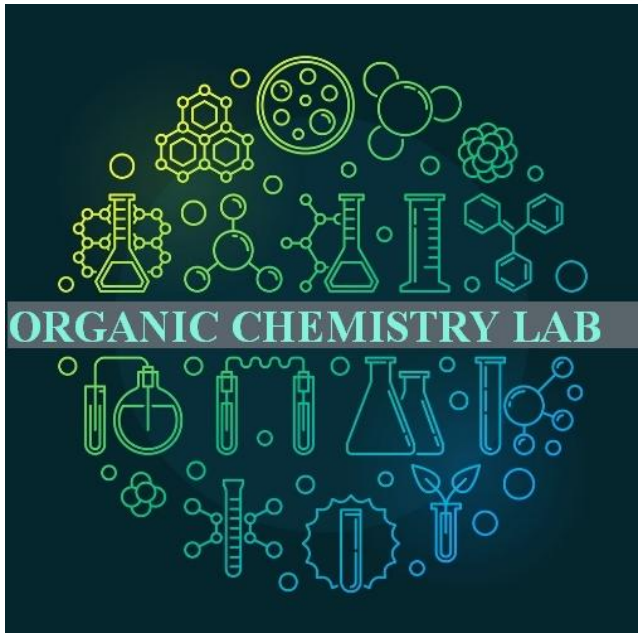
Εργαστήριο Οργανικής Χημείας Ι



Εργαστηριακή άσκηση 3

Απόσταξη, προσδιορισμός αλκοόλης στο κρασί

Τμήμα Χημείας Πανεπιστήμιο Κρήτης
Χειμερινό εξάμηνο 2026-2027

Δομή της παρουσίασης

1. Πειραματικό μέρος,

2. Θεωρητικό υπόβαθρο

4. Λυμένα παραδείγματα

5. Ασκήσεις για αναφορά

1. Πειραματικό μέρος

Σε σφαιρική φιάλη των 100ml (με μαγνητάκι) προστίθενται :

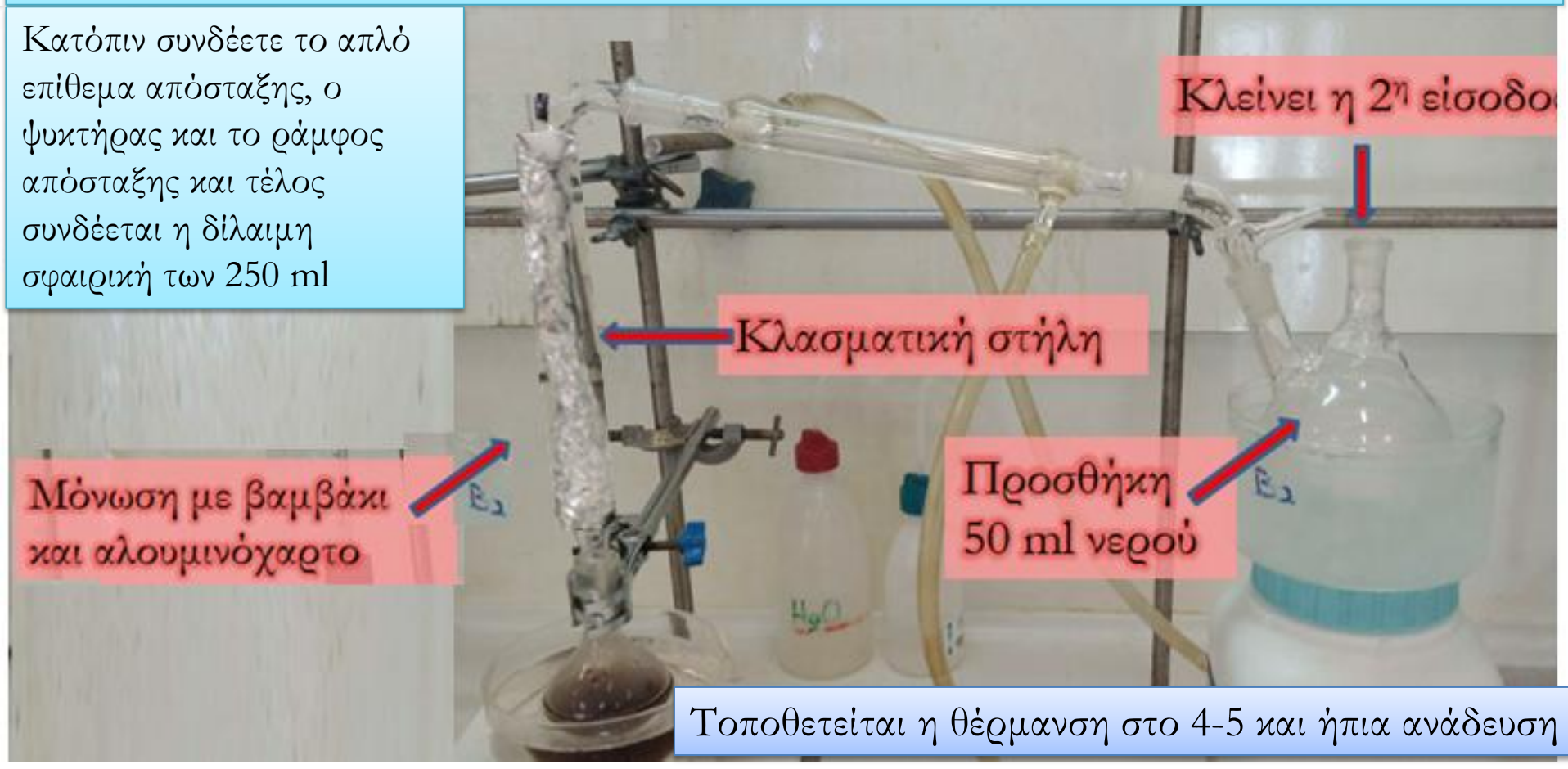
50ml «τεχνητό» κρασί με την βοήθεια του ογκομετρικού κυλίνδρου των 50ml
10ml NaOH 10%w/v (εκπλένοντας πρώτα τον κύλινδρο)
2 x 10ml H_2O (εκπλένοντας πάλι κάθε φορά τον κύλινδρο)

Οι εκπλύσεις γίνονται για να υπάρξει ποσοτική μεταφορά της αιθανόλης

Στην συνέχεια στήνεται η συσκευή απόσταξης ως εξής:

Σε θερμαντική πλάκα τοποθετούμε ελαιόλουτρο μέσα στο οποίο βυθίζεται η σφαιρική φιάλη των 100 ml (αφού σκουπισθεί επιμελώς εξωτερικά πριν).

Κατόπιν συνδέετε το απλό επίθεμα απόσταξης, ο ψυκτήρας και το ράμφος απόσταξης και τέλος συνδέεται η δίλαιμη σφαιρική των 250 ml



Τοποθετείται η θέρμανση στο 4-5 και ήπια ανάδευση

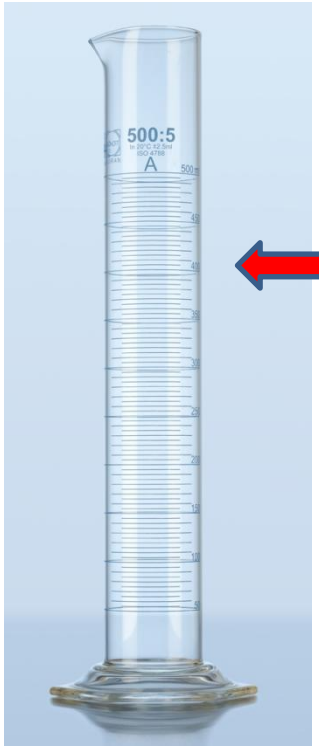
1. Πειραματικό μέρος



Αποστάζει σχεδόν το σύνολο του υγρού –με προσοχή να μην σπάσει η σφαιρική- και το απόσταγμα μεταφέρεται σε ογκομετρική των 250 ml. Ξεπλένεται η δίλαιμη 2-3 φορές με νερό (3-5 ml) μεταφέροντας τις εκπλύσεις στην ογκομετρική

Μέτρηση Αλκοολικών βαθμών

Το απόσταγμα ψύχεται ψύχεται εάν χρειαστεί και κατόπιν η ογκομετρική φιάλη συμπληρώνεται νερό μέχρι την χαραγή

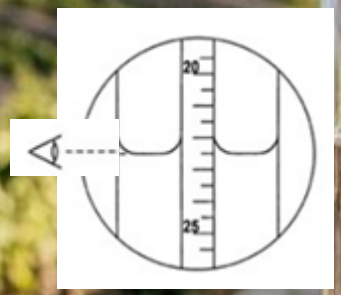


Το περιεχόμενο της ογκομετρικής μεταφέρεται σε ογκομετρικό κύλινδρο μέχρι τα 2/3 (αφού πρώτα ξεπλυθεί με μια μικρή ποσότητα). Η μεταφορά γίνεται με προσοχή ώστε να μην δημιουργηθούν πολλές φυσαλίδες

1. Πειραματικό μέρος

Το αλκοολόμετρο βυθίζεται στον σωλήνα που έχει μεταφερθεί το απόσταγμα και αφήνεται να ηρεμήσει επιπλέοντας στο υγρό

Για την μέτρηση χρησιμοποιείται αλκοολόμετρο το οποίο είναι ένα πυκνόμετρο που αποτελείται από το βαρίδι (1) και τον μετρητικό σωλήνα (2)



Αφού ισορροπήσει παρατηρούμε το σημείο που η επιφάνεια του υγρού τέμνει τον μετρητικό σωλήνα. Η τιμή που αναγράφεται αποτελεί τους αλκοολικούς βαθμούς στην θερμοκρασία που βρίσκεται το απόσταγμα.

Μετρείται και η θερμοκρασία για την διόρθωση των αλκοολικών βαθμών. Τέλος παραδίδονται σε ένα χαρτί με τα στοιχεία κάθε ομάδας οι μετρήσεις που καταγράφηκαν



2. Θεωρητικό μέρος

Στο προηγούμενο εργαστήριο μιλήσαμε για την τάση ατμών ενός διαλύτη, δλδ μιας ουσίας. Είδαμε πως εξαρτάται από την θερμοκρασία. Τι γίνεται όμως αν έχουμε μίγμα υγρών ουσιών;

Απόσταξη: Μέθοδος διαχωρισμού υγρών που διαφέρουν αρκετά τα σημεία ζέσεως τους

Α. Στην αέρια φάση ισχύει ο νόμος του Dalton:

Σε μίγμα αερίων ισχύει ότι $P_{ολ}=P_A + P_B$ όπου $P_{ολ}$ = συνολική τάση ατμών

Επίσης ισχύει ότι
$n_A'/n_A' + n_B' = P_A/P_{ολ} = x_A'$ το γραμ. κλάσμα στην αέρια φάση του Α και
$n_B'/n_A' + n_B' = P_B/P_{ολ} = x_B'$ το γραμ. κλάσμα στην αέρια φάση του Β

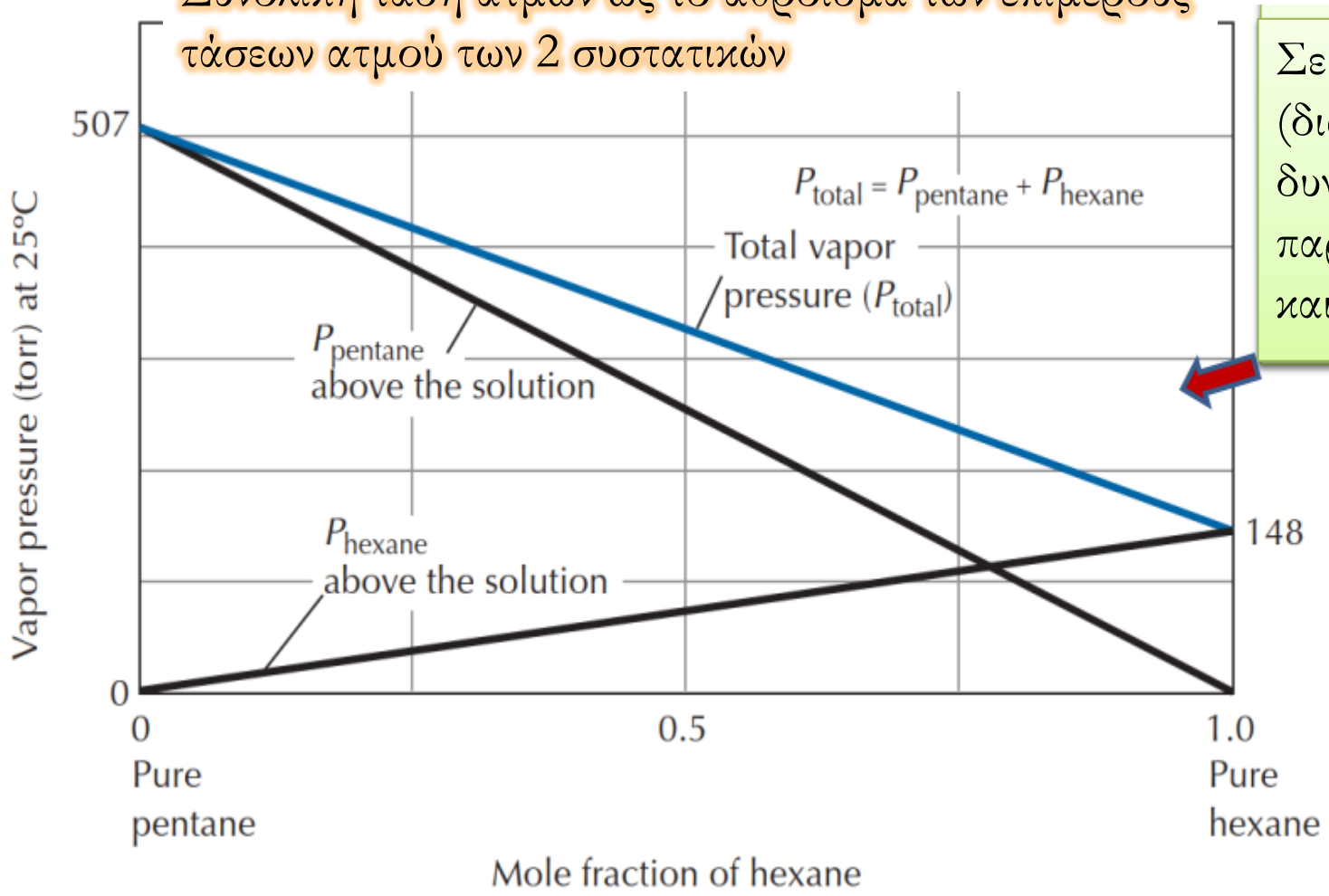
Β. Νόμος Raoult: Η μερική πίεση P_A ενός συστατικού Α (σε σταθερή θερμοκρασία) δίνεται από την σχέση $P_A =x_A P_A^o$ όπου x_A είναι το γραμ. κλάσμα της ουσίας Α και η P_A^o η τάση ατμών της σε αυτή την Θ.

2. Θεωρητικό μέρος

Έτσι αν έχουμε ένα μίγμα 2 συστατικών Α και Β ισχύουν τα παρακάτω:

$P_A = x_A P_A^o$, $P_B = x_B P_B^o$ και αν n_A και n_B είναι αντίστοιχα τα moles των Α και Β τότε θα ισχύουν $x_A = n_A/n_A + n_B$ και $x_B = n_B/n_A + n_B$ και φυσικά $x_A + x_B = 1$ Επίσης Ρολ= $P_A + P_B$

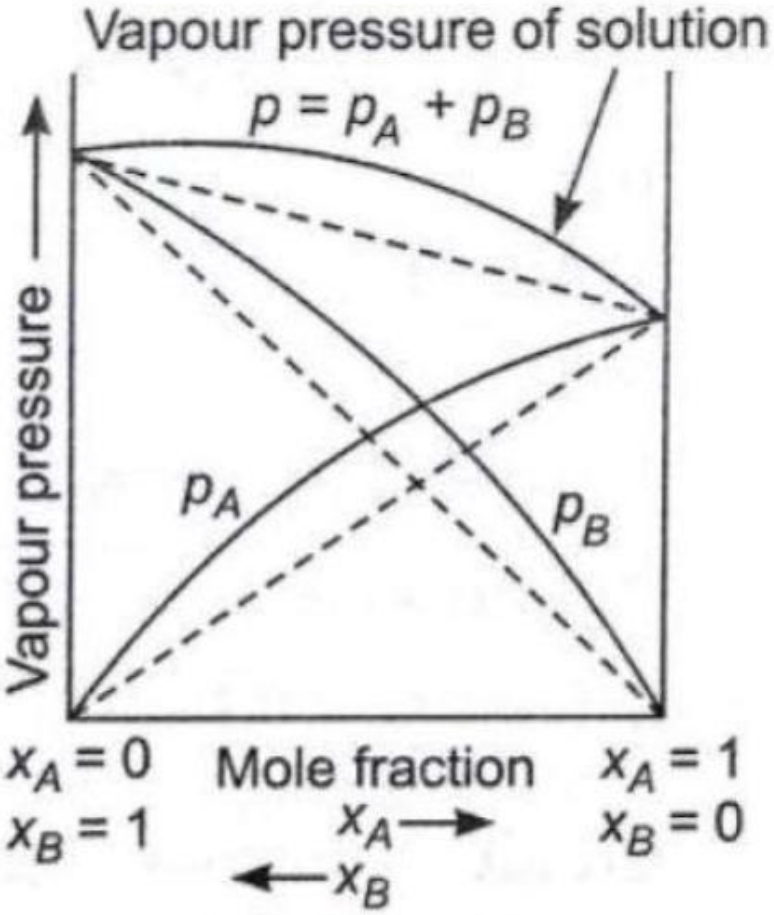
Συνολική τάση ατμών ως το άθροισμα των επιμέρους τάσεων ατμού των 2 συστατικών



Σε ιδανικό μίγμα (διαμοριακές δυνάμεις Α-Β, παρόμοιες με Α-Α και Β-Β

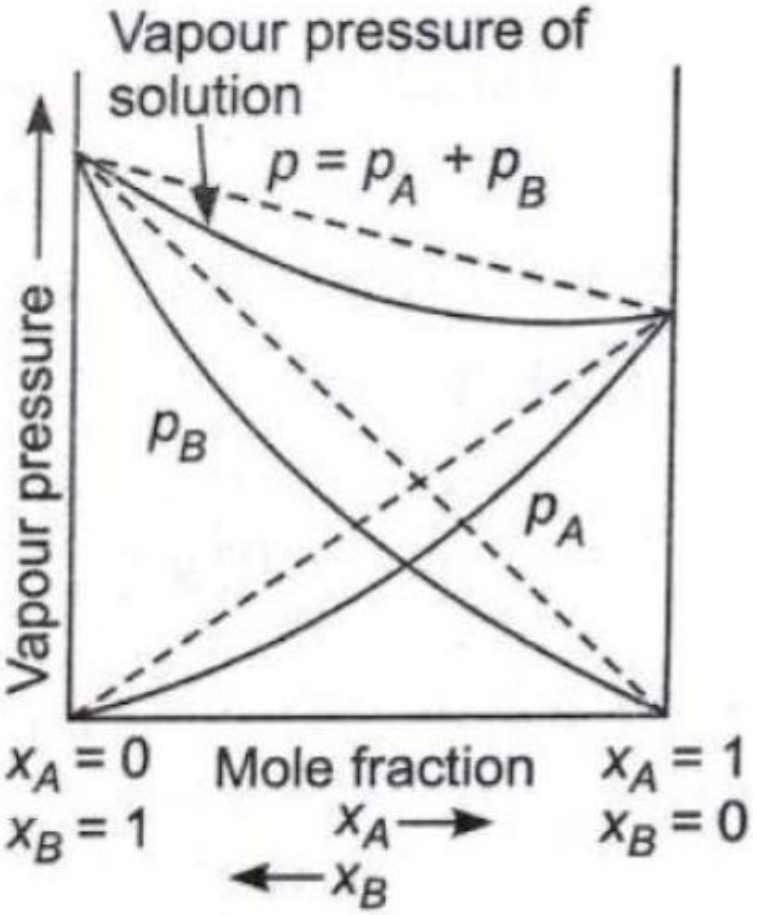
2. Θεωρητικό μέρος

Στα μη ιδανικά μείγματα έχουμε 2 περιπτώσεις



Vapour pressure diagram

Θετικές αποκλίσεις, παρουσιάζονται υψηλότερες τιμές P^o, αυτό πρακτικά σημαίνει ότι το μίγμα αποστάζει πιο εύκολα, $F_{A-B} < F_{A-A}, F_{B-B}$



Vapour pressure diagram

Αρνητικές αποκλίσεις, παρουσιάζονται χαμηλότερες τιμές P^o, αυτό πρακτικά σημαίνει ότι το μίγμα αποστάζει πιο δύσκολα, $F_{A-B} > F_{A-A}, F_{B-B}$

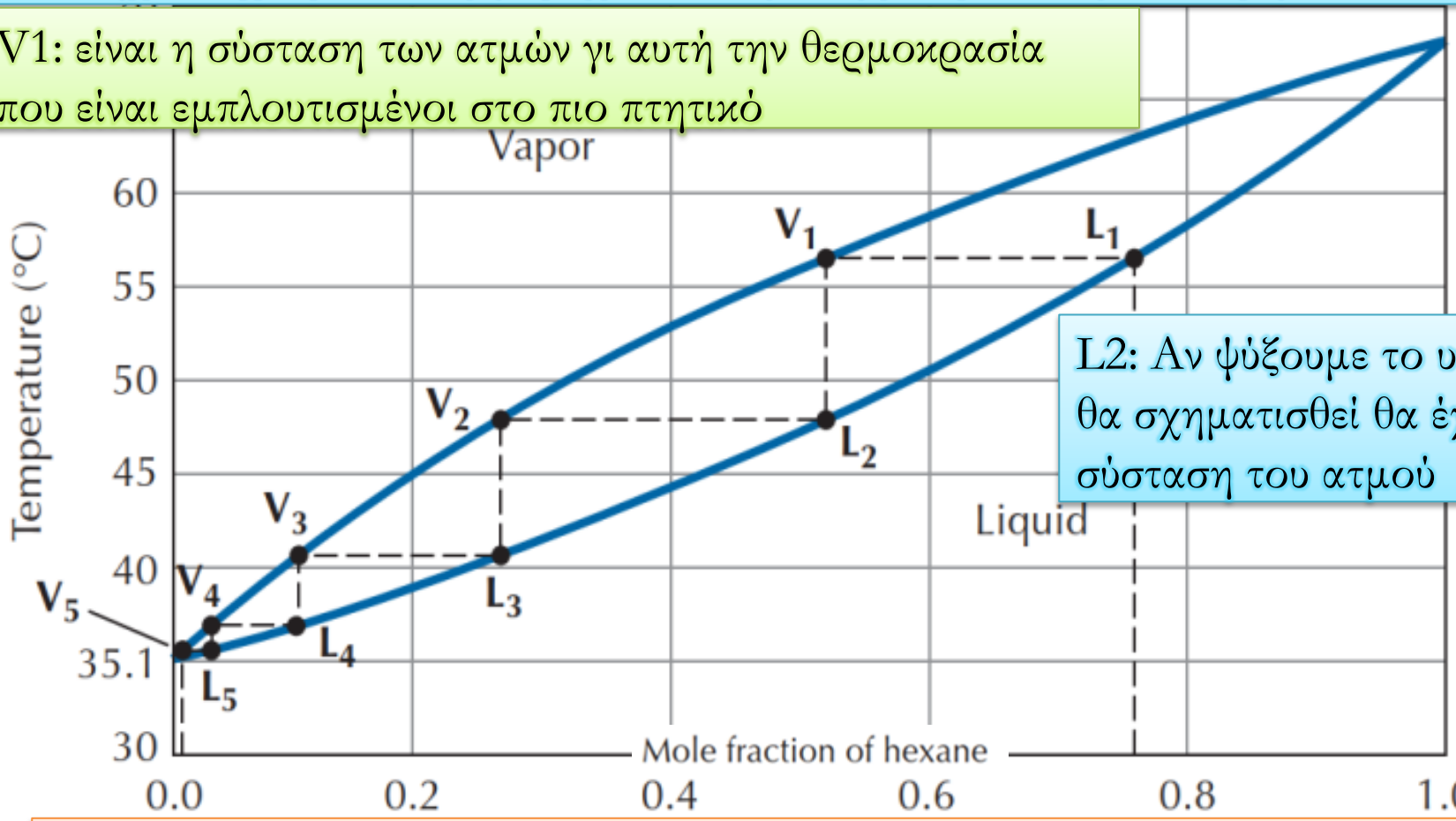
2. Θεωρητικό μέρος

Πως κατά την απόσταξη επιτυγχάνεται ο διαχωρισμός;

Διάγραμμα κατανομών mole με βάση την T (σταθερή P)

L1: Αρχικά έχουμε ένα υγρό μίγμα σε συγκεκριμένη αναλογία που βράζει στους 57°C

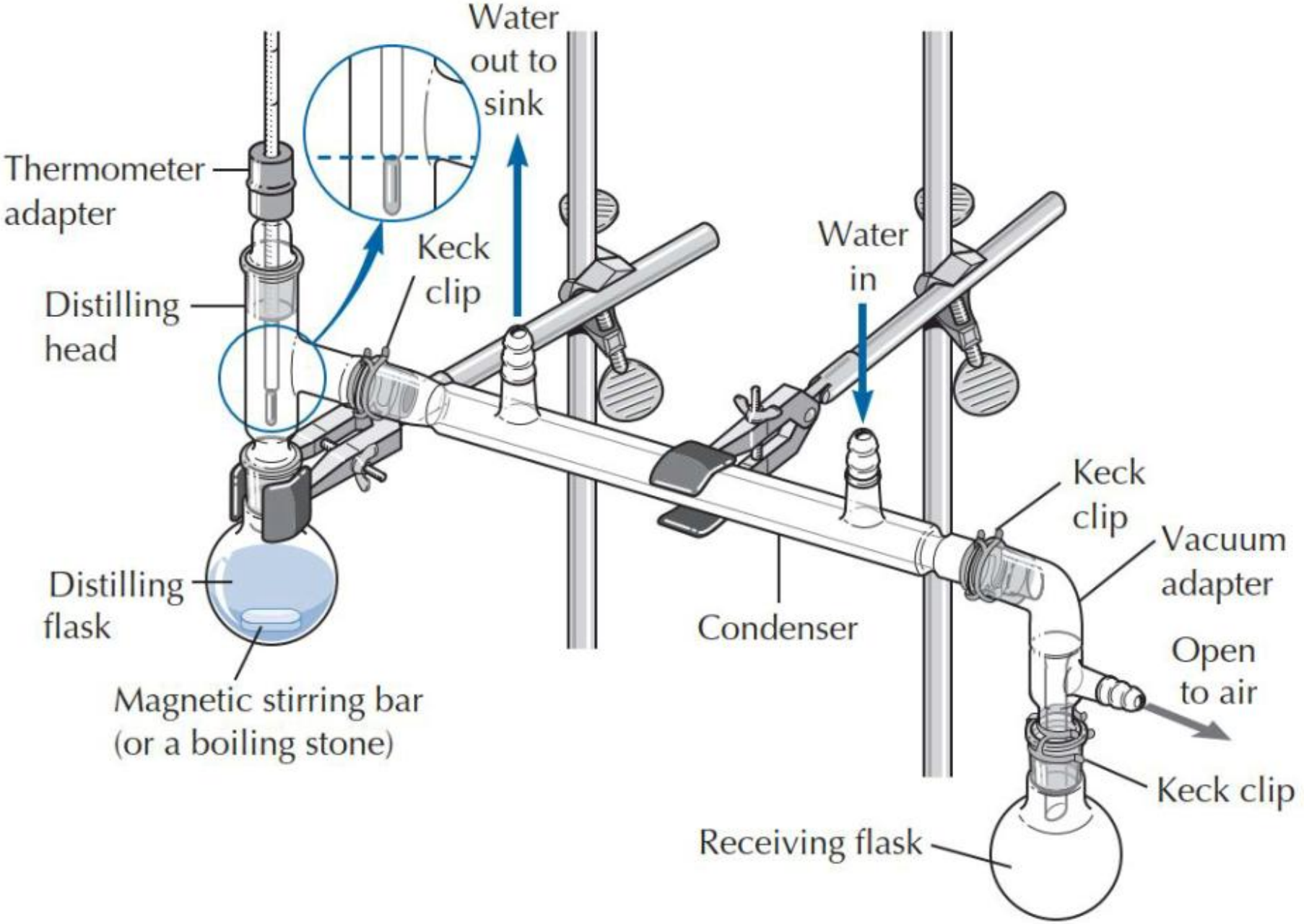
V1: είναι η σύσταση των ατμών γι αυτή την θερμοκρασία που είναι εμπλουτισμένοι στο πιο πτητικό



L2: Αν ψύξουμε το υγρό που θα σχηματισθεί θα έχει την σύσταση του ατμού

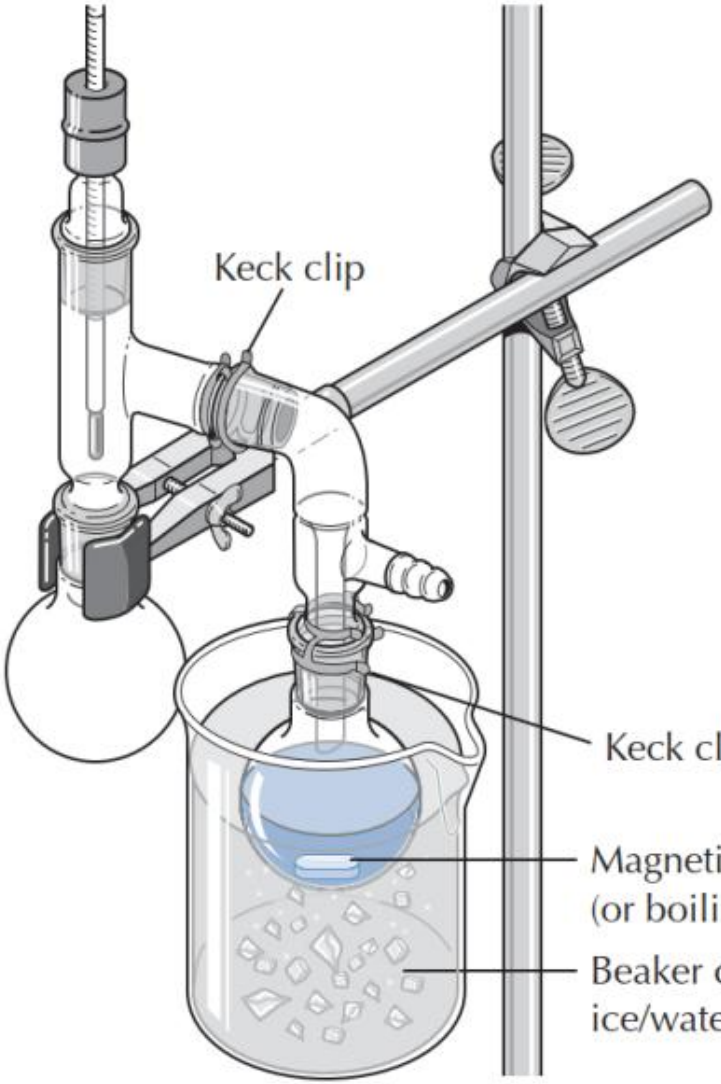
V2: Θερμαίνουμε ξανά και βράζει πλέον σε χαμηλότερη θερμοκρασία (48°C) με ατμούς ακόμα περισσότερο εμπλουτισμένους στο περισσότερο πτητικό συστατικό και με υγροποίηση δίνει το L3 που βράζει σε χαμηλότερη θερμοκρασία 41°C κ.ο.κ

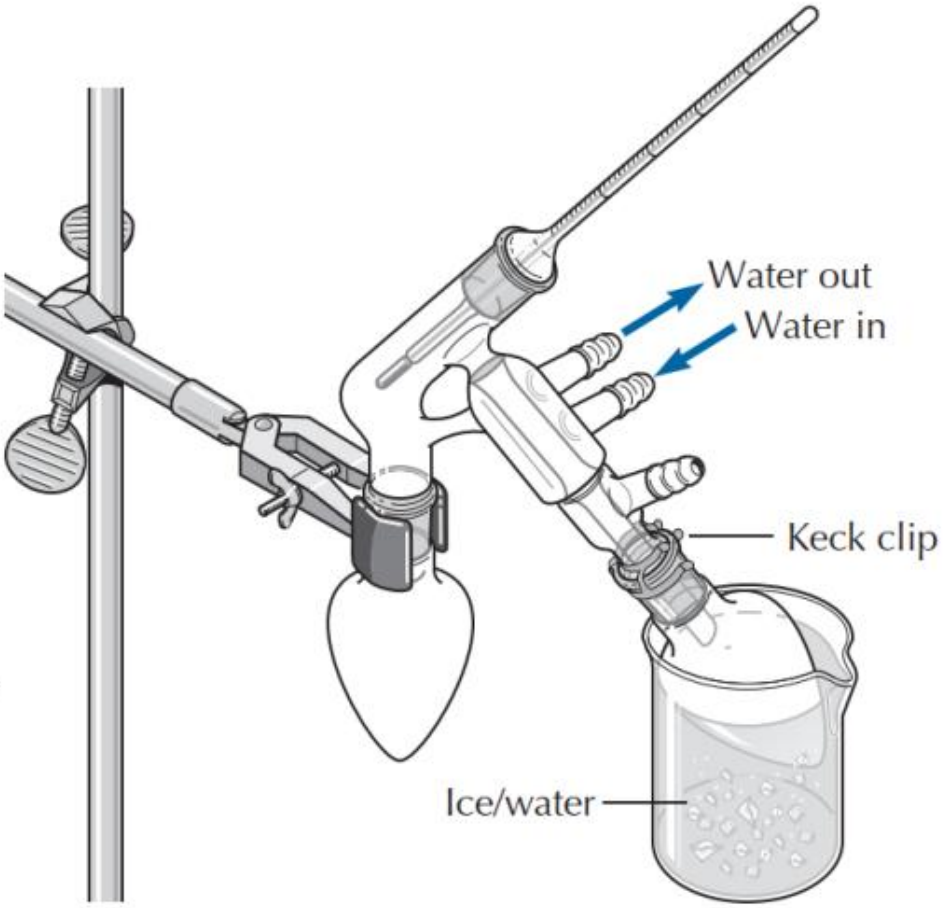
2. Θεωρητικό μέρος



2. Θεωρητικό μέρος

Απόσταξη σε μικροκλίμακα με βραχείας διαδρομής υάλινα σκεύη





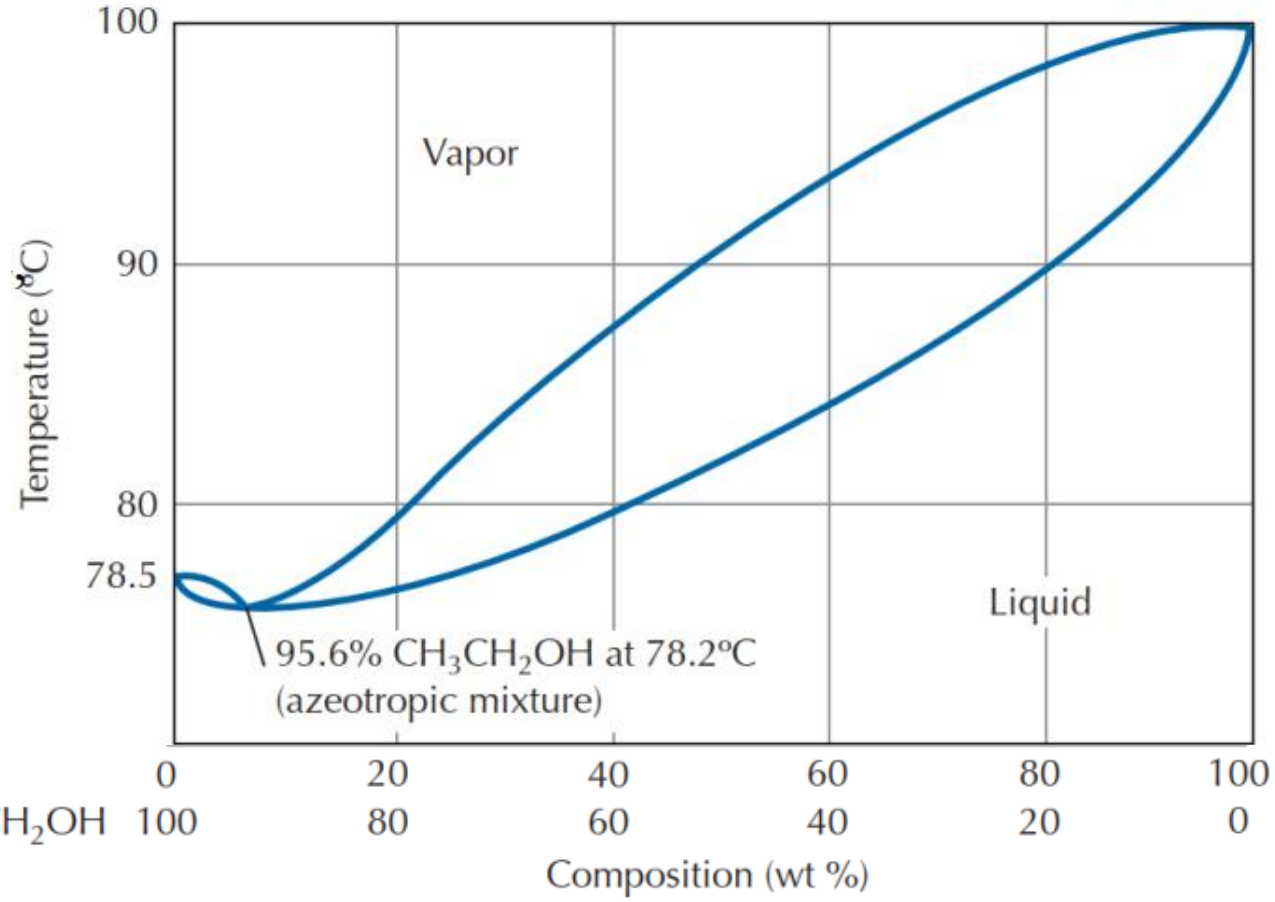
2. Θεωρητικό μέρος

Κατά την απόσταξη ορισμένων διαλυμάτων, παράγονται μείγματα που βράζουν σε σταθερή θερμοκρασία.

Τέτοια μείγματα, ονομάζονται **αζεοτροπικά**, και δεν μπορούν να διαχωριστούν περαιτέρω με απόσταξη.

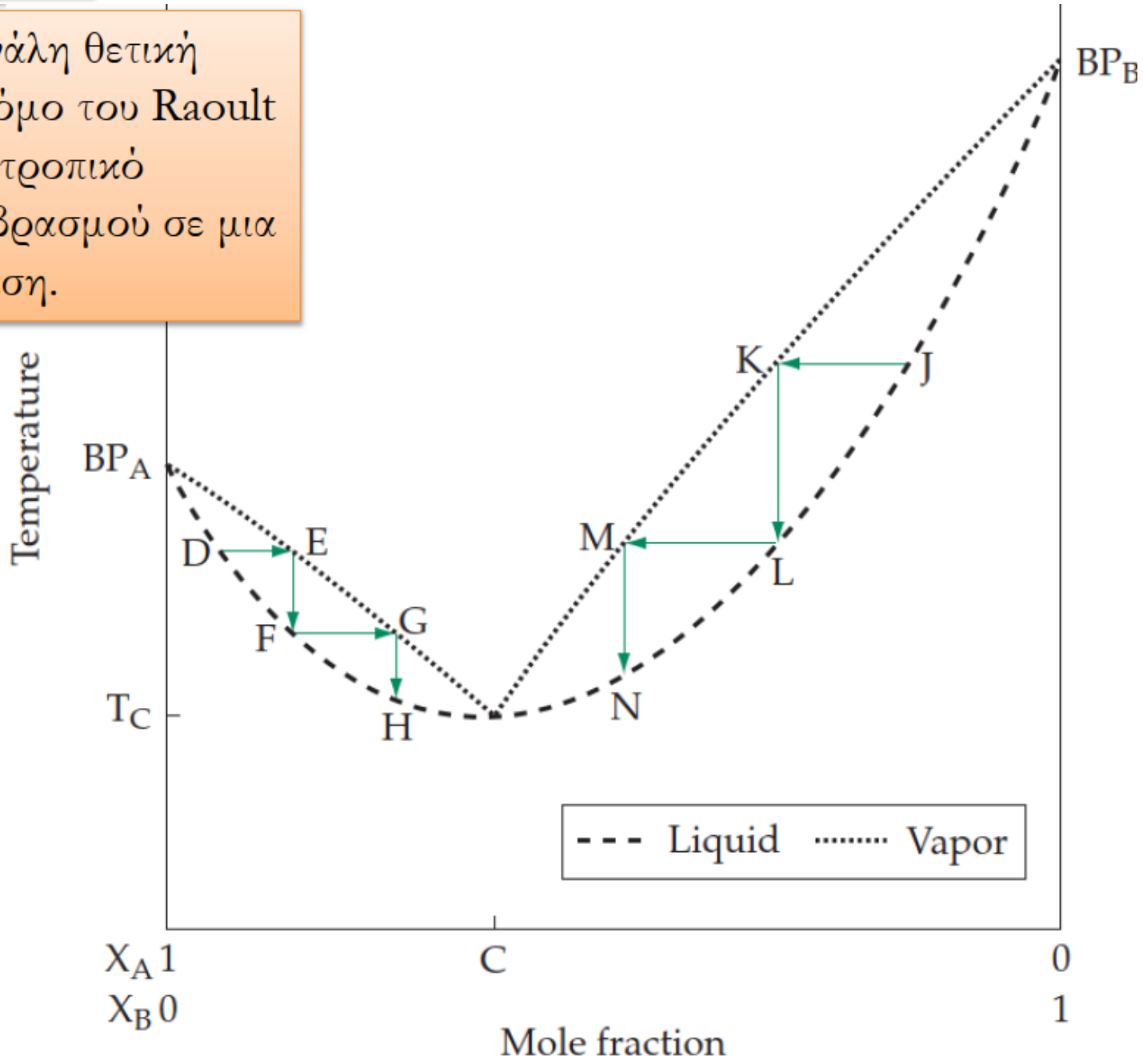
TABLE 12.2 Azeotropes formed by common solvents

Component X (bp)	% by wt	Component Y (bp)	% by wt	Azeotrope bp
Water (100)	13.5	Toluene (110.7)	86.5	84.1
Water (100)	1.4	Pentane (36.1)	98.6	34.6
Methanol (64.7)	12.1	Acetone (56.1)	87.9	55.5
Methanol (64.7)	72.5	Toluene (110.7)	27.5	63.5
Ethanol (78.3)	68.0	Toluene (110.7)	32.0	76.7
Water (100)	1.3	Diethyl ether (34.5)	98.7	34.2

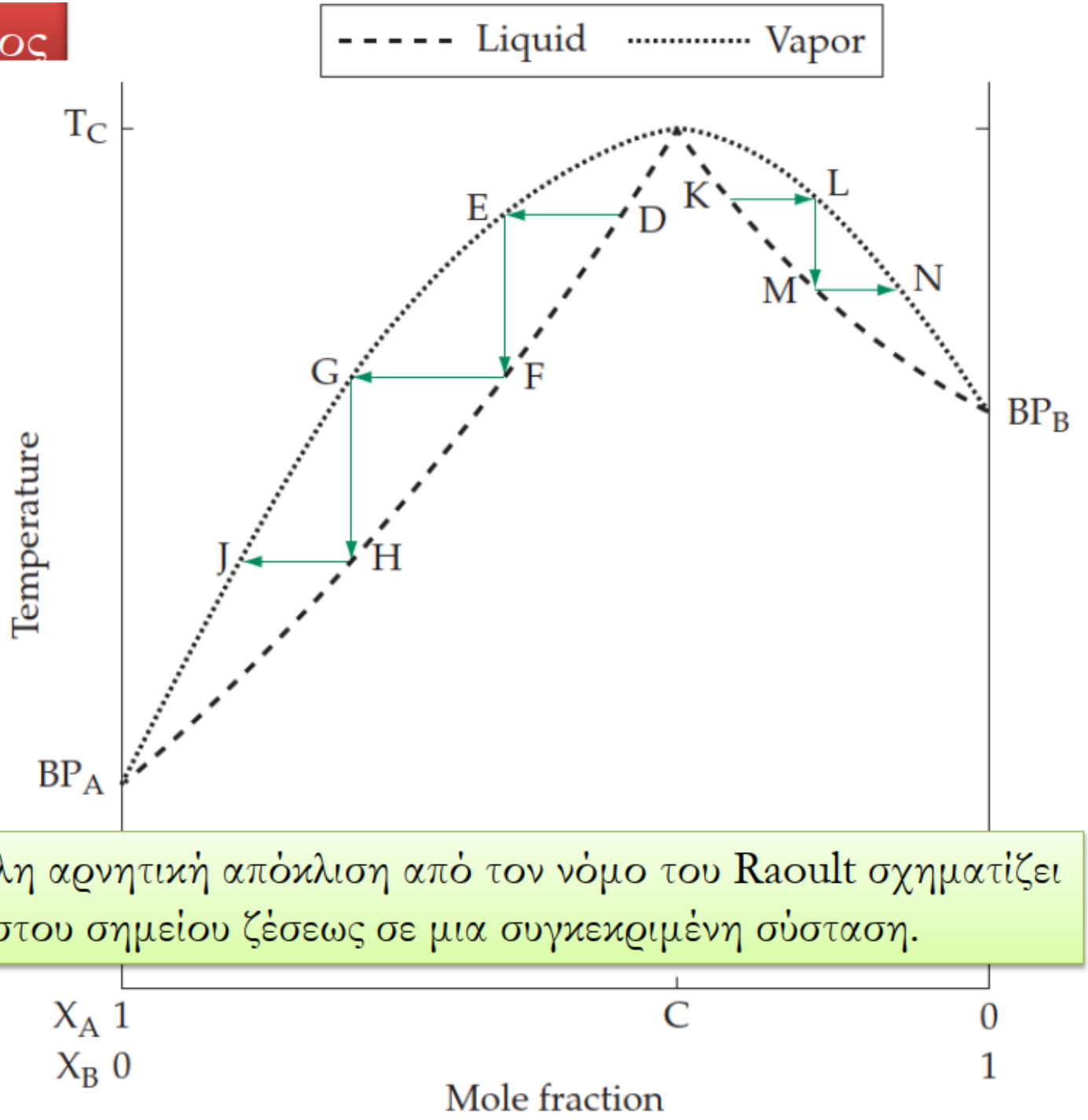


2. Θεωρητικό μέρος

Ένα διάλυμα με μεγάλη θετική απόκλιση από τον νόμο του Raoult σχηματίζει ένα αζεοτροπικό ελαχίστου σημείου βρασμού σε μια συγκεκριμένη σύσταση.



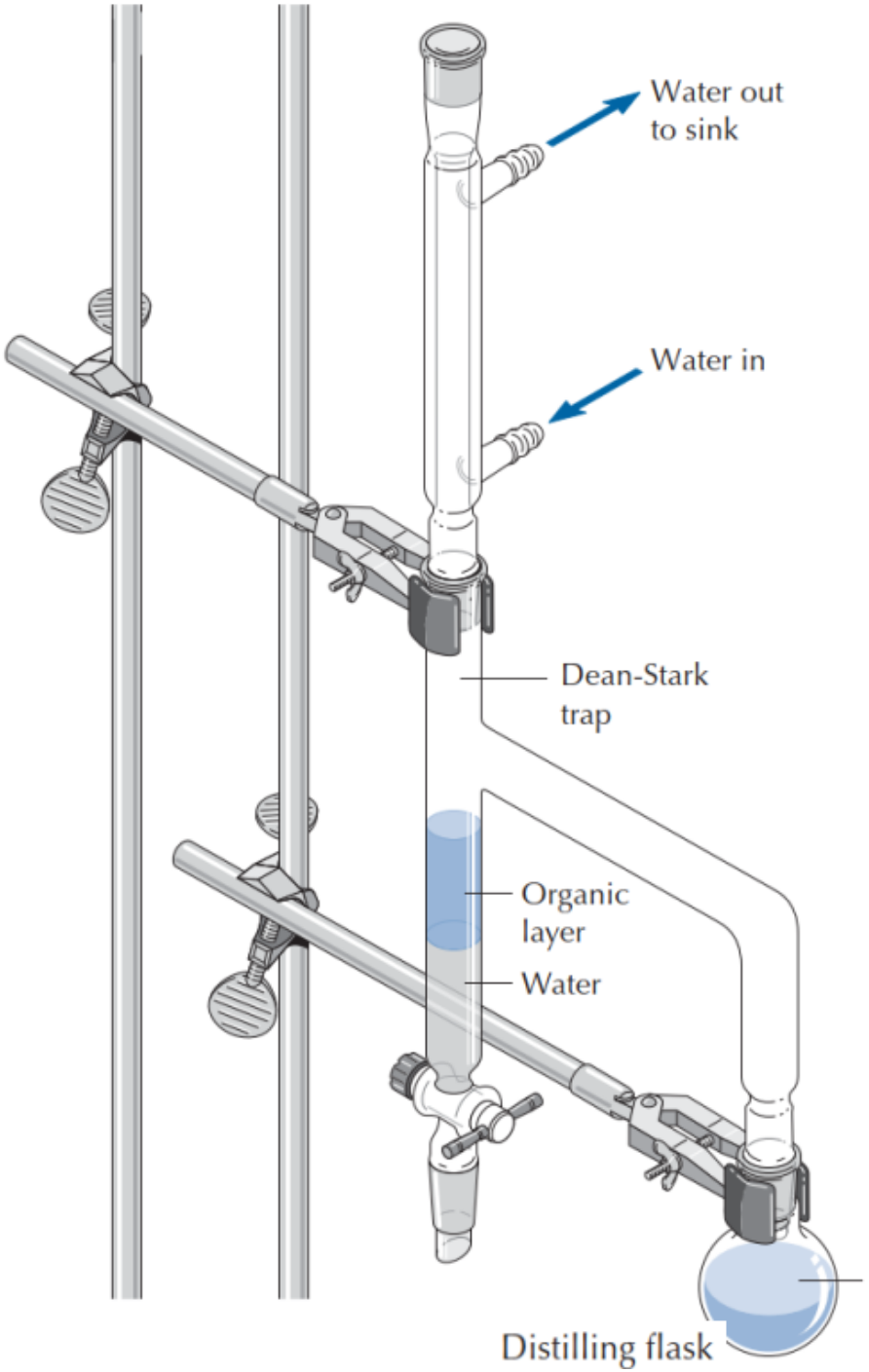
2. Θεωρητικό μέρος



Ένα διάλυμα με μεγάλη αρνητική απόκλιση από τον νόμο του Raoult σχηματίζει ένα αζεοτροπικό μεγίστου σημείου ζέσεως σε μια συγκεκριμένη σύσταση.

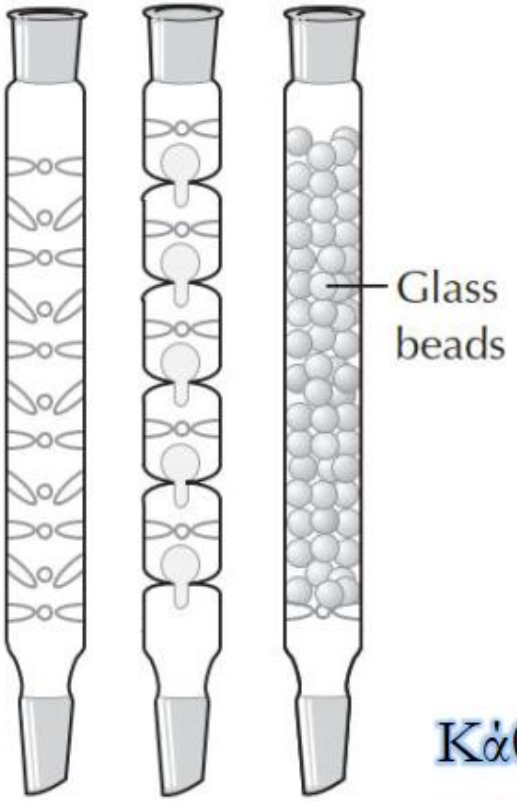
2. Θεωρητικό μέρος

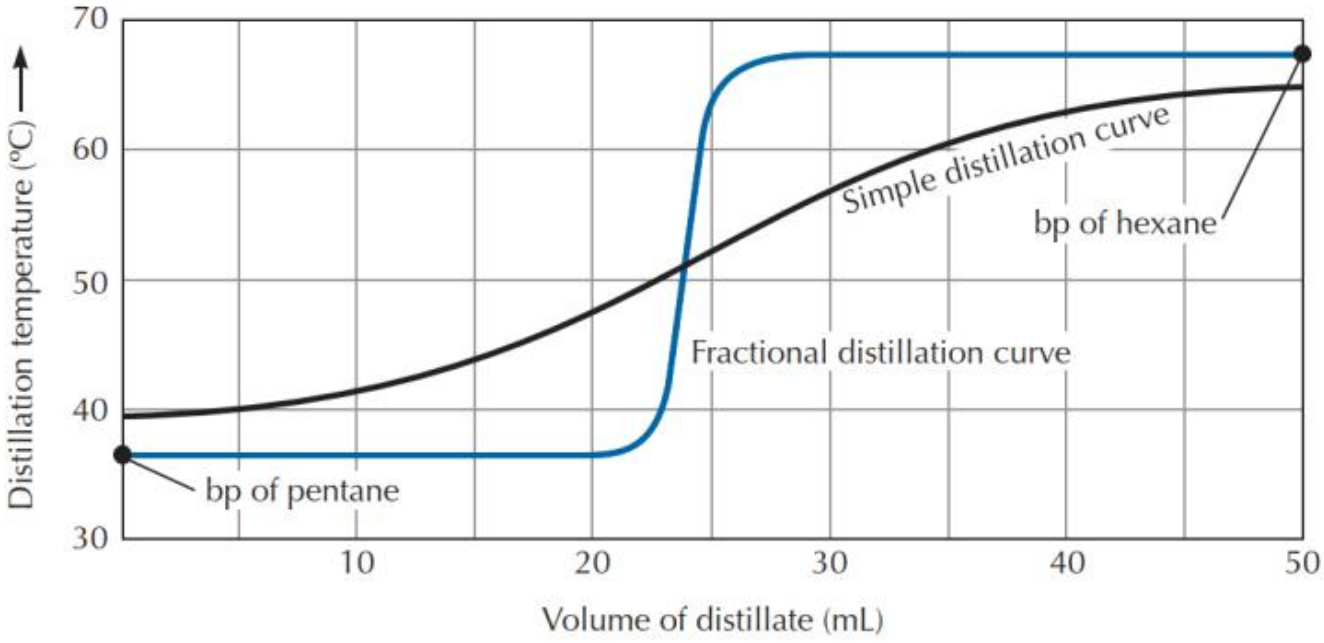
Εφαρμογή:
Απομάκρυνση με χρήση αζεοτροπικού μίγματος παραγόμενου νερού από μία αντίδραση



2. Θεωρητικό μέρος

Σε μια **κλασματική απόσταξη**, λαμβάνουν χώρα πολλές εξατμίσεις και συμπυκνώσεις διαδοχικά πριν από τη συλλογή του αποστάγματος με συνέπεια να επιτυγχάνονται αποτελεσματικότεροι διαχωρισμοί.



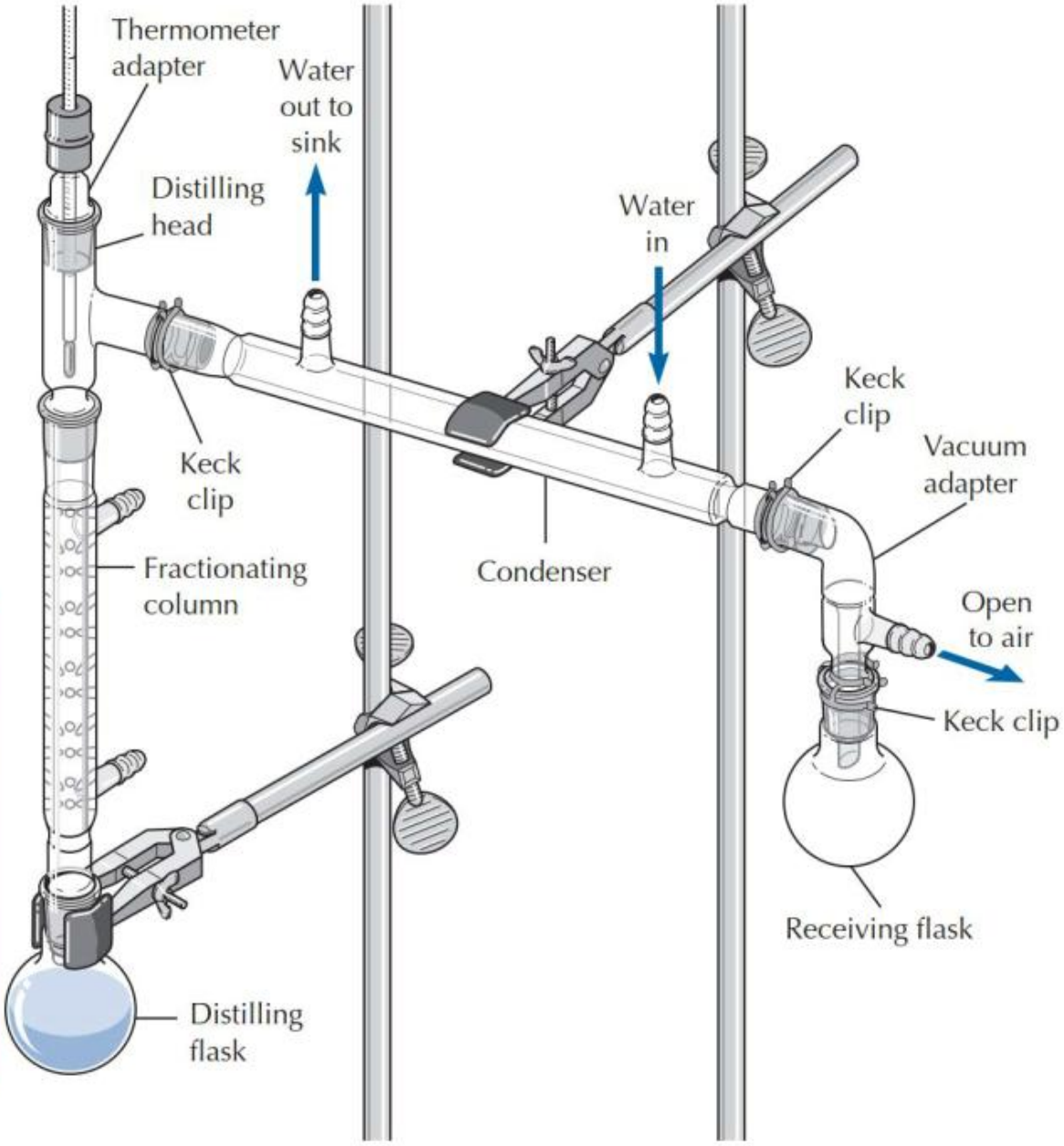


Κάθε κύκλος εξάτμισης και συμπύκνωσης οδηγεί σε ατμό εμπλουτισμένο με την πιο πτητική ένωση και αναφέρεται ως μία θεωρητική πλάκα.

2. Θεωρητικό μέρος

Η απόδοση μιας στήλης κλασμάτωσης εκφράζεται μέσω του αριθμού των θεωρητικών πλακών της

Μια στήλη κλασμάτωσης με οκτώ θεωρητικές πλάκες μπορεί να διαχωρίσει υγρά που με διαφορά στο σημειο ζέσεως όχι μικρότερη των 25°C



2. Θεωρητικό μέρος

Η αιθανόλη στον οίνο προέρχεται από την αλκοολική ζύμωση των σακχάρων του σταφυλιού και αποτελεί το 7-16% του όγκου του



Είναι σημαντική στην:
Διαμόρφωση των οργανοληπτικών χαρακτηριστικών του οίνου
Αντοχή του στις βακτηριακές προσβολές
Αξιολόγηση του από εμπορικής, αγορανομικής και φορολογικής πλευράς

Απόσταξη για προσδιορισμό αιθανόλης κάνουμε πρώτα στον μούστο που έχει αρχίσει να ζυμώνεται και φυσικά στο τέλος.

Η μέτρηση γίνεται με πυκνόμετρο που ονομάζεται και αλκοολόμετρο, όπως είδαμε στο πειραματικό μέρος





2. Θεωρητικό μέρος

Η μέτρηση με το πυκνόμετρο μπορεί να γίνει μόνο μετά την απόσταξη γιατί πριν στο υγρό μίγμα υπάρχουν και άλλα συστατικά εκτός νερού και αλκοολης με αποτέλεσμα να υπάρχει επίδραση στην μέτρηση

Για την εξουδετέρωση της οξύτητας του οίνου (για την αποφυγή της εξάτμισης των πτητικών οξέων όπως οξεικό και θειώδες) στο απόσταγμα έγινε η προσθήκη του διαλύματος NαOH.
Συνήθως σε πραγματικό κρασί προστίθεται 10-12 ml «γάλα ασβέστου» δλδ $Ca(OH)_2$ 10% w/v

Το αλκοολόμετρο είναι ρυθμισμένο να μετράει πυκνότητα μίγματος αιθανόλης-νερού και συνήθως είναι βαθμονομημένο στους 20°C
d αιθ=0,79 και dH2O = 0,997

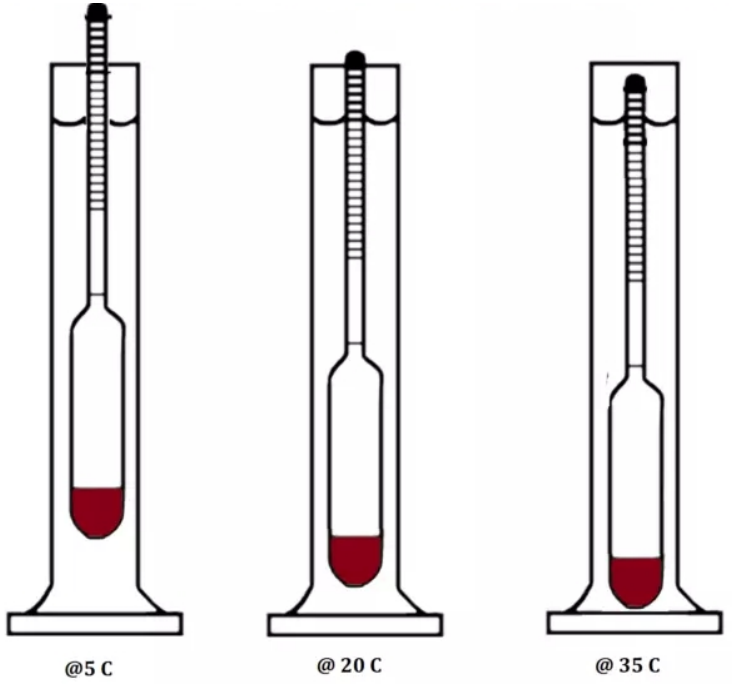
Έτσι σε ένα μίγμα όταν αυτό παρουσιάσει μικρή πυκνότητα (δλδ όσο βυθιστεί το πυκνόμετρο περισσότερο) τόσο αυτό σημαίνει ότι περιέχει περισσότερη αλκοόλη

Αν πχ το μίγμα έχει την d=0,79 ==> 100 αλκοολικοί βαθμοί
Αν έχει d=0,997 ==> 0 αλκοολικοί βαθμοί

2. Θεωρητικό μέρος

Πως επηρεάζει η θερμοκρασία την μέτρηση του αλκοολόμετρου

Όσο η θερμοκρασία αυξάνεται ο όγκος του μίγματος αυξάνεται με αποτέλεσμα να μειώνεται η d του και κατά συνέπεια το αλκοολόμετρο να βυθίζεται περισσότερο και να μας δείχνει διαφορετική τιμή



Το αλκοολόμετρο είναι βαθμονομημένο στους 20°C, με βάση το παραπάνω αν κάνουμε την μέτρηση σε Τ>20 °C ==> αυξάνεται ο όγκος ==> μειώνεται η πυκνότητα ==> άρα το αλκοολόμετρο θα βυθιστεί και θα μας δείξει παραπάνω αλκοολικούς βαθμούς ΑΡΑ πρέπει να ΔΙΟΡΘΩΣΟΥΜΕ ΑΦΑΙΡΩΝΤΑΣ

Αν όμως κάνουμε την μέτρηση σε Τ<20 °C ==> μειώνεται ο όγκος ==> αυξάνεται η πυκνότητα ==> άρα το αλκοολόμετρο θα βυθιστεί λιγότερο και θα μας δείξει λιγότερους αλκοολικούς βαθμούς ΑΡΑ πρέπει να ΔΙΟΡΘΩΣΟΥΜΕ ΠΡΟΣΘΕΤΩΝΤΑΣ

3. Λυμένα παραδείγματα

Ερ. Μετράμε 15 αλκοολικούς βαθμούς σε i) Τ=25 και ii)Τ = 14
Βρείτε τους πραγματικούς αλκοολικούς βαθμούς

i) Η Τ>20oC άρα αφαιρούμε. Από τον πίνακα δίπλα πάμε στην στήλη που λέει 15 και στην γραμμή που λέει 25 αυτές τέμνονται στο 1,24. Επομένως αφαιρούμε από το 15 το 1,24. Πραγματικοί αλκοολικοί βαθμοί 13,76

ii) Η Τ<20oC άρα προσθέτουμε. Από τον πίνακα πάμε στην στήλη 15 και την γραμμή 14, αυτές τέμνονται τώρα στο 1,39. Επομένως προσθέτουμε 1,39 στο 15. Πραγματικοί αλκοολικοί βαθμοί 16,39

ΕΝΔΕΙΞΕΙΣ ΑΛΚΟΟΛΟΜΕΤΡΟΥ

ΠΡΟΣΘΕΣΗ / ΑΦΑΙΡΕΣΗ	°C	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
ΠΡΟΣΘΕΣΗ	10	1,44	1,58	1,73	1,89	2,06	2,24	2,43	2,63	2,84	3,01
	11	1,34	1,46	1,59	1,73	1,88	2,04	2,21	2,38	2,56	2,71
	12	1,23	1,32	1,43	1,55	1,68	1,82	1,97	2,13	2,27	2,40
	13	1,10	1,18	1,28	1,38	1,48	1,60	1,72	1,85	1,99	2,11
	14	0,96	1,03	1,11	1,19	1,28	1,39	1,49	1,59	1,71	1,81
	15	0,82	0,87	0,94	1,01	1,09	1,17	1,26	1,34	1,44	1,51
	16	0,66	0,71	0,76	0,82	0,88	0,94	1,01	1,08	1,15	1,20
	17	0,51	0,55	0,58	0,63	0,67	0,71	0,76	0,81	0,85	0,90
	18	0,34	0,36	0,39	0,42	0,45	0,47	0,50	0,53	0,56	0,60
	19	0,17	0,18	0,20	0,21	0,23	0,24	0,26	0,28	0,29	0,30
	20										
ΑΦΑΙΡΕΣΗ	21	0,18	0,19	0,20	0,21	0,23	0,24	0,26	0,28	0,30	0,31
	22	0,37	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,51	0,54	0,57	0,60
	23	0,56	0,60	0,63	0,67	0,71	0,74	0,78	0,82	0,86	0,90
	24	0,77	0,81	0,85	0,89	0,94	0,99	1,04	1,09	1,14	1,21
	25	0,98	1,02	1,07	1,12	1,18	1,24	1,32	1,38	1,44	1,51
	26	1,19	1,24	1,30	1,36	1,43	1,51	1,57	1,65	1,73	1,82
	27	1,40	1,46	1,53	1,60	1,68	1,76	1,85	1,93	2,02	2,12
	28	1,62	1,68	1,75	1,83	1,92	2,02	2,11	2,21	2,31	2,43
	29	1,85	1,92	2,00	2,08	2,17	2,28	2,39	2,50	2,62	2,73
	30	2,07	2,15	2,23	2,33	2,45	2,55	2,67	2,79	2,91	3,04



3. Λυμένα παραδείγματα

Ερ. Μετράμε 14,2 αλκοολικούς βαθμούς σε Τ=23°C. Βρείτε τους πραγματικούς αλκοολικούς βαθμούς

Η Τ>20°C άρα αφαιρούμε. Από τον πίνακα δίπλα πάμε στις στήλες 14 κ 15 και στην γραμμή που λέει 23.

Αν ήταν 14 θα αφαιρούσαμε 0,71. Αν ήταν 15 θα αφαιρούσαμε 0,74

Άρα η διαφορά σε 1 vol είναι 0,03

Σε 0,2 vol είναι x ==> x=0,006

Αυτό προστίθεται στο 0,71 ==> Διόρθωση 0,716

Πραγματικοί αλκ. Βαθμοί 14,2-0,716=13,484

Δ=0,71*80/100 + 0,74*20/100=0,716

ΕΝΔΕΙΞΕΙΣ ΑΛΚΟΟΛΟΜΕΤΡΟΥ

	°C	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
ΠΡΟΣΘΕΣΗ	10	1,44	1,58	1,73	1,89	2,06	2,24	2,43	2,63	2,84	3,01
	11	1,34	1,46	1,59	1,73	1,88	2,04	2,21	2,38	2,56	2,71
	12	1,23	1,32	1,43	1,55	1,68	1,82	1,97	2,13	2,27	2,40
	13	1,10	1,18	1,28	1,38	1,48	1,60	1,72	1,85	1,99	2,11
	14	0,96	1,03	1,11	1,19	1,28	1,39	1,49	1,59	1,71	1,81
	15	0,82	0,87	0,94	1,01	1,09	1,17	1,26	1,34	1,44	1,51
	16	0,66	0,71	0,76	0,82	0,88	0,94	1,01	1,08	1,15	1,20
	17	0,51	0,55	0,58	0,63	0,67	0,71	0,76	0,81	0,85	0,90
	18	0,34	0,36	0,39	0,42	0,45	0,47	0,50	0,53	0,56	0,60
	19	0,17	0,18	0,20	0,21	0,23	0,24	0,26	0,28	0,29	0,30
	20										
ΑΦΑΙΡΕΣΗ	21	0,18	0,19	0,20	0,21	0,23	0,24	0,26	0,28	0,30	0,31
	22	0,37	0,40	0,42	0,44	0,46	0,48	0,51	0,54	0,57	0,60
	23	0,56	0,60	0,63	0,67	0,71	0,74	0,78	0,82	0,86	0,90
	24	0,77	0,81	0,85	0,89	0,94	0,99	1,04	1,09	1,14	1,21
	25	0,98	1,02	1,07	1,12	1,18	1,24	1,32	1,38	1,44	1,51
	26	1,19	1,24	1,30	1,36	1,43	1,51	1,57	1,65	1,73	1,82
	27	1,40	1,46	1,53	1,60	1,68	1,76	1,85	1,93	2,02	2,12
	28	1,62	1,68	1,75	1,83	1,92	2,02	2,11	2,21	2,31	2,43
	29	1,85	1,92	2,00	2,08	2,17	2,28	2,39	2,50	2,62	2,73
	30	2,07	2,15	2,23	2,33	2,45	2,55	2,67	2,79	2,91	3,04



3. Λυμένα παραδείγματα

Άσκηση $P^{\circ}_{H_2O}$ 40°C = 55 mmHg $P^{\circ}_{αιθ}$ 43C = 200 mmHg

Αν $P^{\circ}_{διαλ}$ μίγματος αιθανόλη-νερού στους 40°C είναι 160 mmHg

Να βρεθούν τα χαρακτηριστικά υλάσματα στην υγρή και την αέρια φάση

ΛΥΣΗ $P_{διαλ} = P_{H_2O} + P_{αιθ}$ $P_{H_2O} = X_{H_2O} \cdot P^{\circ}_{H_2O}$, $P_{αιθ} = X_{αιθ} P^{\circ}_{αιθ}$

αφού $P_{διαλ} = X_{H_2O} \cdot P^{\circ}_{H_2O} + X_{αιθ} \cdot P^{\circ}_{αιθ} \Rightarrow 160 = X_{H_2O} \cdot 55 + X_{αιθ} \cdot 200$

$1 = X_{H_2O} + X_{αιθ}$ (x200)

$-\ 200 = X_{H_2O} 200 + X_{αιθ} \cdot 200$

$40 = 145\, X_{H_2O} \Rightarrow$

$\Rightarrow X_{H_2O} = 0,276 \Rightarrow$

$X_{αιθ} = 0,724$

άρα $P_{H_2O} = 0,276 \cdot 55 = 15,18$

$P_{αιθ} = 0,724 \cdot 200 = 144,8$

← στην αέρια φάση

$Y_{H_2O} = \frac{15,18}{160} = 0,095$ $Y_{αιθ} = \frac{144,8}{160} = 0,905$



3. Λυμένα παραδείγματα

Άσκηση Βενζόλιο και τολουόλιο σχηματίζουν ιδανικά διαλύματα. Στους 60°C $P^\circ_B = 0,507$ Atm και του $P^\circ_T = 0,184$ Atm. Ποια είναι η τάση ατμών σαν 60°C ενός διαλύματος που περιέχει 6,5gr B και 23,0gr T.

ΛΥΣΗ

$n_B = \frac{6,5}{78} = 0,083$ $\quad n_T = \frac{23}{92} = 0,250$ $\quad n_{ολ} = n_B + n_T = 0,333$

άρα $X_B = \frac{0,083}{0,333} = 0,25$ $\quad$ και $X_T = 0,75$

$P_B = 0,25 \cdot 0,507 = 0,127$ $\quad P_T = 0,75 \cdot 0,184 = 0,138$

$X_B \quad P^\circ_B \qquad X_T \quad P^\circ_T$

και $P_{ολ} = P_B + P_T = 0,127 + 0,138 = 0,265$

$Y_B = \frac{P_B}{P_{ολ}} = \frac{0,127}{0,265} = \underline{0,48}$ $\quad Y_T = \frac{0,138}{0,265} = \underline{0,52}$



5. Ασκήσεις για αναφορά

Για όλους

1. Άσκ. 3 σελίδα 50 σημειώσεων

2. Αλκοολόμετρο βαθμονομημένο στους 20oC μετράει σε απόσταγμα 12,2 αλκολικούς βαθμούς σε θερμοκρασία 27oC
Προσδιορίστε τους σωστούς αλκοολικούς βαθμούς

3. Διαθέτουμε αιθυλενοχλωρίδιο (α) και βενζόλιο (β) στους 50oC έχουν $P^o\alpha=236$ mmHg και $P^o\beta=268$ mmHg.
Βρείτε στην ίδια θερμοκρασία 1. την ολική πίεση, 2. Την σύσταση των ατμών που είναι σε ισορροπία με υγρά μίγματα όπου το Χβ είναι ίσο i) με 0,25 και ii) με 0,5