

## Εργαστηριακή άσκηση 2

Προσδιορισμός σημείου τήξης, σημείου βρασμού

# Δομή της παρουσίασης

1. Πειραματικό μέρος, σημείο τήξης
2. Πειραματικό μέρος, σημείο βρασμού
3. Θεωρητικό υπόβαθρο
4. Λυμένα παραδείγματα
5. Ασκήσεις για αναφορά

# 1. Πειραματικό μέρος, σημείο τήξης

Κάθε ομάδα λαμβάνει 3 τριχοειδείς σωλήνες οι οποίοι κλείνονται από την μία άκρη.

Κατόπιν, ο 1<sup>ος</sup> τριχοειδής σωλήνας γεμίζεται με την ουσία Α, ο 2<sup>ος</sup> με την ουσία Β και ο 3<sup>ος</sup> με μία από τις ουσίες Γ, Δ.  
Όλες οι ουσίες είναι καλά λειοτριβιμένες.

Εικόνα 1



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.

Εικόνα 2

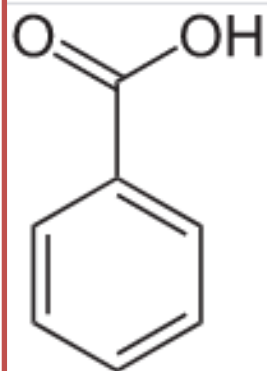


Η ποσότητα που θα εισαχθεί πρέπει να είναι περίπου όσο φαίνεται στον σωλήνα c της διπλανής εικόνας 2

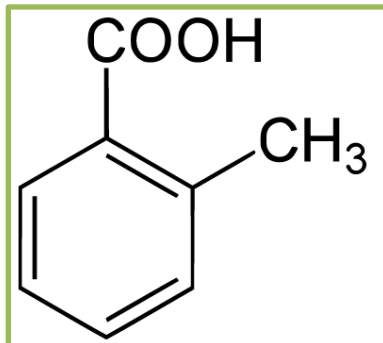
# 1. Πειραματικό μέρος, σημείο τήξης

Ενώσεις που θα αναλυθούν

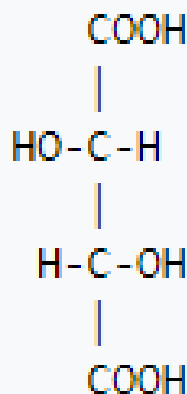
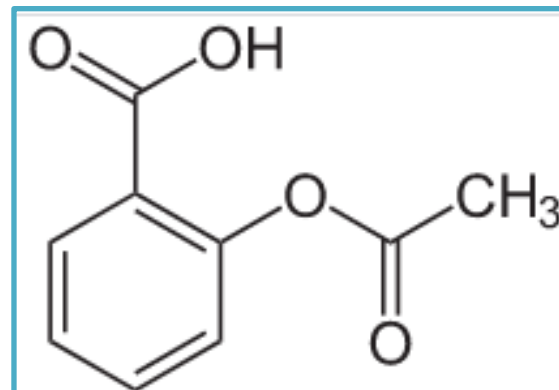
A: Βενζοϊκό οξύ



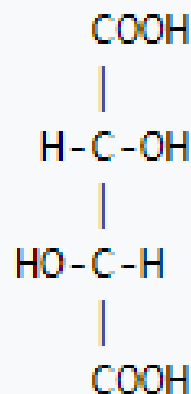
B: ο-μέθυλο-βενζοϊκό οξύ



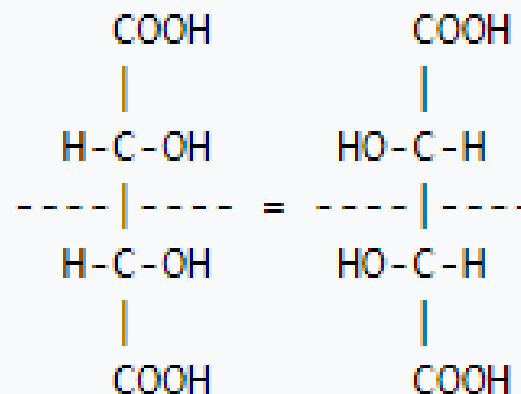
Γ: Αιετυλοσαλικυλικό οξύ



D-(-)-τρυγικό οξύ



L-(+)-τρυγικό οξύ



Μέσοτρυγικό οξύ  
(i-τρυγικό οξύ)

**Δ: L-Τρυγικό οξύ**

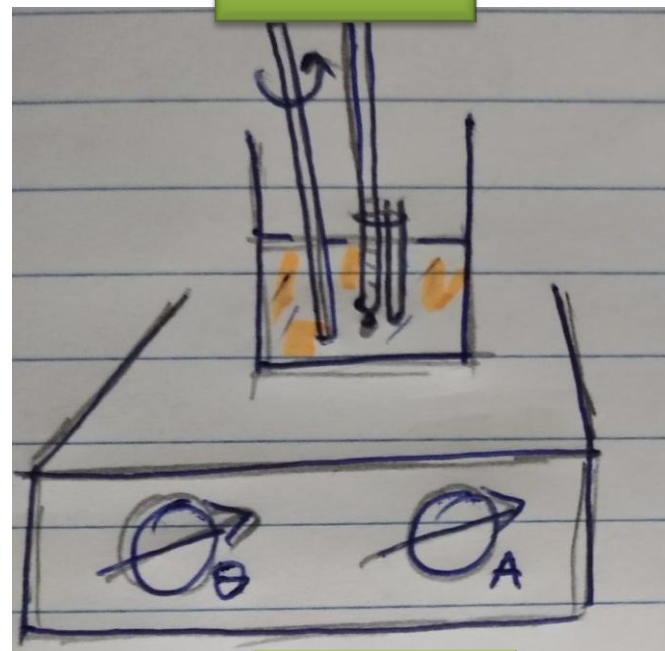
# 1. Πειραματικό μέρος, σημείο τήξης

Η μέτρηση του σημείου τήξης των 3 ουσιών γίνεται χρησιμοποιώντας 2 τεχνικές.

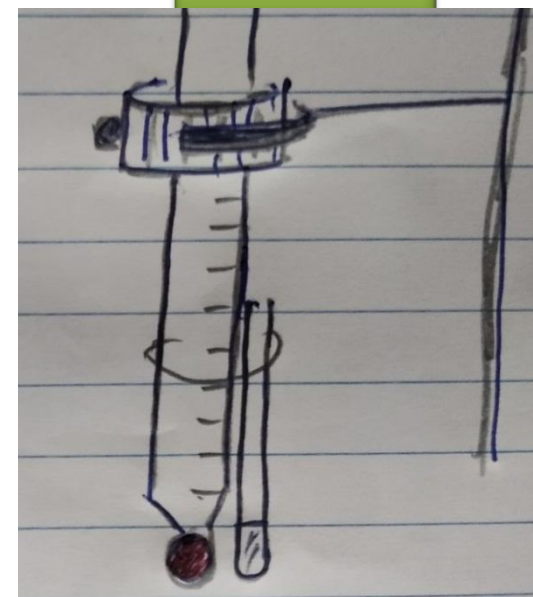
Για την μέτρηση της ουσίας Α χρησιμοποιείται ελαιόλουτρο. Συγκεκριμένα σε ποτήρι ζέσης των 100 ml τοποθετείται σιλικονέλαιο περίπου μέχρι την μέση (συνδετήρας). Με ελαστικό δακτύλιο τοποθετούμε τον τριχοειδή σωλήνα δίπλα ακριβώς στο θερμόμετρο ώστε το στερεό να βυθίζεται μαζί με αυτό στον oilbath (εικ.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

Το θερμόμετρο στηρίζεται με την βοήθεια του βιδωτού του επιθέματος πάνω σε ένα κλάμπ (εικ. 4)

Εικόνα 3



Εικόνα 4



# 1. Πειραματικό μέρος, σημείο τήξης

Για την μέτρηση των υπόλοιπων ουσιών (B του 2<sup>ου</sup> και Γ ή Δ του 3<sup>ου</sup> τριχοειδή) χρησιμοποιείται η συσκευή σημείου τήξης (Electrothermal digital melting point apparatus, εικόνα 5α).

Ο τριχοειδής σωλήνας τοποθετείται σε κατάλληλη οπή στην θέση 1, όπως φαίνεται στην εικόνα 5β.

Το κουμπί στην θέση 2 (ελέγχει τον ρυθμό ανόδου της θερμοκρασίας) τοποθετείται μεταξύ 2-4. Το 2<sup>ο</sup> κουμπί που κάνει την μικρορυθμισμό βρίσκεται στο μέσο των τιμών του.

Από τον φακό παρατηρείται η πορεία τήξης του στερεού. Μόλις λιώσει το κουμπί 2 κλείνει ώστε να αρχίσει να πέφτει η θερμοκρασία.



# 1. Πειραματικό μέρος, σημείο τήξης

Με προσεκτική παρατήρηση και στους 2 διαφορετικούς τρόπους ελέγχεται η τήξη του στερεού που βρίσκεται στον τριχοειδή σωλήνα

Η τήξη εξελίσσεται όπως φαίνεται στην εικόνα 6 που ακολουθεί. Σταδιακά το στερεό τήκεται και μετατρέπεται σε διαυγές υγρό

Εικόνα 6



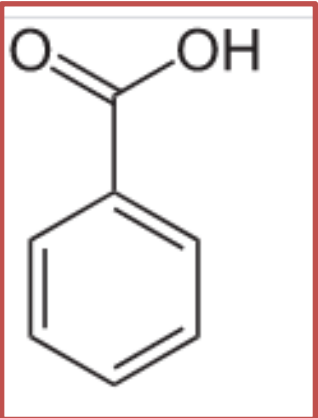
Σημειώνονται τα σημεία τήξης των ενώσεων Α, Β και Γ ή Δ. Τα αποτελέσματα θα πρέπει να παραδοθούν!!

Οι χρησιμοποιημένοι τριχοειδείς απορρίπτονται στο κουτί των σπασμένων γυαλιών

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

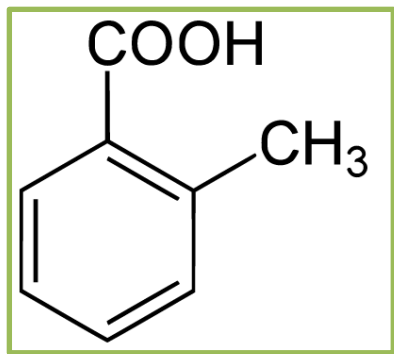
# 1. Πειραματικό μέρος, σημείο τήξης

Ερ. 1: Ποια από τις ενώσεις Α και Β περιμένετε να έχει υψηλότερο σημείο τήξης;



A: Βενζοϊκό οξύ

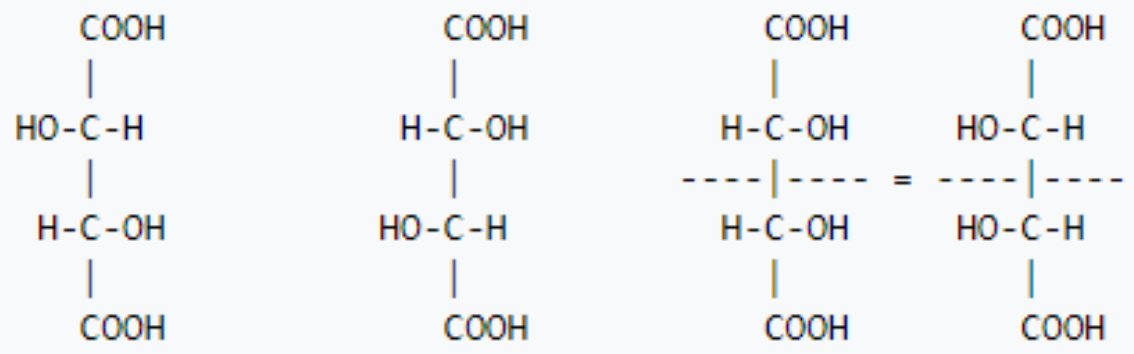
B: ο-μέθυλο-βενζοϊκό οξύ



Can you answer? ?



Ερ. 2: Ποια μορφή του τρυγικού οξέος περιμένετε να έχει υψηλότερο σημείο τήξης;



D-(-)-τρυγικό οξύ    L-(+)-τρυγικό οξύ    Μέσοτρυγικό οξύ (i-τρυγικό οξύ)



## 2. Πειραματικό μέρος, σημείο βρασμού

Για το σημείο βρασμού θα χρησιμοποιήσουμε 2 τεχνικές:

1. Κανονική απόσταξη, 2. Απόσταξη με μικρομέθοδο

Στην 1<sup>η</sup> περίπτωση θα χρησιμοποιηθεί ο διαλύτης Α και στην 2<sup>η</sup> ο διαλύτης Β

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

Θα χρησιμοποιηθεί θερμαντική πλάκα, ελαιόλουτρο.

Σε σφαιρική φιάλη των 25 ml, θα μεταφερθούν 15-18 ml από τον διαλύτη Α (αφού πριν εκπλυθεί η σφαιρική με 2-3 ml).



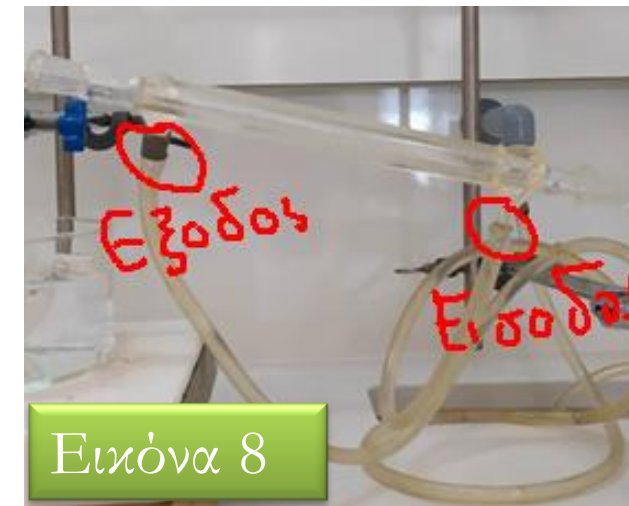
Τοποθετείται μαγνητάκι για ομαλό βρασμό και πριν εμβαπτισθεί η σφαιρική στο ελαιόλουτρο, σιουπίζεται καλά εξωτερικά ώστε να μην έχει νερό η διαλύτη.

## 2. Πειραματικό μέρος, σημείο βρασμού

Η σφαιρική στηρίζεται καλά στο clamp και προσαρμόζεται το βιδωτό επίθεμα. Σε αυτό μπαίνει το θερμομέτρο, όπως φαίνεται στην εικόνα 7, με την άκρη του θερμομέτρου στην γωνία του επιθέματος



Στην συνέχεια τοποθετείται ο ψυκτήρας, στον οποίο η είσοδος του νερού γίνεται από κάτω και η έξοδος από πάνω (εικ. 8)



Τέλος στην άκρη του ψυκτήρα προστίθεται το ράμφος απόσταξης (εικ. 9) στο οποίο συνδέουμε μια σφαιρική φιάλη των 50 ml, η οποία βυθίζεται σε παγόλουτρο



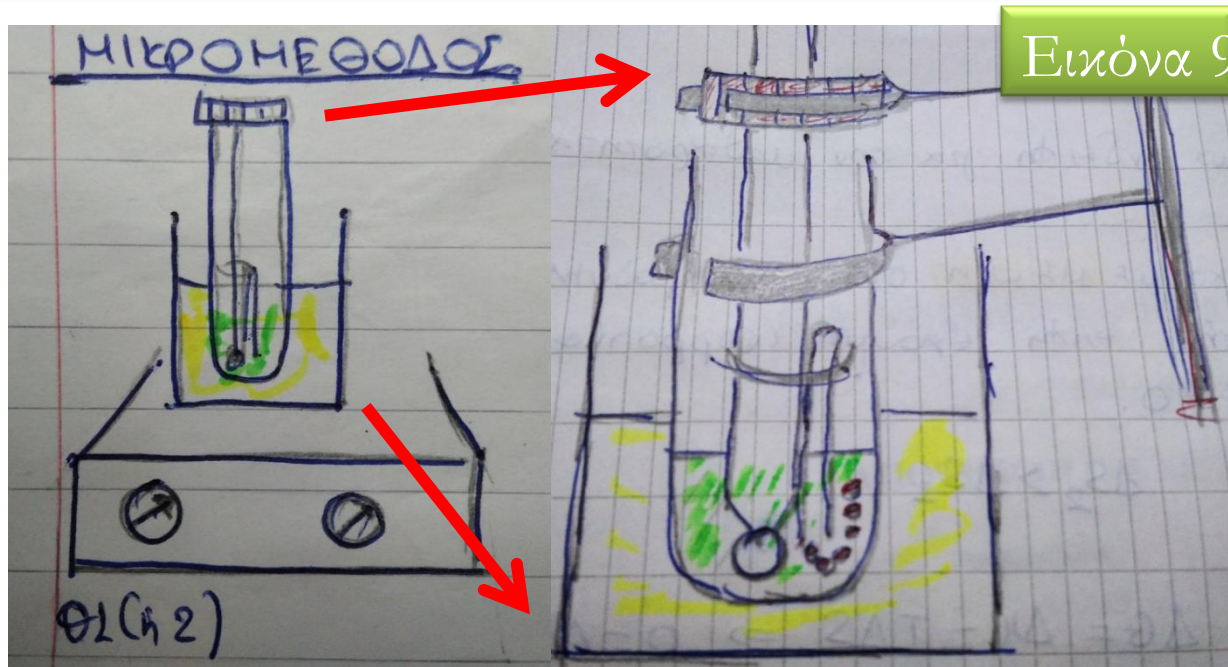
Καταγράφεται η θερμοκρασία όταν παρατηρείται συνεχή ροή αποστάγματος και σταθερή θερμοκρασία

Στο τέλος μεταφέρονται όλα στο ποτήρι Α στον απαγωγό 9

## 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 B προστίθενται 5-6 ml διαλύτη B. Μέσα στον δοκιμαστικό σωλήνα βυθίζεται θερμόμετρο στο οποίο έχει πιαστεί με μικρό ελαστικό ή αυτοκόλλητο τριχοειδής σωλήνας με το κλειστό μέρος του προς την πάνω πλευρά (εικόνα 9)



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

## 2. Πειραματικό μέρος, σημείο βρασμού

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

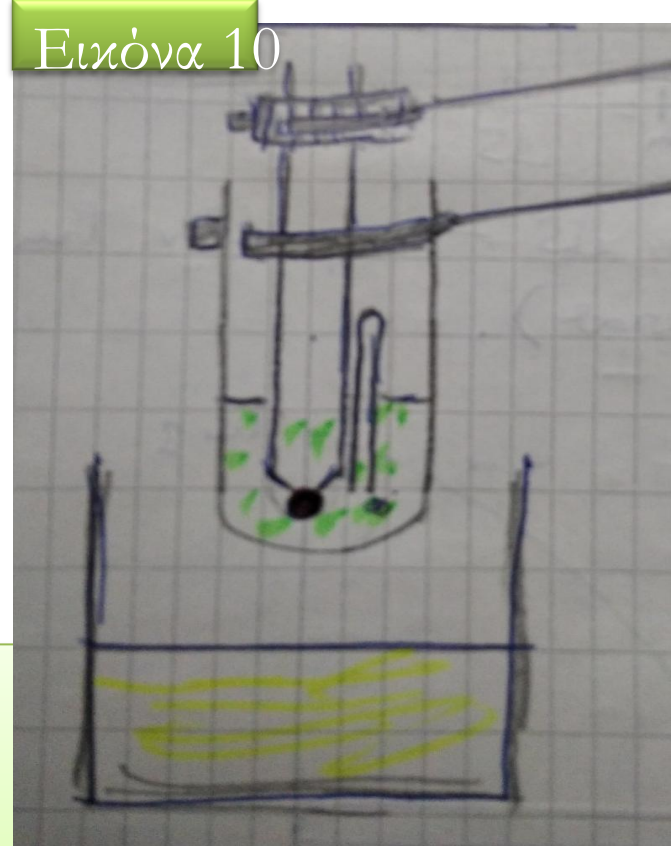
Μόλις όμως η  $T$  γίνει μεγαλύτερη από το σημείο βρασμού, τότε οι ατμοί αρχίζουν να εξέρχονται με την μορφή διαδοχικών φυσαλίδων

Σε αυτήν την στιγμή αποσύρουμε τον δοκιμαστικό από το ελαιόλουτρο και προσέχουμε μόλις βγει η τελευταία φυσαλίδα (εικ. 10) σημειώνουμε την  $T$  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:  $\Delta t = 0,00012(760 - P)(t + 273)$

Παράδοση πειραματικών αποτελεσμάτων: 1. Σημεία Τήξεως ουσιών Α, Β, Γ, Δ και 2. Σημεία βρασμού διαλυτών Α και Β

Εικόνα 10



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

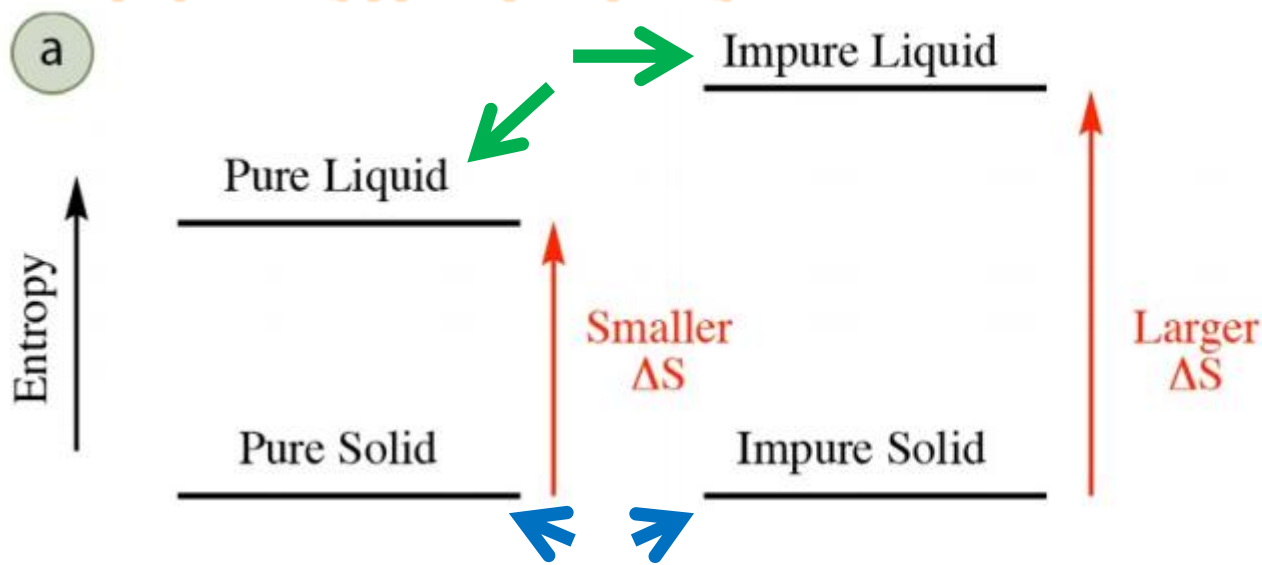
### Σημείο Τήξεως

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  $\rightarrow$  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 δηλ ενός μη-καθαρού στερεού οδηγεί σε μεγαλύτερη μεταβολή εντροπίας



b

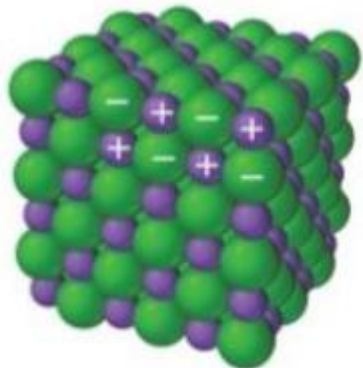
$$\Delta G^\circ = \Delta H^\circ - T\Delta S^\circ$$
$$0 = \Delta H^\circ - T\Delta S^\circ$$
$$T_{\text{melting}} = \frac{\Delta H^\circ}{\Delta S^\circ}$$

### 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<sub>2</sub>S -85,5 CHCl<sub>3</sub> -63,5 H<sub>2</sub>O 0 CH<sub>3</sub>COOH 16,6

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



NaCl(s)

Πολύ ισχυρή έλξη → υψηλά σημεία τήξης

Παράγοντες που επιδρούν

i) φορτίου ιόντος και ii) ιοντική ακτίνα

Πχ NaCl 801, MgO 2852

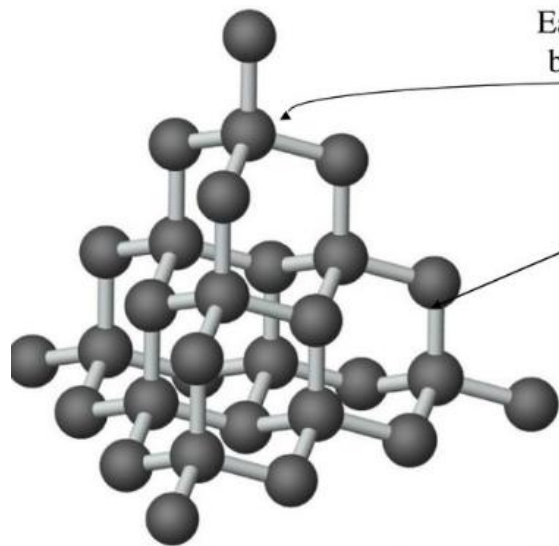
Εικόνα 11



Στερεό οξικό οξύ

### 3. Θεωρητικό υπόβαθρο

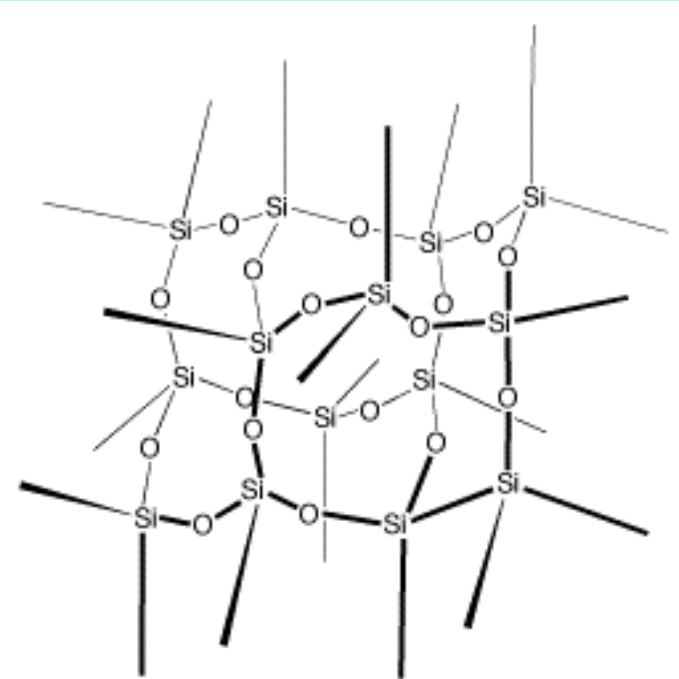
Στερεό ομοιοπολικού πλέγματος, πχ διαμάντι γραφίτης. Εδώ υπάρχει πολύ ισχυρή έλξη (χημικός δεσμός) με αποτέλεσμα να εμφανίζονται υψηλά σημεία τήξης, πχ χαλαζίας  $\text{SiO}_2$  1710, διαμάντι 4027



Each carbon is covalently bonded to FOUR others

It is a tetrahedral arrangement

There are NO MOLECULES



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

Fe, 1538 Cu 1085





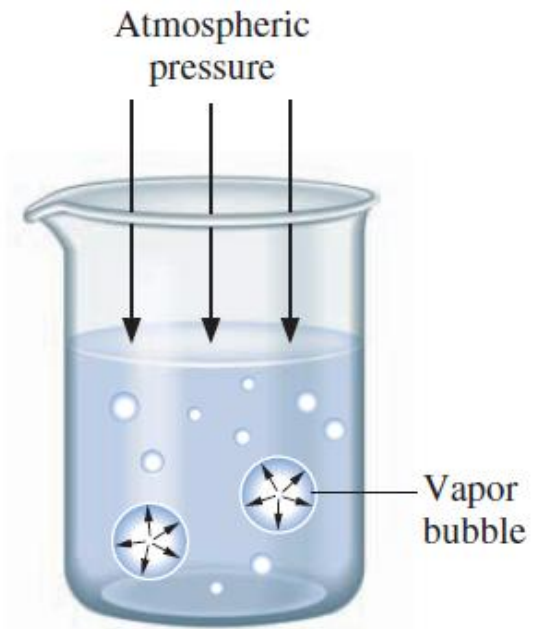
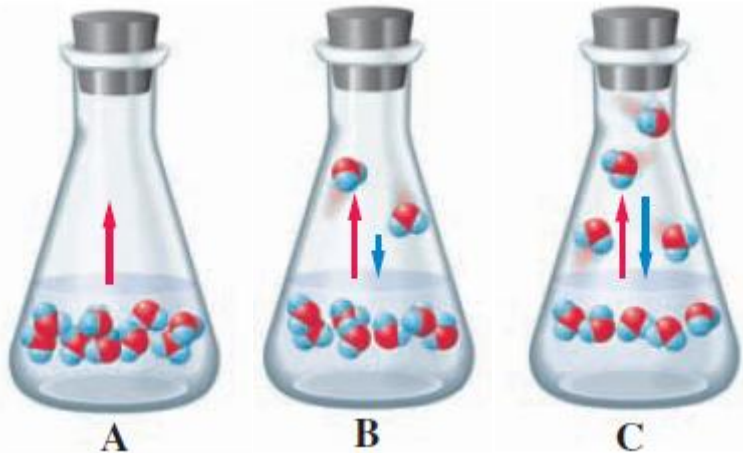
### 3. Θεωρητικό υπόβαθρο

**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  $T = \text{σταθερή}$

Στην περίπτωση του βρασμού του  $\text{H}_2\text{O}$  έχουμε  $\Delta H = 40,7 \text{ kJ/mol}$  λανθάνουσα θερμότητα εξαέρωσης



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

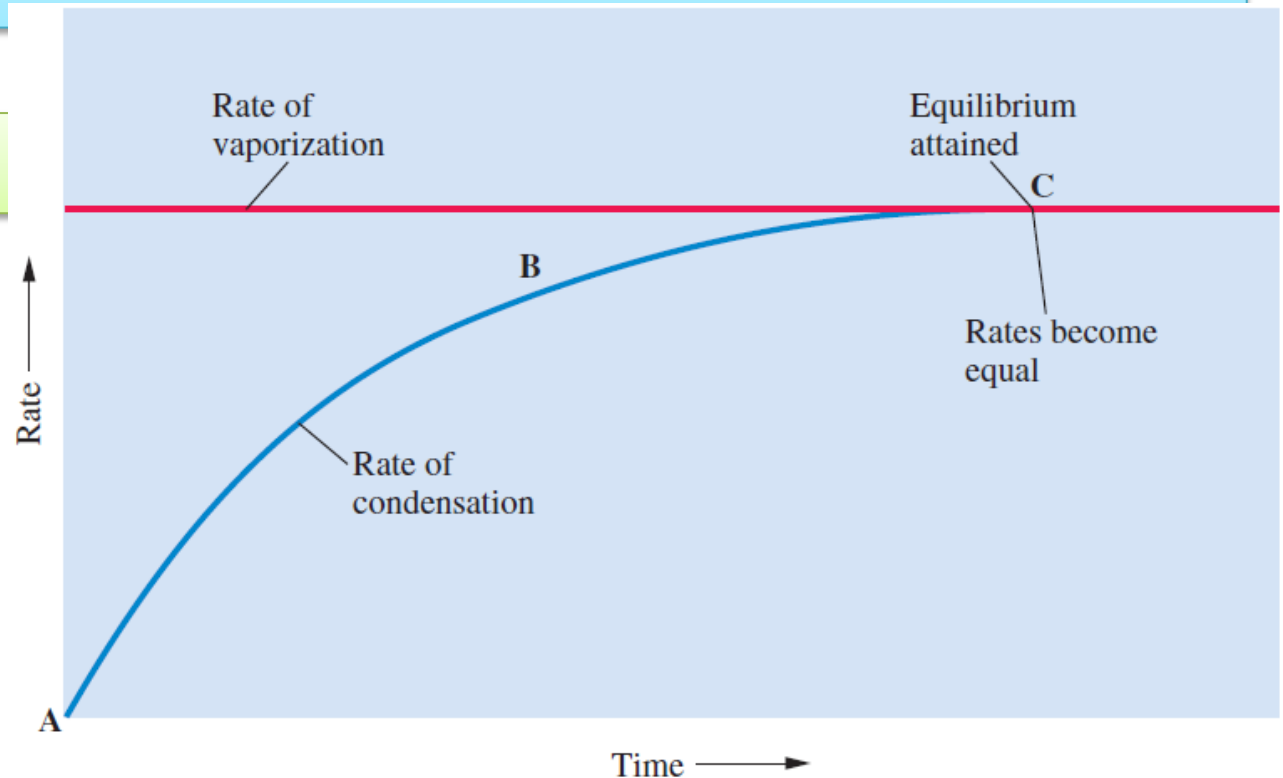
Αρχικά  $U_{\text{εξατ}} > U_{\text{υγρ}} \rightarrow U_{\text{εξατ}} = U_{\text{υγρ}}$  Δυναμική ισορροπία

### 3. Θεωρητικό υπόβαθρο

$$U_{\text{εξατ}} = \text{σταθερή} = K_1,$$

εξαρτάται από την φύση των διαμοριακών δυνάμεων του υγρού και την θερμοκρασία

$$U_{\text{υγρ}} = K_2[\text{H}_2\text{O}]_{(g)}$$



Στην ισορροπία

$$U_{\text{εξατ}} = U_{\text{υγρ}} \quad \rightarrow \quad K_1 = K_2[\text{H}_2\text{O}]_{(g)} \quad \rightarrow \quad K_1/K_2 = [\text{H}_2\text{O}]_{(g)} = K_c$$

$$K_p = P_{\text{H}_2\text{O}} = [\text{H}_2\text{O}]_{(g)} RT = K_1/K_2 RT = \text{σταθερή} = P^\circ \quad \text{τάση ατμών}$$

### 3. Θεωρητικό υπόβαθρο

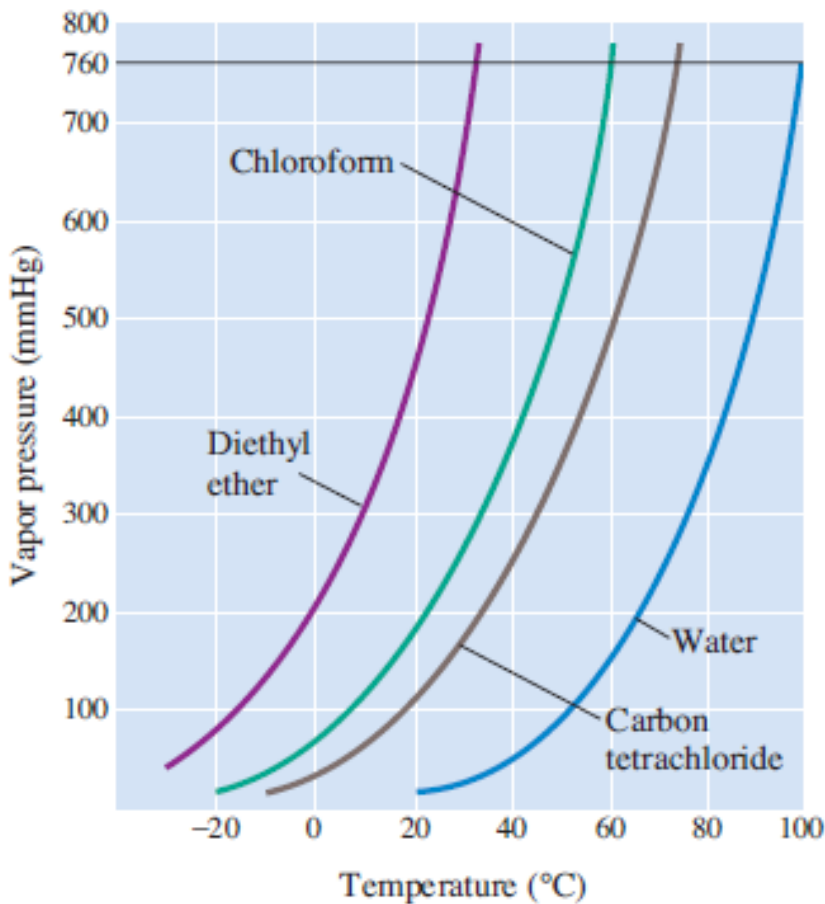
Για την εύρεση της τάσης ατμών σε διαφορετική θερμοκρασία χρησιμοποιούμε την εξίσωση

Clausius–Clapeyron equation

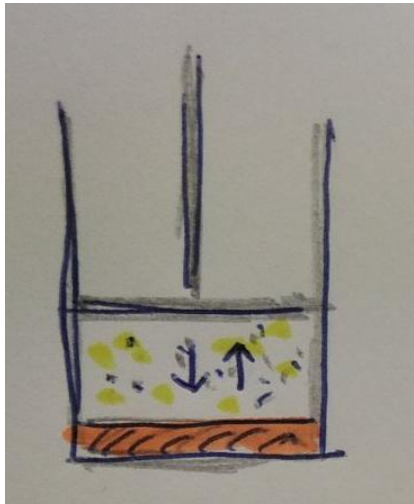


$$\ln \frac{P_2}{P_1} = \frac{\Delta H_{\text{vap}}^\circ}{R} \left( \frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right)$$

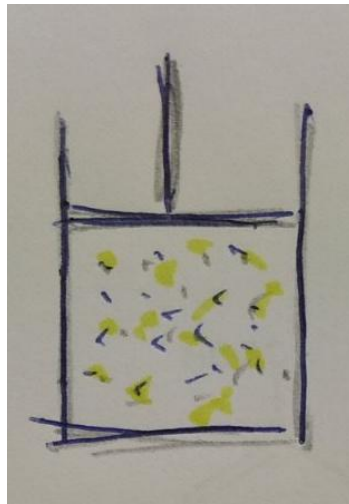
Για την εύρεση της πίεσης των ατμών χρησιμοποιείται και η καταστατική εξίσωση  $PV=nRT$ , όπου  $n$  είναι τα moles στην αέρια φάση



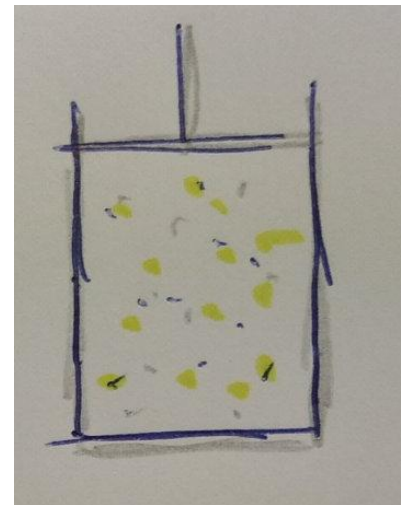
### 3. Θεωρητικό υπόβαθρο



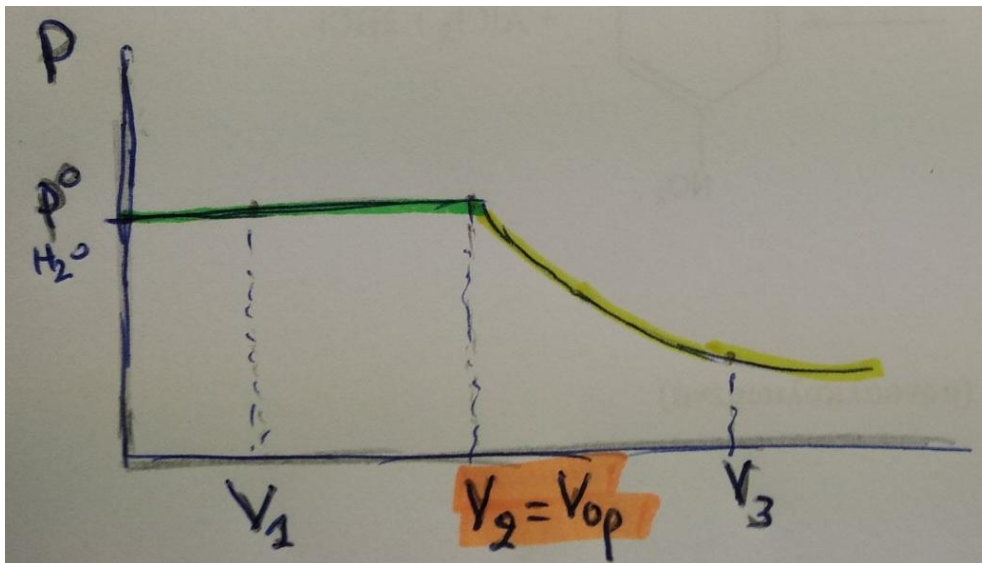
$V_1, P = P^o_{H_2O}$   
Κορεσμένος ατμός



$V_2 = V_{oρ}, P = P^o_{H_2O}$   
Κορεσμένος ατμός



$V_3, P < P^o_{H_2O}$   
Ακόρεστος ατμός

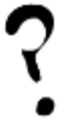


$$P = nRT/V$$

## 4. Λυμένα παραδείγματα

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

Can you answer?



- A. Προσθήκη μικρής ποσότητα υγρού νερού ( $T = \text{σταθ}$ )
- B. Προσθήκη υδρατμών ( $T = \text{σταθ}$ )
- Γ. Αύξηση της θερμοκρασίας ( $V = \text{σταθ}$ )
- Δ. Ελάττωση του όγκου ( $T = \text{σταθ}$ )
- Ε. Αύξηση του όγκου ( $T = \text{σταθ}$ )

## 4. Λυμένα παραδείγματα

Σε κενό δοχείο 10 λίτρων βάζουμε 3 γραμ H<sub>2</sub>O σε 0°C. Παρατηρούμε ότι εξατμίζονται 1 γραμ και επέρχεται ισορροπία.

Αν σε ένα άλλο δοχείο πάλι 10 λίτρων και στην ίδια 0 βάλουμε 6 γραμ H<sub>2</sub>O, 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

Can you answer?



## 4. Λυμένα παραδείγματα

Σε κενό δοχείο όγκου 24,6 λίτρων εισάγονται 2,5 ml αιθανόλης. Αν η  $\theta=27^{\circ}\text{C}$  να υπολογιστούν

1. Η μάζα της αιθανόλης που θα μείνει στην υγρή φάση

2. Η πίεση στο δοχείο

$P^{\circ}=76 \text{ mmHg}$ ,  $d=0,8 \text{ g/ml}$

1. Θεωρητικά

$$P^{\circ}V=nRT \rightarrow n=0,1 \text{ mol} \rightarrow m=0,1*46=4,6 \text{ gr}$$

$$\text{Εμείς έχουμε } d=m/V \rightarrow m=2 \text{ gr}$$

Άρα ακόρεστο δλδ εξατμίζεται όλο

2.  $PV=nRT \rightarrow$

$$P=nRT/V=0,044*0,082*300/24,6=0,044 \text{ Atm}$$

$$\text{ή } 0,044*760=33,44 \text{ mmHg}$$

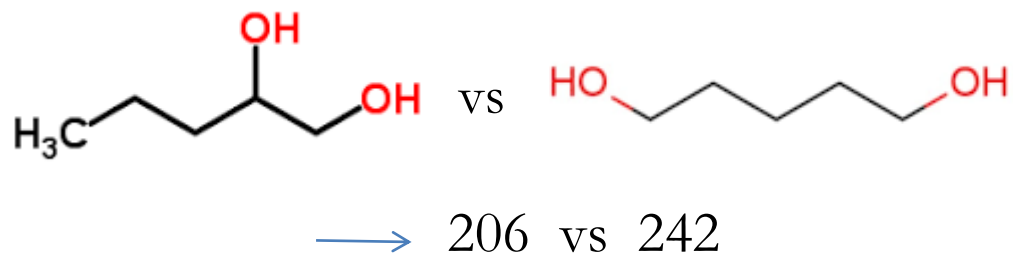
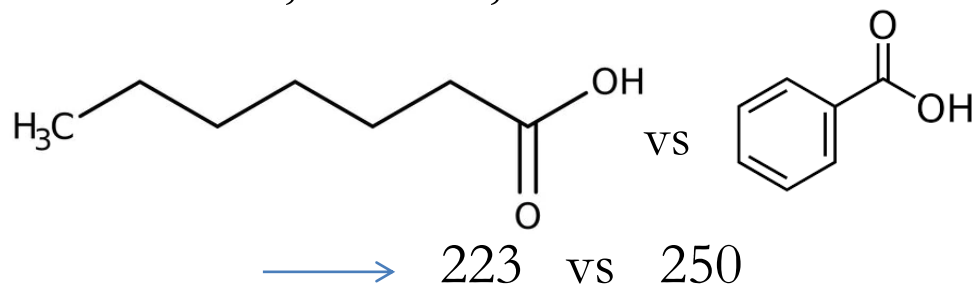
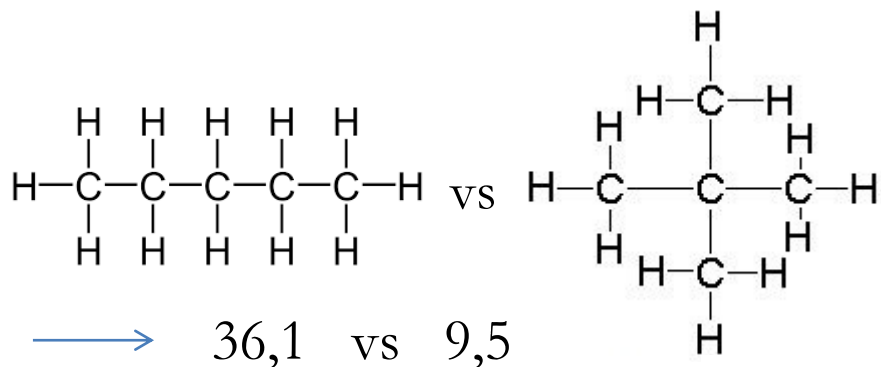
$$n=m/M_r \rightarrow n=2/46=0,044$$

Can you answer?



## 4. Λυμένα παραδείγματα

Ποια ένωση έχει μεγαλύτερο σημείο βρασμού και γιατί;



Can you answer?





## 5. Ασκήσεις για αναφορά

### ΟΜΑΔΑ Α

2. Ασκ. 4 σελίδα 22 σημειώσεων

1. Ασκ. 1 σελίδα 17 σημειώσεων

3. Ασκ. 10 σελίδα 22 σημειώσεων

1. Σε κενό δοχείο όγκου 16,4 L προστίθενται 18,5 gr ατμών διαίθυλαιθέρα ( $M_r=74$ ), σε  $T=0^\circ\text{C}$ . 1. Να εξετασθεί αν θα γίνει υγροποίηση των ατμών, 2. Ποια θα είναι η τελική μάζα των ατμών στο δοχείο. Δίνεται η τάση ατμών του διαίθυλαιθέρα στους  $0^\circ\text{C}$ ,  $P^\circ=190\text{ mmHg}$

2. Άσκηση 4 σελίδα 22 σημειώσεων

3. Άσκηση 10 σελίδα 22 σημειώσεων

### ΟΜΑΔΑ Β

1. Σε κενό δοχείο όγκου 24,6 L που φέρει κινητό έμβολο εισάγοντας 15 gr υγρού Α. Η  $\Theta=27^\circ\text{C}$  σταθερή Α) Ποια η μάζα του Α που θα παραμείνει στην υγρή φάση; Β) Διατηρώντας σταθερή τη  $\Theta$  αυξάνουμε τον όγκο του δοχείου i) Ποιος είναι ο ελάχιστος όγκος ώστε να εξατμισθεί όλο το υγρό, ii) Ποια θα είναι η πίεση στο δοχείο αν ο όγκος του δοχείου γίνει 60 L. Δίνονται η τάση ατμών του υγρού στην θερμοκρασία  $\Theta$   $P^\circ_A=0,1\text{ Atm}$ ,  $M_r=75$  και  $R=0,082$

### ΟΜΑΔΑ Γ

2. Άσκηση 4 σελίδα 22 σημειώσεων

3. Άσκηση 10 σελίδα 22 σημειώσεων