάγματος και έχει σταθεροποιηθεί η ένδειξη στο θερμόμετρο.

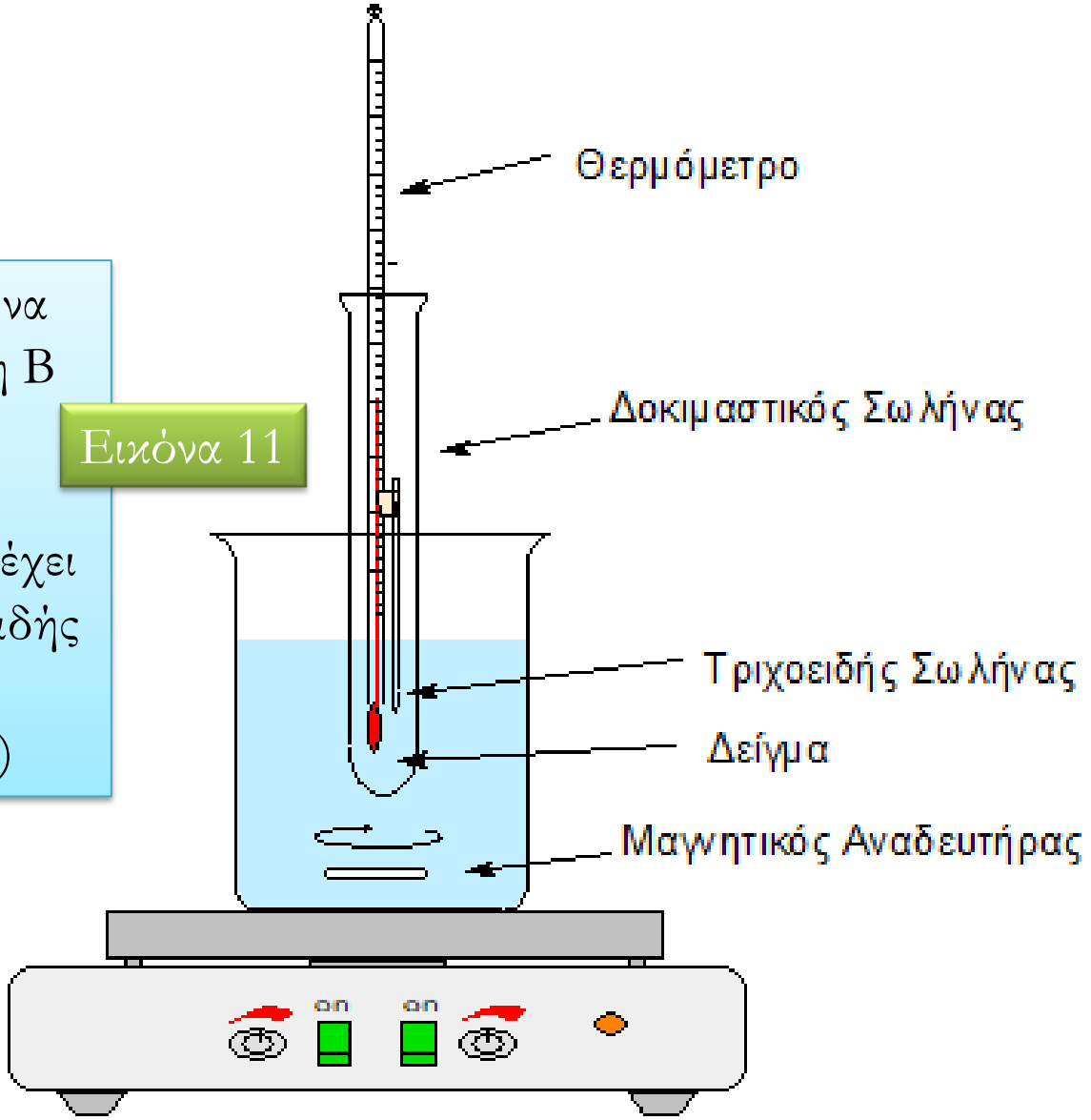
Στο τέλος μεταφέρονται όλα στο ποτήρι Α στον απαγωγό 7

2. Πειραματικό μέρος, σημείο βρασμού

Στην συνέχεια προχωράμε στην απόσταξη με την μικρομέθοδο

Σε ένα μεγάλο δοκιμαστικό σωλήνα που έχει ξεπλυθεί με 2 ml διαλύτη Β προστίθενται 5-6 ml διαλύτη Β. Μέσα στον δοκιμαστικό σωλήνα βυθίζεται θερμόμετρο στο οποίο έχει πιαστεί με μικρό ελαστικό τριχοειδής σωλήνας με το κλειστό μέρος του προς την πάνω πλευρά (εικόνα 11)

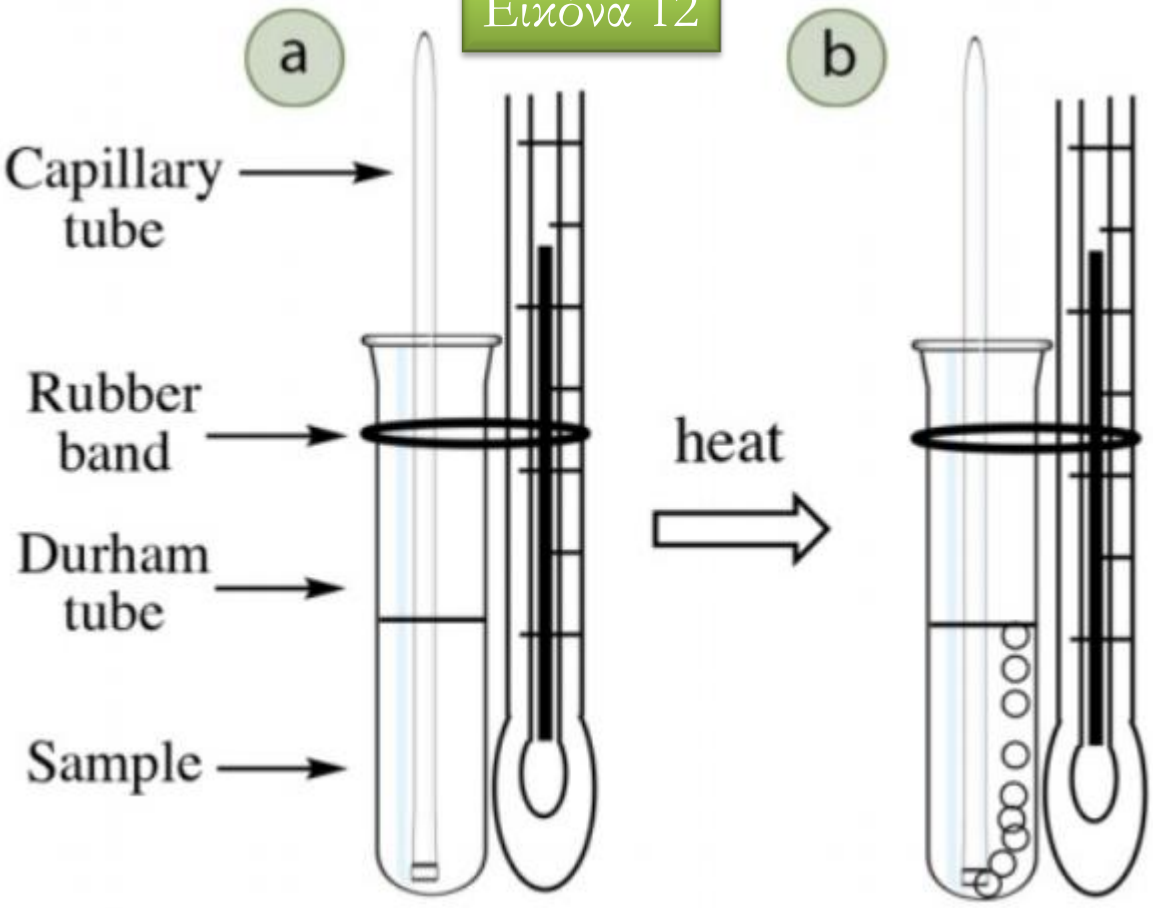
Εικόνα 11



2. Πειραματικό μέρος, σημείο βρασμού

Με την αύξηση της θερμοκρασίας ο αέρας που είναι εγκλωβισμένος στον τριχοειδή απομακρύνεται και έτσι παρατηρείται αρχικά έξοδος φυσαλίδων και ατμοί από το υγρό εισέρχονται στον τριχοειδή

Εικόνα 12

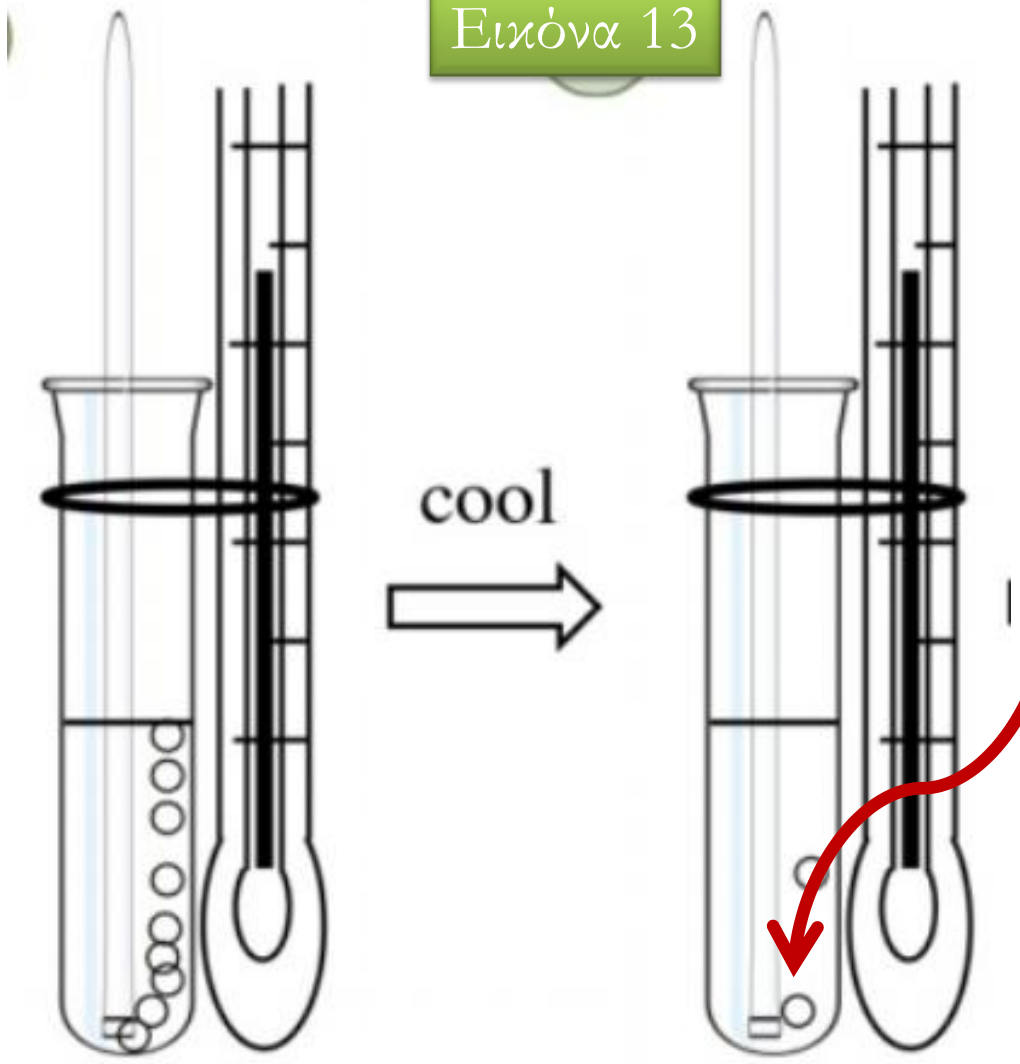


Όταν η Τ φθάσει το σημείο βρασμού η πίεση των ατμών μέσα στον τριχοειδή είναι ίση με την ατμοσφαιρική πίεση.

Μόλις όμως η Τ γίνει μεγαλύτερη από το σημείο βρασμού, τότε οι ατμοί αρχίζουν να εξέρχονται με την μορφή διαδοχικών φυσαλίδων (εικ. 12)

2. Πειραματικό μέρος, σημείο βρασμού

Εικόνα 13



Την στιγμή που εξέρχονται με μεγάλη ταχύτητα οι φυσαλίδες αποσύρουμε τον δοκιμαστικό από το ελαιόλουτρο και προσέχουμε μόλις βγει η τελευταία φυσαλίδα (εικ. 13) σημειώνουμε την Τ που καταγράφει το θερμόμετρο ως το σημείο βρασμού

Τέλος θεωρώντας ότι η θερμοκρασία στον χώρο του εργαστηρίου είναι 740 mmHg να γίνει διόρθωση με βάση την σχέση: $\Delta t=0,00012(760-P)(t+273)$

3. Θεωρητικό υπόβαθρο

Σημείο Τήξεως

Κάθε οργανική ένωση έχει ένα συγκεκριμένο σημείο τήξεως που αποτελεί και μέσο ταυτοποίησης της

Είναι η θερμοκρασία στην οποία έχουμε μετάβαση από την στερεή στην υγρή φάση σε πίεση μια ατμόσφαιρα

Για τον ακριβή προσδιορισμό του σημείου τήξης θα πρέπει η στερεή ένωση να είναι απόλυτα καθαρή (εμφάνιση μικρού εύρους στο σημείο τήξης αποτελεί ένδειξη για την καθαρότητα της ουσίας)

Επίσης πρέπει κατά την μέτρηση η ταχύτητα ανόδου της θερμοκρασίας να είναι σχετικά αργή (3 °C ανά λεπτό)

Πηγές λαθών κατά την μέτρηση του σ. τήξης:

1. Θερμόμετρο χαμηλής ευαισθησίας ή μη ακριβές
2. Γρήγορη αύξηση της θερμοκρασίας
3. Όχι αρκετά καθαρό δείγμα
4. Αποκλίσεις από συσκευή σε συσκευή
5. Διάμετρος τριχοειδούς σωλήνα

3. Θεωρητικό υπόβαθρο

Σημείο Τήξεως

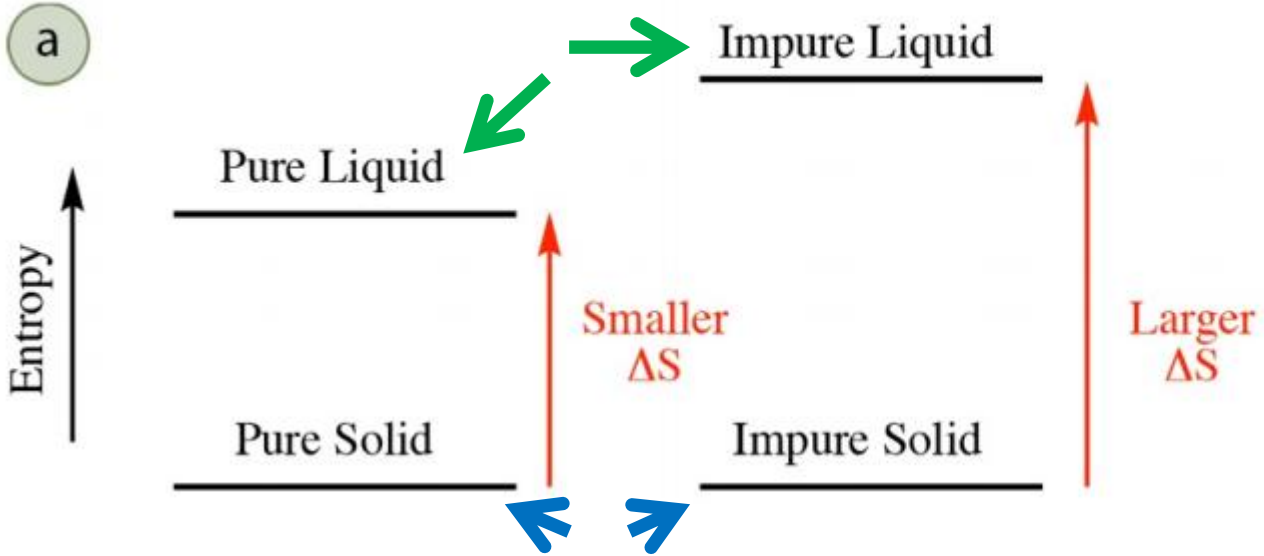
Όταν υπάρχουν προσμίξεις στην ουσία που μετρείται τότε το σημείο τήξης που παρατηρείται είναι **χαμηλότερο** και παρουσιάζει ένα εύρος

Η διαφορά στην μεταβολή της εντροπίας → μείωση του σημείου τήξης

Στα στερεά οι κινήσεις των μορίων είναι πολύ περιορισμένες με αποτέλεσμα να υπάρχει μικρή διαφορά στην εντροπία ανάμεσα σε ένα καθαρό και ένα μη-καθαρό στερεό

Όμως συγκρίνοντας τα υγρά που προκύπτουν από την τήξη έχουν αρκετά μεγαλύτερη διαφορά εντροπίας. Η τήξη δλδ ενός μη-καθαρού στερεού οδηγεί σε μεγαλύτερη μεταβολή εντροπίας

a



b

$$\Delta G^\circ = \Delta H^\circ - T\Delta S^\circ$$

$$0 = \Delta H^\circ - T\Delta S^\circ$$

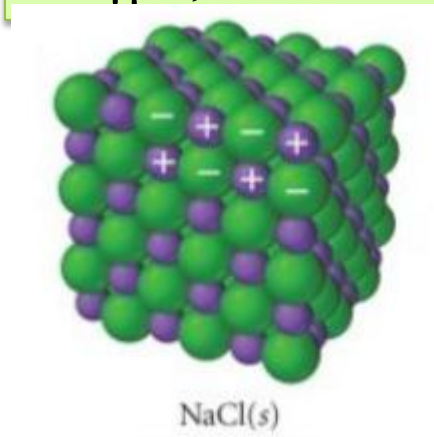
$$T_{melting} = \frac{\Delta H^\circ}{\Delta S^\circ}$$

3. Θεωρητικό υπόβαθρο

Ως **στερεό** ορίζεται **υλικό που αποτελείται από δομικές μονάδες οι οποίες έλκονται μεταξύ τους αρκετά ισχυρά ώστε να δίνουν μια σταθερή και άκαμπτη μορφή** και μπορούν να ταξινομηθούν με βάση το είδος των δυνάμεων που συγκρατούν αυτές τις δομικές μονάδες

Μοριακό στερεό: Άτομα ή μόρια που συγκρατούνται από διαμοριακές δυνάμεις, Πχ Ne -248,6 H_2S -85,5 $CHCl_3$ -63,5 H_2O 0 CH_3COOH 16,6

Ιοντικό στερεό: Ιόντα που συγκρατούνται από την ηλεκτρική έλξη αντίθετων φορτίων σε ένα κρυσταλλικό πλέγμα, δλδ ιοντικός δεσμός



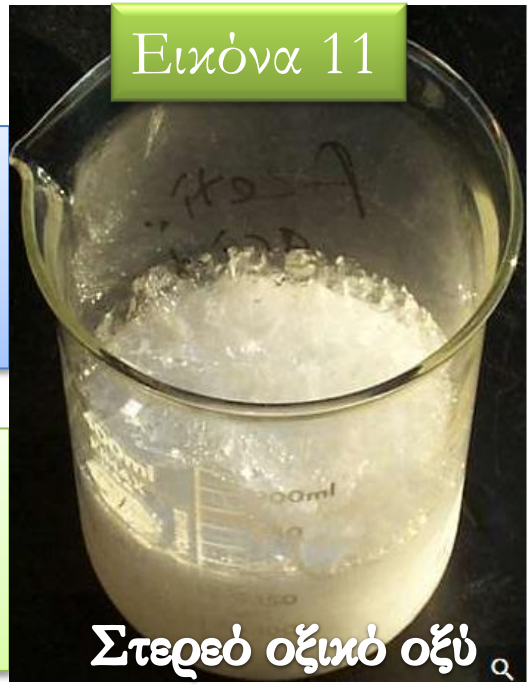
Πολύ ισχυρή έλξη ➔ υψηλά σημεία τήξης

Παράγοντες που επιδρούν

i) φορτίου ιόντος και ii) ιοντική ακτίνα

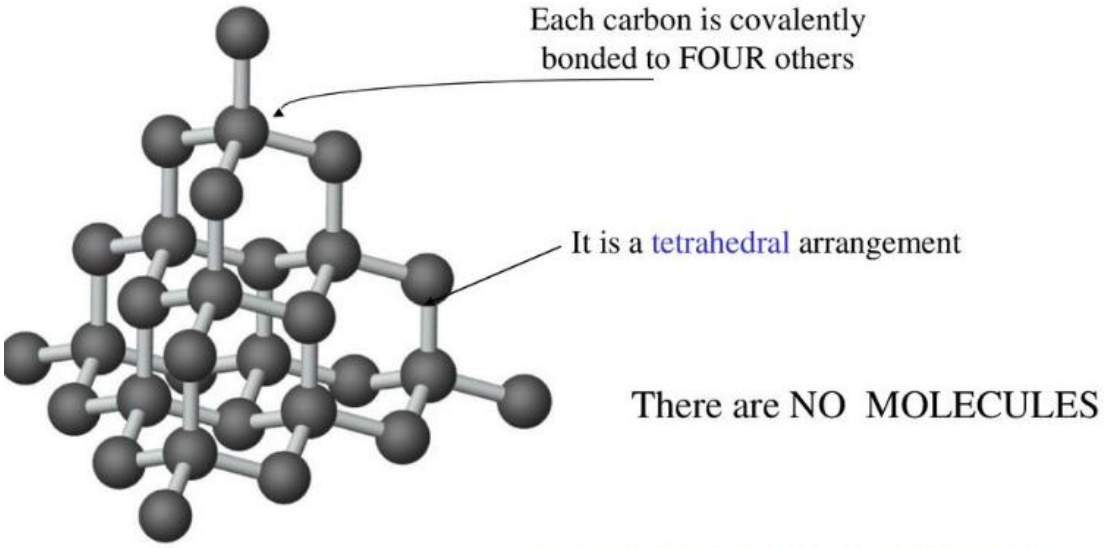
Πχ NaCl 801, MgO 2852

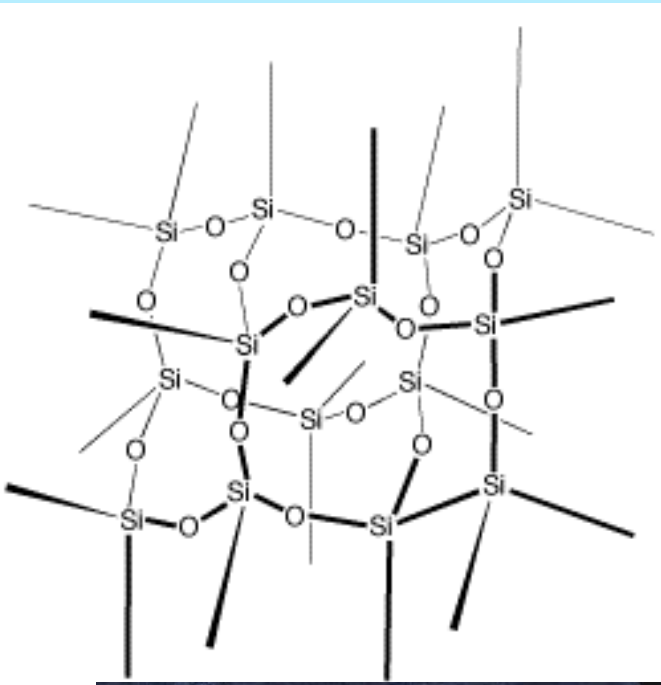
Εικόνα 11



3. Θεωρητικό υπόβαθρο

Στερεό ομοιοπολικού πλέγματος, πχ διαμάντι γραφίτης. Εδώ υπάρχει πολύ ισχυρή έλξη (χημικός δεσμός) με αποτέλεσμα να εμφανίζονται υψηλά σημεία τήξης, πχ χαλαζίας SiO2 1710, διαμάντι 4027





Μεταλλικό στερεό: Θετικά ιόντα μέσα σε μια «θάλασσα» ηλεκτρονίων ➔ μεταλλικός δεσμός

Fe, 1538 Cu 1085



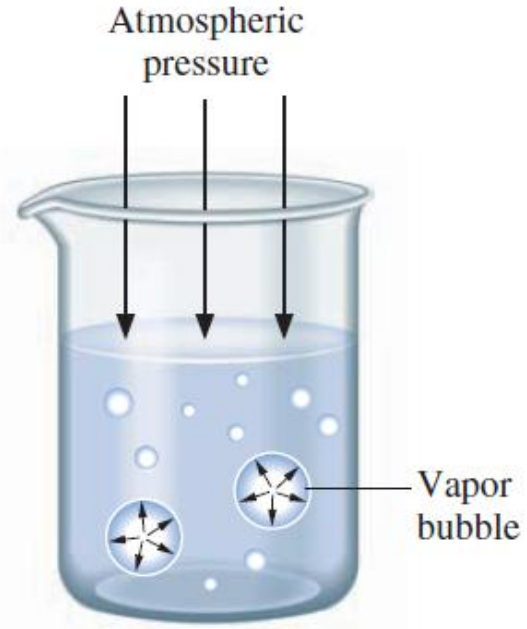
3. Θεωρητικό υπόβαθρο

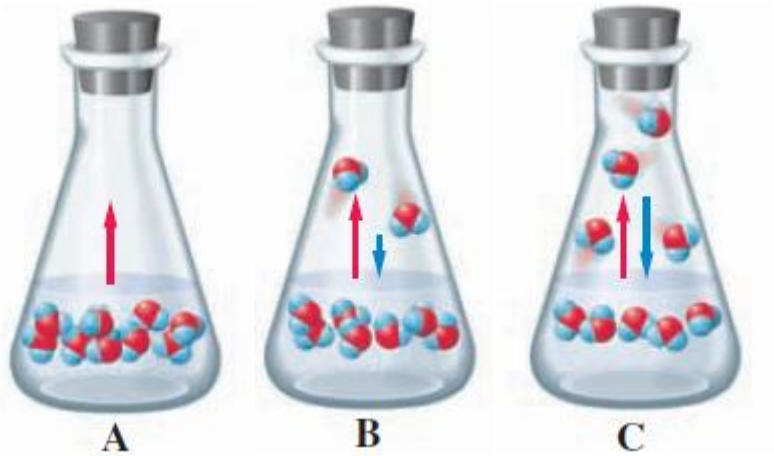
Σημείο ζέσεως: η θερμοκρασία στην οποία η τάση ατμών ενός υγρού γίνεται ίση με την εξωτερικά ασκούμενη πίεση στο υγρό.

Φυσαλίδες σε όλη την μάζα του υγρού ➔ Βρασμός

Κατά τον βρασμό Τ=σταθερή

Στην περίπτωση του βρασμού του H_2O έχουμε
ΔΗ=40,7 kJ/mol λανθάνουσα θερμότητα εξαέρωσης





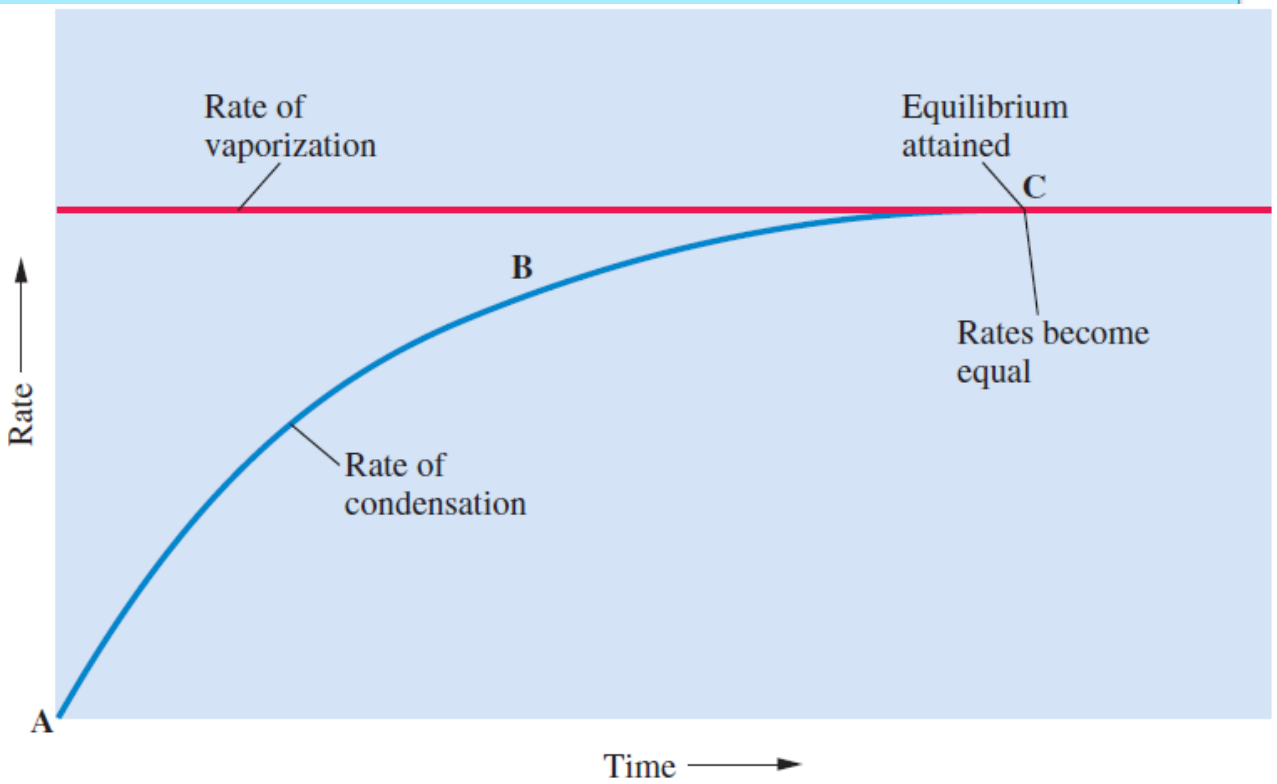
Τάση ατμών είναι η πίεση που ασκούν οι κορεσμένοι ατμοί ενός υγρού

Αρχικά Υεξατ>Υυγρ ➔ Υεξατ=Υυγρ Δυναμική ισορροπία

3. Θεωρητικό υπόβαθρο

$U_{εξατ}$=σταθερή=K_1,
εξαρτάται από την φύση των διαμοριακών δυνάμεων του υγρού και την θερμοκρασία

$U_{υγρ} = K_2[H_2O]_{(g)}$



Στην ισορροπία

$U_{εξατ} = U_{υγρ}$ ➔ $K_1 = K_2[H_2O]_{(g)}$ ➔ $K_1/K_2 = [H_2O]_{(g)} = Kc$

$K_p = P_{H20} = [H_2O]_{(g)}RT = K_1/K_2RT$= σταθερή = P^o τάση ατμών

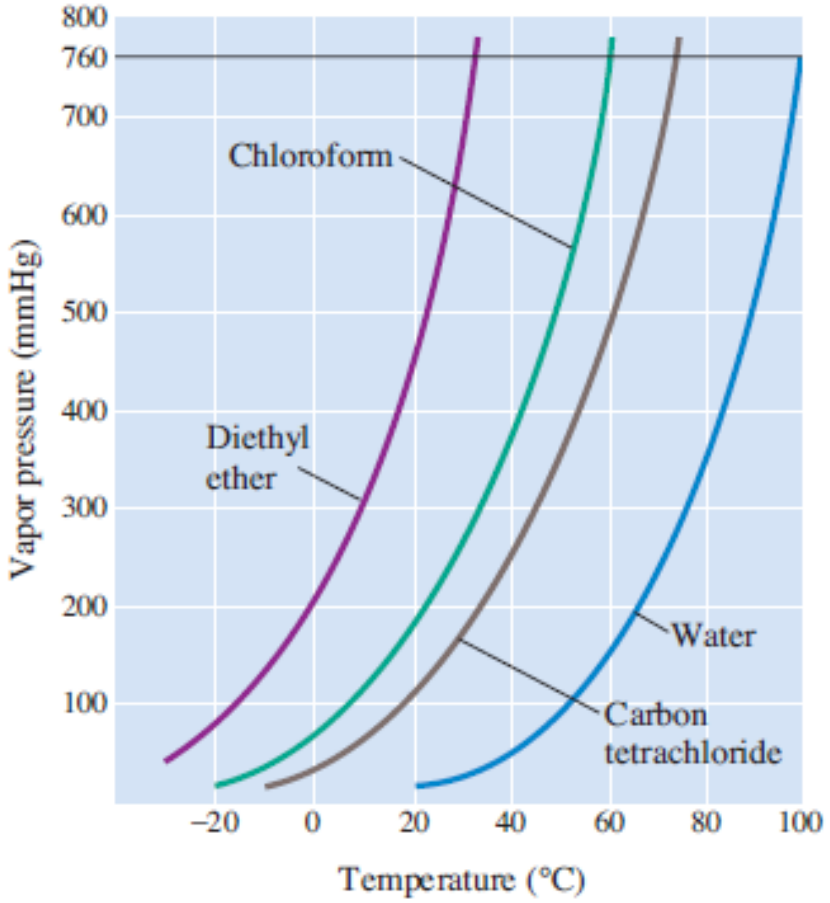
3. Θεωρητικό υπόβαθρο

Για την εύρεση της τάσης ατμών σε διαφορετική θερμοκρασία χρησιμοποιούμε την εξίσωση

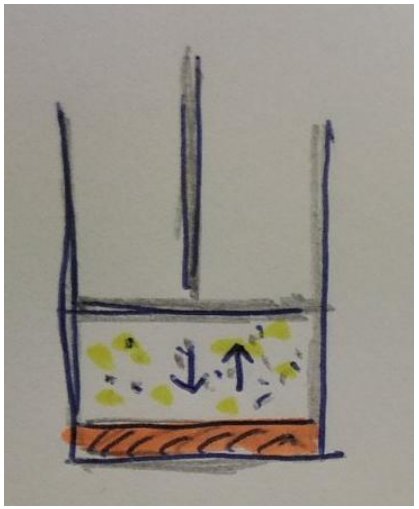
Clausius–Clapeyron equation

$$\ln\frac{P_2}{P_1} = \frac{\Delta H_{vap}^{\circ}}{R}\left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}\right)$$

Για την εύρεση της πίεσης των ατμών χρησιμοποιείται και η καταστατική εξίσωση PV=nRT, όπου n είναι τα moles στην αέρια φάση

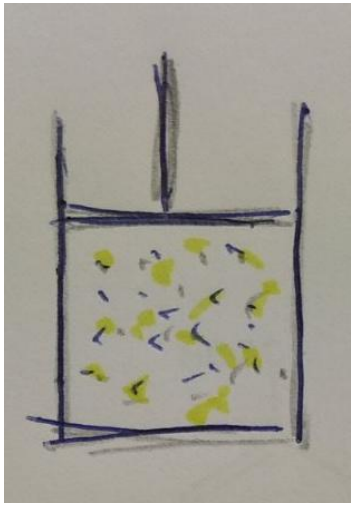


3. Θεωρητικό υπόβαθρο



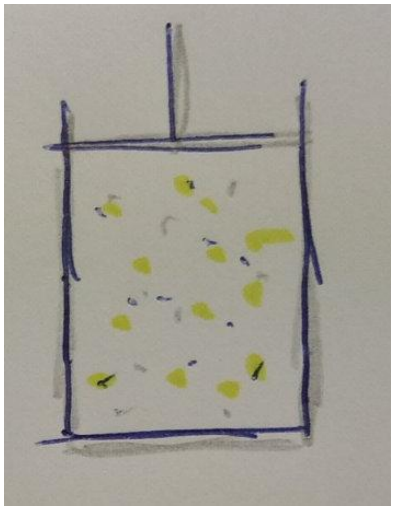
V_1, $P=P^o_{H2O}$

Κορεσμένος ατμός



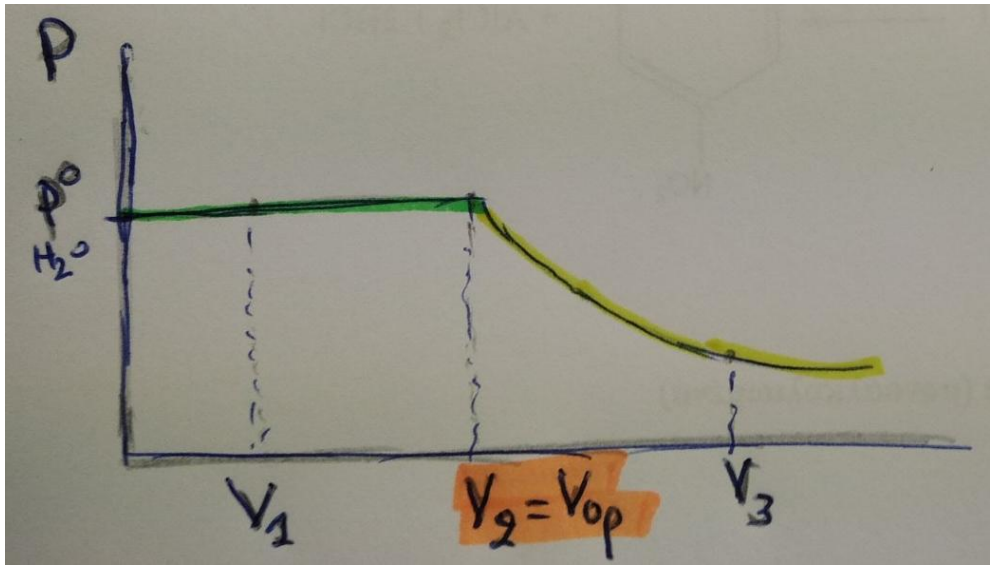
$V_2=V_{op}$, $P=P^o_{H2O}$

Κορεσμένος ατμός



V_3, $P<P^o_{H2O}$

Ακόρεστος ατμός



$P=nRT/V$

4. Λυμένα παραδείγματα

Σε κλειστό δοχείο έχει αποκατασταθεί ισορροπία μεταξύ νερού-υδρατμών. Ποια μεταβολή θα παρουσιάσουν η πίεση στο δοχείο και η ποσότητα των υδρατμών με τις παρακάτω αλλαγές



Α. Προσθήκη μικρής ποσότητα υγρού νερού (Τ=σταθ)

Β. Προσθήκη υδρατμών (Τ=σταθ)

Γ. Αύξηση της θερμοκρασίας (V=σταθ)

Δ. Ελάττωση του όγκου (Τ=σταθ)

Ε. Αύξηση του όγκου (Τ=σταθ)

4. Λυμένα παραδείγματα

Σε κενό δοχείο 10 λίτρων βάζουμε 3 γρ H_2O σε Θ°C. Παρατηρούμε ότι εξατμίζονται 1 γρ και επέρχεται ισορροπία.
Αν σε ένα άλλο δοχείο πάλι 10 λίτρων και στην ίδια Θ βάλουμε 6 γρ H_2O, πόσο θα μείνει στην υγρή φάση



	KF	MgO	NaI	MgS
Z+	1	2	1	2
Z-	1	2	1	2
r pm	269	205	311	249

Σημεία τήξης 2800, 2000, 860, 660

4. Λυμένα παραδείγματα

Σε κενό δοχείο όγκου 24,6 λίτρων εισάγονται 2,5 ml αιθανόλης. Αν η θ=27oC να υπολογιστούν

1. Η μάζα της αιθανόλης που θα μείνει στην υγρή φάση
2. Η πίεση στο δοχείο

P^o=76 mmHg, d=0,8 g/ml



1. Θεωρητικά

$P^oV=nRT$ ➔ n=0,1 mol ➔ m=0,1*46=4,6 gr

Εμείς έχουμε d=m/V ➔ m=2 gr

Άρα ακόρεστο δλδ εξατμίζεται όλο

2. PV=nRT ➔

P=nRT/V=0,044*0,082*300/24,6=0,044 Atm

ή 0,044*760=33,44 mmHg

n=m/Mr ➔ n=2/46=0,044

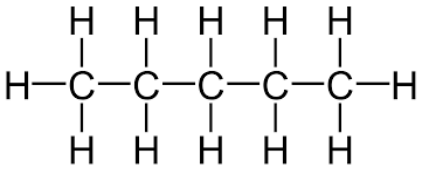
4. Λυμένα παραδείγματα

Ποια ένωση έχει μεγαλύτερο σημείο βρασμού και γιατί;

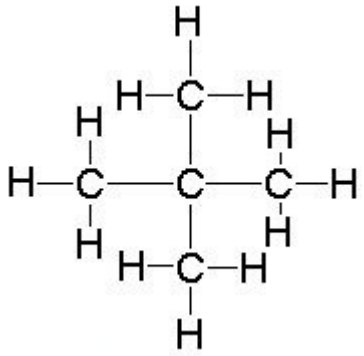
CH_4 vs CH_3Cl ⟶ -161,5 vs -24,2

CCl_4 vs CI_4 ⟶ 76,7 vs 329,2

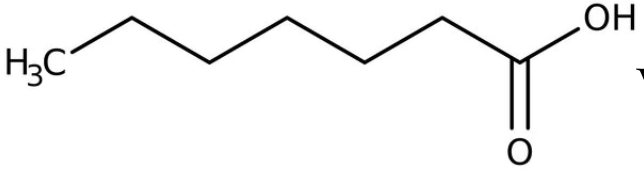
CH_3OCH_3 vs CH_3CH_2OH ⟶ -24 vs 78,4



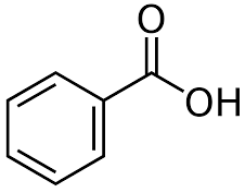
vs



⟶ 36,1 vs 9,5



vs



⟶ 223 vs 250



Ασκήσεις αναφοράς

Άσκηση 1

Η α-D-γλυκόζη έχει σημείο τήξεως 146 ^{o}C η β-D-γλυκόζη 150-158 ^{o}C και η μόνο-υδρική γλυκόζη 86 ^{o}C.

Τεκμηριώστε τις παρατηρούμενες διαφορές στα σημεία τήξεως.

Άσκηση 2

Η 1,2-βουτανοδιόλη ή η 1,4-βουτανοδιόλη έχει μεγαλύτερο κανονικό σημείο βρασμού και γιατί;