

# ΠΕΙΡΑΜΑ 1

## ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΣΗΜΕΙΟΥ ΤΗΞΗΣ ΚΑΙ ΣΗΜΕΙΟΥ ΒΡΑΣΜΟΥ ΟΡΓΑΝΙΚΩΝ ΕΝΩΣΕΩΝ

### 1. ΣΗΜΕΙΟ ΤΗΞΗΣ

#### Θεωρητικό μέρος

Συχνά είναι αναγκαίο να υπάρχει η δυνατότητα της πιστοποίησης της καθαρότητας μια ουσίας προτού αυτή χρησιμοποιηθεί. Η διαδικασία αυτή, στηρίζεται συνήθως σε ορισμένες φυσικές σταθερές που έχει κάθε ουσία, όπως το σημείο βρασμού για τα υγρά, το σημείο τήξης για τα στερεά, το δείκτη διάθλασης και η πυκνότητα συνήθως για τα υγρά και η στροφική ικανότητα για υγρές και στερεές ουσίες που έχουν οπτική ισομέρεια.

Συνήθως μόνο με τον προσδιορισμό μιας ή περισσότερων φυσικών σταθερών μπορούμε να διαπιστώσουμε την καθαρότητα μιας οργανικής ουσίας, όχι όμως και να πιστοποιήσουμε ποια είναι. Για την πιστοποίηση χρειάζονται και άλλες μέθοδοι, όπως είναι η χρωματογραφία και η φασματοσκοπία.

**Το σημείο τήξης κρυσταλλικής ουσίας είναι η θερμοκρασία στην οποία περνά από τη στερεή μορφή στην υγρή υπό πίεση μίας ατμόσφαιρας.** Θεωρητικά μπορούμε να ορίσουμε σαν σημείο τήξης τη θερμοκρασία στην οποία, υπάρχει ισορροπία μεταξύ στερεής και υγρής φάσης μιας ουσίας. Αποτελεί συνήθως την πρώτη μέτρηση που κάνουμε για να διαπιστώσουμε την καθαρότητα ενός στερεού, γιατί έχει τα εξής πλεονεκτήματα:

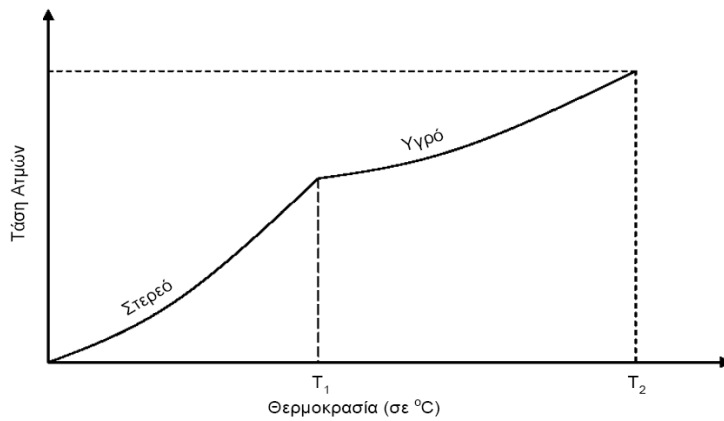
1. Επηρεάζεται ελάχιστα από την μεταβολή της πίεσης, αν και υπακούει στην εξίσωση Clausius – Clapeyron:

$$\left(\frac{dP}{dT}\right)_{P,V} = \frac{\Delta H}{T\Delta V}$$

Αυτό συμβαίνει γιατί η μεταβολή του όγκου κατά την τήξη είναι πρακτικά αμελητέα  $\Delta V = \text{σταθερό}$ .

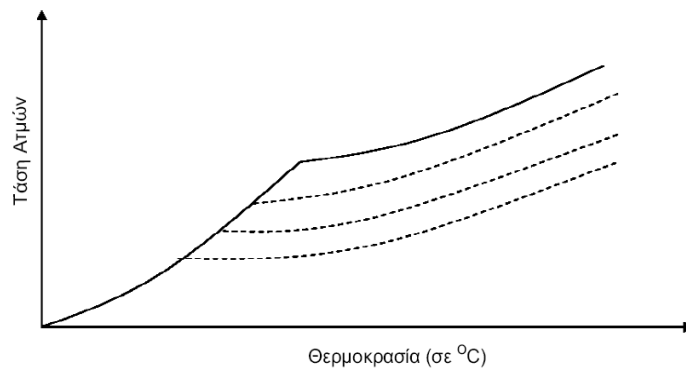
2. Ο προσδιορισμός του σημείου τήξης είναι γρήγορος, και εύκολος. Χρειάζεται απλά και φτηνά όργανα και απαιτείται ελάχιστη ποσότητα από την ουσία (1 – 2 mg).

Η ισορροπία στερεής και υγρής φάσης αποκαθίσταται όταν η τάση ατμών της στερεής φάσης γίνεται ίση με την τάση ατμών της υγρής φάσης. Το παρακάτω διάγραμμα δίνει την μεταβολή της τάσης ατμών συναρτήσει της θερμοκρασίας για τη στερεή και υγρή φάση (**σχήμα 1.1**). Οι θερμοκρασίες  $T_1$  και  $T_2$  είναι αντίστοιχα το σημείο τήξης και το σημείο βρασμού της ουσίας.



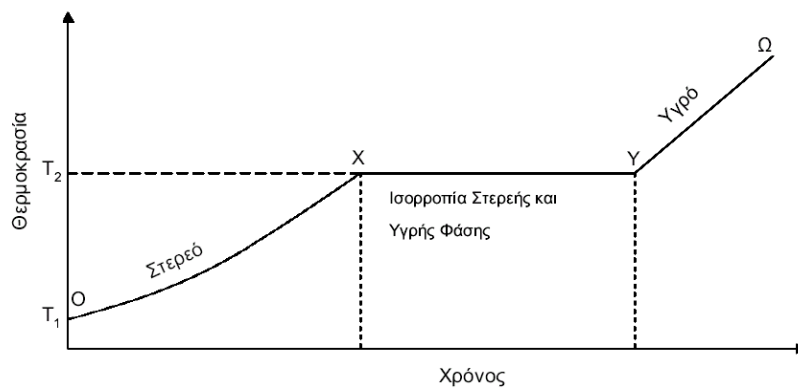
**Σχήμα 1.1**

Όταν υπάρχουν προσμίξεις το σημείο τήξης της ουσίας μας γίνεται χαμηλότερο και δεν είναι συγκεκριμένο, παρουσιάζει εύρος. Δηλαδή ενώ το σημείο τήξης μιας καθαρής κρυσταλλικής ουσίας είναι απότομο και συγκεκριμένο (η διαφορά μεταξύ τέλους και αρχής της δεν ξεπερνά τους 2°C, όταν υπάρχουν προσμίξεις το σημείο τήξης δεν είναι απότομο αλλά έχει εύρος από 2°C ως και 20°C. (Σχήμα 1.2)



**Σχήμα 1.2**

Παρακάτω δίνεται το διάγραμμα του φαινομένου της τήξης μιας καθαρής κρυσταλλικής ουσίας, που δίνει τη μεταβολή της θερμοκρασίας συναρτήσει του χρόνου. (Σχήμα 1.3).

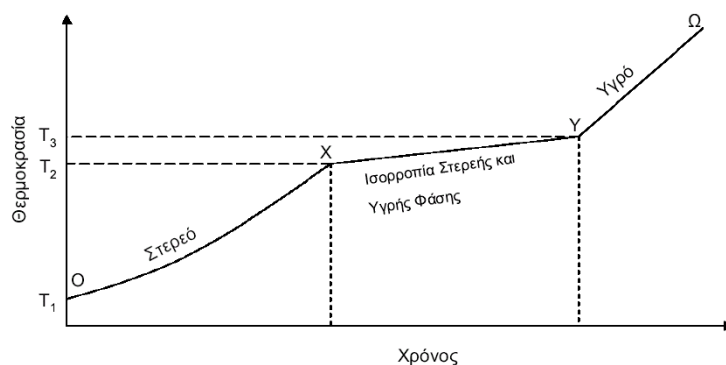


**Σχήμα 1**

Το τμήμα OX της καμπύλης δείχνει το χρόνο που κάνει ουσία για να ανεβάσει τη θερμοκρασία της από  $T_1$  σε  $T_2$ . Σ' αυτό το τμήμα της καμπύλης αυξάνονται το πλάτος και συχνότητα των ταλαντώσεων των ατόμων

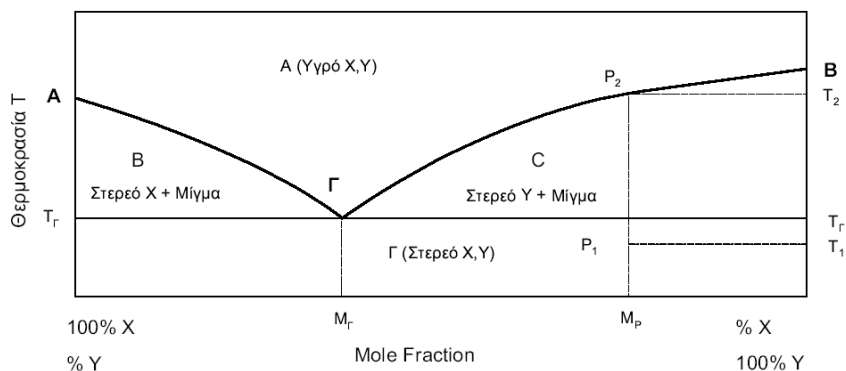
και των κρυστάλλων χωρίς να καταστραφεί το κρυσταλλικό πλέγμα. Στο τμήμα ΧΥ που είναι παράλληλο ή σχεδόν παράλληλο με τον άξονα του χρόνου, υπάρχει συνύπαρξη στερεής και υγρής φάσης, και η θερμοκρασία που δίνουμε χρησιμοποιείται στο να καταστραφεί το κρυσταλλικό πλέγμα. Αυτή η θερμοκρασία ονομάζεται **λανθάνουσα θερμοκρασία τήξης** και είναι, η ενέργεια που χρειάζεται για να υπερνικηθούν όλες οι ελκτικές δυνάμεις που υπάρχουν ανάμεσα στα δομικά στοιχεία της κρυσταλλικής ένωσης, και τελικά μεταφέρεται στην υγρή φάση.

Η θερμοκρασία  $T_2$  μας δίνει το σημείο τήξης της ένωσης. Στο σημείο Υ έχει ολοκληρωθεί η τήξη και το τμήμα ΥΩ δίνει τη μεταβολή της θερμοκρασίας της υγρής φάσης συναρτήσει του χρόνου. Όταν η κρυσταλλική ουσία δεν είναι καθαρή τότε το σημείο τήξης δεν είναι απότομο δηλαδή, το τμήμα ΧΥ δεν είναι παράλληλο με τον άξονα των χρόνων, αλλά η τήξη του ολοκληρώνεται μέσα σε μια περιοχή θερμοκρασιών που έχουν εύρος μεγαλύτερο από  $2\text{ }^\circ\text{C}$ . Το σημείο τήξης εδώ είναι η θερμοκρασία  $(T_3 - T_2)$ . (Σχήμα 1.4).



Σχήμα 1.4

Αν έχουμε δύο κρυσταλλικές ουσίες πλήρως αναμιξιμες Χ και Υ με αντίστοιχα σημεία τήξης Α και Β, το παρακάτω διάγραμμα δείχνει τη μεταβολή του σημείου τήξης του μίγματος συναρτήσει της σύστασης του (Σχήμα 1.5).



Σχήμα 1.5

Η καμπύλη ΑΓ δείχνει πως ελαττώνεται το σημείο τήξης του συστατικού Χ όταν προσθέτουμε όλο και αυξανόμενες ποσότητες της ουσίας και η καμπύλη ΒΓ δείχνει αντίστοιχα τη μεταβολή του σημείου τήξης της Υ όταν προσθέσουμε όλο και αυξανόμενες ποσότητες της ουσίας Χ. Το σημείο τομής των καμπυλών ΑΓ και ΒΓ δηλαδή το Γ μας δίνει τη σύσταση του μίγματος των ουσιών Χ και Υ στο οποίο αντιστοιχεί το χαμηλότερο σημείο τήξης

και το μίγμα με αυτή τη σύσταση χαρακτηρίζεται σαν **ευτηρικό μίγμα** και έχει τεράστιες εφαρμογές στην μεταλλουργία.

### **Μικτό σημείο τήξης**

Με τη μέτρηση του σημείου τήξης μιας κρυσταλλικής ένωσης διαπιστώνεται η καθαρότητα της και παράλληλα μια ένδειξη για την ταυτότητα της, δεν μπορεί όμως να ταυτοποιηθεί, γιατί υπάρχουν αρκετές ουσίες με το ίδιο σημείο τήξης π.χ. βενζοϊκό οξύ έχει σ.τ. 122°C και ο ηλεκτρικός ανυδρίτης 120°C. Για την ταυτοποίηση μιας ουσίας μπορεί να χρησιμοποιηθεί η τεχνική του μικτού σημείου τήξης. Έτσι αν δύο ουσίες X και Y έχουν ίδια σημεία τήξης, το μίγμα X και Y θα έχει σημείο τήξης χαμηλότερο από αυτό που έχουν η X και Y γιατί η μια ουσία λειτουργεί σαν πρόσμιξη για την άλλη ουσία. Έστω πχ ότι παρασκευάστηκε οργανική ουσία και υπάρχει η υπόνοια ότι είναι το βενζοϊκό οξύ. Μετρείται το σημείο τήξης της και προσδιορίζεται ότι είναι 122°C, όσο δηλαδή είναι και του βενζοϊκού οξέος. Στη συνέχεια για να ελεγχθεί το κατά πόσον είναι πράγματι βενζοϊκό οξύ εφαρμόζεται η τεχνική του "μικτού σημείου τήξης". Μετρείται το σημείο τήξεως ενός μίγματος της ουσίας που παρασκευάστηκε με πρότυπο βενζοϊκό οξύ. Αν και το μίγμα έχει σημείο τήξης 122°C, τότε η ουσία είναι το βενζοϊκό οξύ, ενώ αν είναι χαμηλότερο από 122°C σημαίνει ότι δεν είναι βενζοϊκό οξύ αλλά κάποια άλλη ουσία που μπορεί να έχει σημείο τήξης 122°C.

## **ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ**

### **Απαιτούμενα Όργανα και Αντιδραστήρια**

1. Τριχοειδείς σωλήνες, 2. Ηλεκτρική πλάκα, 3. Θερμόμετρο 0-250 °C, 4. Λαβίδα προχοϊδας , 5. Ιγδίο πορσελάνης, 6. Ποτήρι ζέσεως 100ml, 7. Ηλεκτρική συσκευή προσδιορισμού σημείου τήξης, 8. Έλαιο σιλικόνης, 9. Ακέτυλσαλικυλικό οξύ, 10. Βενζοϊκό οξύ 11. ο-μέθυλο-βενζοϊκό οξύ, 12. L-τρογικό οξύ

### **Μέρος Α**

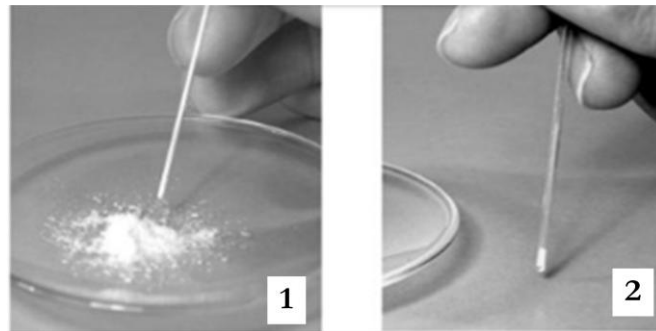
#### **Προσδιορισμός του σημείου τήξης του Βενζοϊκού και ο-μέθυλο-βενζοϊκού οξέος**

#### **Χρήση απλής διάταξης με ελαιόλουτρο σιλικόνης**

#### **Βήμα 1.**

Δείγμα από την οργανική ουσία (βενζοϊκό οξύ και ο-μέθυλο-βενζοϊκό οξύ) της οποίας πρόκειται να μετρηθεί το σημείο τήξης λειοτριβείται πολύ καλά και στη συνέχεια μεταφέρεται η απαιτούμενη ποσότητα σε τριχοειδή σωλήνα που έχει εσωτερική διάμετρο 1–1,5 mm. Ο σωλήνας είναι κλειστός το ένα άκρο και η μεταφορά της ουσίας επιτυγχάνεται με πίεση του ανοιχτού άκρου μέσα στο δείγμα μερικώς. Το καλό πακετάρισμα της ουσίας στον σωλήνα επιτυγχάνεται με κτυπήματα του τριχοειδή πάνω σε σκληρή επιφάνεια μεταφέροντας έτσι πλήρως το δείγμα στο κλειστό άκρο του σωλήνα (Αυτό μπορεί να γίνει πιο γρήγορα και ασφαλέστερα αν ρίχνεται ο τριχοειδής από ύψος περίπου 70 cm μέσα σε έναν σωλήνα). Η χρησιμοποίηση περίπου 3 mgr δείγματος (όπως

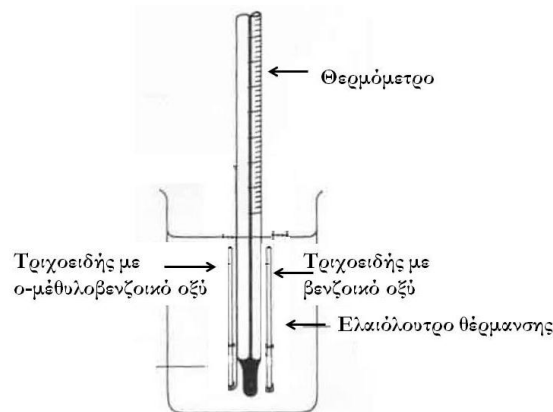
φαίνεται στην εικόνα 2) είναι αραιετά. Κάθε ομάδα ετοιμάζει 2 τριχοειδείς, έναν με βενζοϊκό οξύ και έναν με ο-μέθυλο-βενζοϊκό οξύ



*Εικόνες 1 & 2*

## **Βήμα 2**

Στερεώνονται δύο τριχοειδείς αντιδιαμετρικά σε θερμοόμετρο έτσι ώστε το δείγμα σε κάθε περίπτωση να είναι κοντά στον υδράργυρο του θερμομέτρου και το όλο σύστημα το βυθίζεται σε ένα ελαιόλουτρο σιλικόνης. Η θέρμανση του λουτρού γίνεται αργά περίπου άνοδο  $5^{\circ}\text{C}$  το λεπτό ώστε η μέτρηση να γίνει σωστά.



*Εικόνα 3*

Για να έχουμε ομοιογενή θερμοκρασία είναι αναγκαία η χρησιμοποίηση αναδευτήρα. Αν ξέρουμε με ποια ουσία δουλεύουμε τότε ξέρουμε και το σημείο τήξης της, είναι καλύτερα να έχουμε στην αρχή γρήγορη θέρμανση και όταν φτάσουμε  $20^{\circ}\text{C}$  κάτω από το αναμενόμενο σημείο τήξης, να μετριάσουμε την ταχύτητα της θέρμανσης στους  $2^{\circ}\text{C}$  ανά λεπτό. Υπάρχουν πολλές συσκευές μέτρησης σημείου τήξης, που είναι πολύ απλές και η λειτουργία τους φαίνεται στα παρακάτω σχήματα.

## **Μέρος Β**

**Ταυτοποίηση ενός αγνώστου δείγματος με τη μέθοδο του μικτού σημείου τήξης.**

Κάθε ομάδα λαμβάνει άγνωστο δείγμα, που θα μπορούσε να είναι ένα από τα α) ακετυλσαλικυλικό οξύ, β) βενζοϊκό οξύ και γ) L-τρουγικό οξύ. Δημιουργεί τρία μίγματα του αγνώστου της διαδοχικά και με τις τρεις ουσίες που θα μπορούσε να είναι. Ετοιμάζονται 3 τριχοειδείς σωλήνες όπως περιγράφεται στο Βήμα 1 του Μέρους Α. Στην συνέχεια μετρείται το σημείο τήξης τους ταυτόχρονα και των τριών τριχοειδών στην ηλεκτρική συσκευή μέτρησης (βλ εικόνα).



### Ασκήσεις - Ερωτήσεις

1. Στο μέρος Α του παραπάνω πειράματος ποια είναι τα σημεία τήξεως που καταγράψατε; Παρατηρείται κάποια διαφορά; Πως δικαιολογείται;
2. Κατατάξετε τις παρακάτω ενώσεις κατά σειρά αυξανόμενου σημείου τήξεως:  
α) Τολουόλιο, β) Βενζόλιο γ) Φαινόλη γ) Βενζαλδεΰδη
3. Κατατάξετε τις παρακάτω ενώσεις κατά σειρά αυξανόμενου σημείου τήξεως:  
α) Βενζοϊκό οξύ , β) Σαλικυλικό οξύ, γ) Γαλλικό οξύ
4. Γιατί το ιωδοφόρμιο έχει πολύ μεγαλύτερο σημείο τήξεως σε σχέση με το χλωροφόρμιο;
5. Παρασκευάσθηκε στο εργαστήριο οργανική ένωση που πιθανολογείται ότι είναι κιτρικό οξύ. Με ποιο τρόπο χρησιμοποιώντας μόνο την τεχνική του σημείου τήξεως θα είναι δυνατόν να επιβεβαιωθεί.  
(Το σ.τ. του κιτρικού οξέος είναι 153–154 °C)
6. Η όρθο ή η πάρα νιτροφαινόλη έχει μεγαλύτερο σημείο τήξης;
7. Γιατί το MgO έχει μεγαλύτερο σημείο τήξης από το NaCl και από το BaO

## 2. ΣΗΜΕΙΟ ΒΡΑΣΜΟΥ

### Θεωρητικό μέρος

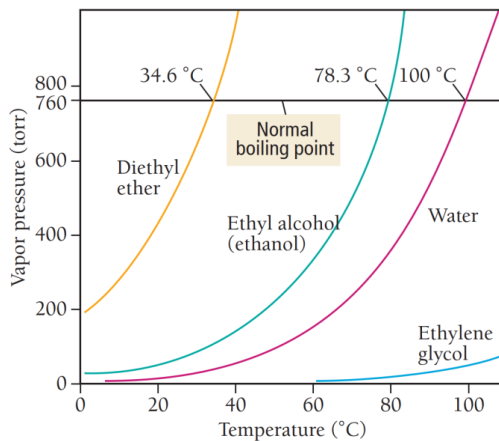
Εάν τοποθετηθεί υγρό σε ένα κλειστό δοχείο, έτσι ώστε να υπάρχει και ελεύθερος χώρος, τότε μόρια του υγρού από την επιφάνεια του, λόγω της κινητικής τους ενέργειας μεταβαίνουν στον ελεύθερο χώρο, και αντίστροφα, μόρια από τον ελεύθερο χώρο συμπυκνώνονται και επανέρχονται στην υγρή φάση. Μέσα σε λίγο χρονικό διάστημα η ταχύτητα εξάτμισης εξισώνεται με την ταχύτητα συμπύκνωσης των μορίων του ατμού. Τότε υπάρχει κατάσταση ισορροπίας όπου ο ατμός θεωρείται κορεσμένος και η πίεση του λέγεται τάση κορεσμένων ατμών στη συγκεκριμένη θερμοκρασία του πειράματος. Όταν αυξάνεται η θερμοκρασία αυξάνεται και η τάση ατμών του υγρού λόγω του ότι η αυξημένη ενέργεια που δίνεται υπερνικά ευκολότερα τις ελκτικές δυνάμεις που υπάρχουν μεταξύ των μορίων του υγρού. Η τάση ατμών επομένως εξαρτάται από την φύση της ουσίας, την ισχύ, δηλαδή, των διαμοριακών της δυνάμεων που προκύπτουν από την μοριακή της δομή και από την θερμοκρασία την ενέργεια που δίδεται στα μόρια της υγρής φάσης από το περιβάλλον.

**Η θερμοκρασία στην οποία η τάση ατμών του υγρού γίνεται ίση με την εξωτερική πίεση λέγεται σημείο βρασμού και όταν η εξωτερική πίεση είναι 1 Atm τότε μιλάμε για το κανονικό σημείο βρασμού.**

Στο σημείο βρασμού η εξάτμιση των μορίων δεν γίνεται μόνο από την επιφάνεια του υγρού αλλά από όλη τη μάζα του. Το σημείο βρασμού επηρεάζεται αραιά από την εξωτερική πίεση (εν αντιθεση όπως είδαμε από το σημείο τήξεως), έτσι ώστε μείωση της εξωτερικής πίεσης να συνεπάγεται μείωση και του σημείου βρασμού, ενώ αύξηση της εξωτερικής πίεσης να συνεπάγεται αύξηση και του σημείου βρασμού.

Κατά τη διάρκεια του βρασμού, όπως και κατά τη διάρκεια της τήξης η θερμοκρασία παραμένει σταθερή, διότι η ενέργεια που δίνεται και που λέγεται "λανθάνουσα θερμότητα ζέσεως" χρησιμοποιείται για την υπερνίκηση των ελκτικών δυνάμεων μεταξύ των μορίων του υγρού. Η λανθάνουσα ενέργεια που απαιτείται για την εξάτμιση ενός mole υγρού λέγεται "μοριακή θερμότητα εξαέρωσης".

Στο παρακάτω σχήμα δίνονται οι καμπύλες που δείχνουν τη μεταβολή της τάσης των ατμών συναρτήσει της θερμοκρασίας για διάφορα υγρά. (Σχήμα 2.1).



Σχήμα 2.1

Όταν η εξωτερική πίεση δεν είναι 1 Atm αλλά έχει μικρές αποκλίσεις από αυτή, της τάξεως των 20 mmHg, μπορεί να χρησιμοποιηθεί για πολλές υγρές οργανικές ουσίες η σχέση του J.M. Crafts

$$\Delta t = C [(760 - P)(t + 273)]$$

όπου:  $\Delta t$  = η διόρθωση του σημείου βρασμού,  $P$  = η βαρομετρική πίεση σε mmHg  $t$  = το παρατηρούμενο σημείο βρασμού,  $C$  = συντελεστής που για τα περισσότερα υγρά ισούται με 0,00012. Για το νερό και για άλλα υγρά που παρουσιάζουν σύζευξη ο συντελεστής είναι μικρότερος και ισούται με 0,00010 και για υγρά με πολύ χαμηλά σημεία βρασμού ο συντελεστής είναι μεγαλύτερος 0,00014.

Η διόρθωση του σημείου βρασμού εάν η πίεση δεν είναι 760 mmHg μπορεί να γίνει και με την εξίσωση των Clausius – Clapeyron.

$$\left(\frac{dP}{dT}\right)_{P,V} = \frac{\Delta H_{vap}}{T\Delta V} \quad (1)$$

Εάν θεωρηθεί ότι ο ατμός συμπεριφέρεται σαν ιδανικό αέριο, και αν αγνοηθεί ο όγκος του υγρού λόγω του ότι είναι πολύ μικρός σε σχέση με τον όγκο του ατμού, ολοκληρώνοντας την σχέση (1) θα καταλήξουμε στην σχέση:

$$\log \frac{P_2}{P_1} = -\frac{\Delta H_{vap}}{2,3R} \left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1}\right) \quad (2)$$

$\Delta H$  = ενθαλπία εξάτμισης του υγρού (σταθερή στην περιοχή  $T_1$  έως  $T_2$ ),  $R$  = παγκόσμια σταθερά των αερίων.

$P_1$  και  $P_2$  = οι δύο πιέσεις στις αντίστοιχες απόλυτες θερμοκρασίες  $T_1$  και  $T_2$ .

### Παράδειγμα

Η τάση ατμών του δεκανίου είναι 10 mmHg στους 55,8°C και 400 mmHg στους 150,6 °C. Να ευρεθεί :  
α) Ενθαλπία εξάτμισης (αν θεωρηθεί σταθερή), β) Το κανονικό σημείο βρασμού, γ) Η τάση ατμών στους 100 °C.

### **Λύση**

$$\log \frac{P_2}{P_1} = -\frac{\Delta H}{2,3R} \left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1}\right) \Leftrightarrow$$

$$\log \frac{400}{10} = -\frac{\Delta H}{2,3 \times 1,99} \left(\frac{1}{423,7} - \frac{1}{328,9}\right) \Leftrightarrow$$

$$\Delta H = 10800 \text{ cal/mol}$$

Για την εύρεση του κανονικού σημείου βρασμού  $T_b$  πάρουμε πάλι την εξίσωση



$$\log \frac{P_2}{P_1} = -\frac{\Delta H}{2,3R} \left( \frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right) \Leftrightarrow$$

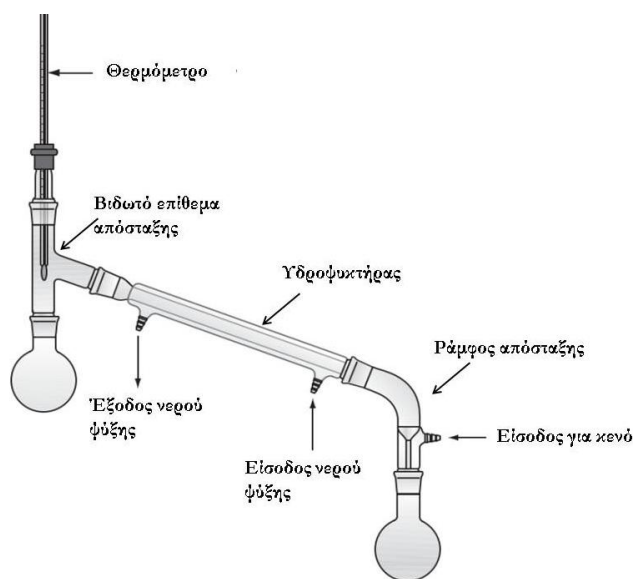
$$\log \frac{760}{10} = -\frac{10800}{2,3 \times 1,99} \left( \frac{1}{T_b} - \frac{1}{328,9} \right) \Leftrightarrow$$

$$\log \frac{P_2}{10} = -\frac{10800}{2,3 \times 1,99} \left( \frac{1}{373,1} - \frac{1}{328,9} \right) \Leftrightarrow$$

$$P_2 = 70,8 \text{ mmHg}$$

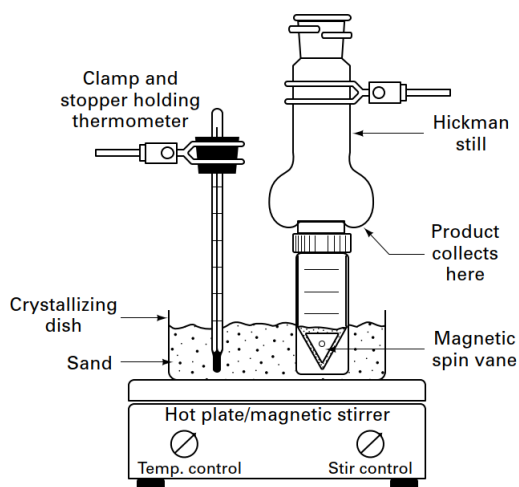
$$T_b = 446 \text{ K}$$

Εάν διαθέτουμε ποσότητα υγρού της τάξης των 15 ml μπορούμε να βρούμε το σημείο βρασμού με απλή απόσταξη. (Σχήμα 2.2).

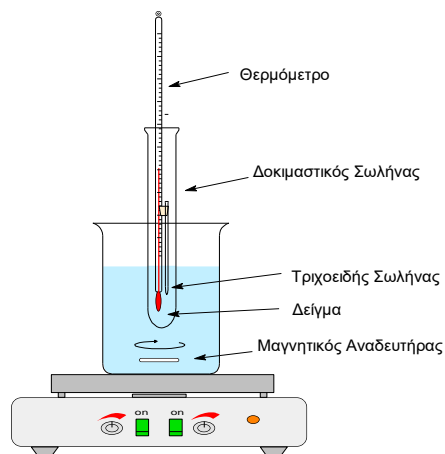


Σχήμα 2.2

Για πολύ μικρές ποσότητες ουσίας, το σημείο βρασμού μπορεί να προσδιορισθεί με κάποια μικρομέθοδο, όπως είναι αυτή που χρησιμοποιεί τη συσκευή Hickman (Σχήμα 2.3) ή την συσκευή Siwoloboff (Σχήμα 2.4)



Σχήμα 2.3



Σχήμα 2.4

Στο εργαστήριο θα χρησιμοποιηθεί η συσκευή Siwoloboff. Η διάταξη είναι απλή και αποτελείται από ένα σωλήνα εσωτερικής διαμέτρου περίπου 10 mm στον οποίο τοποθετείται δείγμα περίπου 2 ml. Μέσα στο σωλήνα αυτό βάζουμε ένα θερμόμετρο στο οποίο εφάπτεται ένας τριχοειδής σωλήνας εσωτερικής διαμέτρου 1–1,5 mm ανοιχτός στο κάτω άκρο που έρχεται σε επαφή με το δείγμα και κλειστό στο άνω άκρο. Το όλο σύστημα το βυθίζουμε σε ένα ποτήρι ζέσεως που έχει σαν λουτρό σιλικόνη.

## ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

### Απαραίτητα όργανα και ουσίες

1. Φιάλη απόσταξης 25 ή 50 ml,
2. Βιδωτό επίθεμα απόσταξης,
3. Θερμόμετρο 0–250°C
4. Υδροψυκτήρας,
5. Ράμφος απόσταξης,
6. Τριχοειδείς σωλήνες 1–1,5 mm (διαμέτρου)
7. Σωλήνες διαμέτρου 5 mm,
8. Ποτήρι ζέσης 50 ml,
9. Θερμαντική πλάκα,
10. 1-προπανόλη,
11. 2-προπανόλη

### Μέρος Α

#### Προσδιορισμός σημείου βρασμού 1-προπανόλης με απλή απόσταξη

Σε σφαιρική φιάλη των 25 ml, μεταφέρονται 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, σκουπίζεται καλά εξωτερικά ώστε να μην έχει νερό η διαλύτη. Η σφαιρική στηρίζεται καλά και προσαρμόζεται το βιδωτό επίθεμα. Σε αυτό μπαίνει το θερμόμετρο, 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. Τέλος στην άκρη του ψυκτήρα προστίθεται το ράμφος απόσταξης στο οποίο συνδέουμε μια σφαιρική φιάλη των 50 ml, η οποία βυθίζεται σε παγόλουτρο. Καταγράφεται η θερμοκρασία όταν παρατηρείται συνεχής ροή αποστάγματος και σταθερή θερμοκρασία. Στο τέλος μεταφέρονται όλα στο ποτήρι Α στον απαγωγό 9.



Εικόνα: Απλή απόσταξη διαλύτη 1-προπανόλη

## Μέρος Β

### Προσδιορισμός του σημείου βρασμού οργανικού διαλύτη με τη συσκευή Siwoloboff.

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

Σε αυτήν την στιγμή αποσύρουμε τον δοκιμαστικό από το ελαιόλουτρο και προσέχουμε μόλις βγει η τελευταία φυσαλίδα (εικ. 10) σημειώνουμε την Τ που καταγράφει το θερμοόμετρο ως το σημείο βρασμού

Τα σημεία βρασμού που προσδιορίζονται και στις δύο περιπτώσεις θεωρώντας ότι η πίεση στον χώρο του εργαστηρίου είναι 740 mmHg με βάση την σχέση:  $\Delta t = 0,00012(760 - P)(t + 273)$

### Παράδοση πειραματικών αποτελεσμάτων:

1. Σημεία Τήξεως ουσιών Βενζοϊκού οξέος, ο-μέθυλο-βενζοϊκού οξέος
2. Εύρεση αγνώστου στερεού
3. Σημεία βρασμού διαλυτών 1-προπανόλης και 2-προπανόλης

### Ασκήσεις-Ερωτήσεις

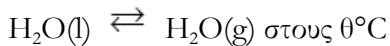
1. Εξηγήστε την παρατηρούμενη διαφορά στα σημεία ζέσεως των 1-προπανόλη και 2-προπανόλη
2. Η θερμότητα εξαέρωσης του νερού στο κανονικό σημείο βρασμού είναι 9718 cal/mol. Να βρεθεί η τάση ατμών του νερού στους 60 °C.
3. Η 1,2-βουτανοδιόλη ή η 1,4-βουτανοδιόλη έχει μεγαλύτερο κανονικό σημείο βρασμού και γιατί;
4. Δίδονται δύο υδατικά διαλύματα ουσίας x που έχουν την ίδια τάση ατμών στην θερμοκρασία 30°C και 40°C αντίστοιχα. Ποιό απ' τα δύο έχει μεγαλύτερο σημείο βρασμού και γιατί; (Η ουσία x έχει αμελητέα τάση ατμών).
5. Να γίνει η κατάταξη των παρακάτω ενώσεων κατά αυξανόμενο σημείο βρασμού
  - α)  $\text{Cl}_4$ ,  $\text{CCl}_4$ ,  $\text{CBr}_4$ ,  $\text{CO}_2$ , Ne,  $\text{CH}_4$ , He
  - β)  $\text{CH}_3\text{CH}=\text{O}$ ,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ , NaCl,  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOH}$
  - γ) Ar,  $\text{C}_2\text{H}_6$ ,  $\text{CH}_3\text{OH}$ ,  $\text{CH}_4$ ,  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ , HCOOH

6. Ποια από τις παρακάτω ενώσεις που είναι κατά ζεύγη, έχει υψηλότερη τάση ατμών σε ίδια θερμοκρασία και γιατί; α) Χλωροαιθάνιο ή Ιωδοαιθάνιο, β) Διμέθυλο-προπάνιο ή n-πεντάνιο, γ) 1,2-πεντανοδιόλη ή 1,5-πεντανοδιόλη, δ) Αιθανόλη ή Διμεθυλαιθέρας, ε) CH<sub>4</sub> ή Ne

7. Γιατι η τάση ατμών για συγκεκριμένο διαλυτή εξαρτάται μόνο από την θερμοκρασία.

8. Σε δοχείο όγκου 2lt στους 25°C βάζουμε 10 gr νερό και βρισκουμε 2 gr υδρατμών. Εάν βάλουμε 15 gr νερό στην ίδια θερμοκρασία, ποσα γραμμαρια υδρατμών θα βρισκαμε;

9. Σε κλειστό δοχείο, όγκου V, υπάρχει η ισορροπία:



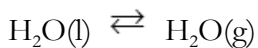
Πως θα μεταβληθεί η πίεση και η μάζα των ατμών εάν:

(α) Προσθέσουμε H<sub>2</sub>O(g) με σταθερή θερμοκρασία

(β) Αυξήσουμε τον όγκο του δοχείου με σταθερή θερμοκρασία.

Να γίνει το διάγραμμα P-V στη δεύτερη περίπτωση.

10. Σε τρία κλειστά δοχεία όγκου 1lt προσθέτουμε 100, 200 και 300 ml νερού στους 25°C, πραγματοποιείται η ισορροπία:



Ποια από τα παρακάτω είναι σωστά και γιατί:

A) Για την πίεση

B) Για την μάζα των υδρατμών

(α) P<sub>A</sub>=P<sub>B</sub>=P<sub>Γ</sub>

(α) m<sub>A</sub>=m<sub>B</sub>=m<sub>Γ</sub>

(β) P<sub>A</sub>>P<sub>B</sub>>P<sub>Γ</sub>

(β) m<sub>A</sub>>m<sub>B</sub>>m<sub>Γ</sub>

(γ) P<sub>A</sub><P<sub>B</sub><P<sub>Γ</sub>

(γ) m<sub>A</sub><m<sub>B</sub><m<sub>Γ</sub>

11. Ποια είναι η ελάχιστη ποσότητα νερού που πρέπει να βάλετε σε κλειστό δοχείο όγκου 100 lt στους 300K για να προκύψουν κορεσμένοι ατμοί. P<sup>0</sup><sub>H<sub>2</sub>O</sub>=30 mm Hg στους 300K.

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

α) Η μάζα της αιθανόλης που θα μείνει στην υγρή φάση, β) Η πίεση στο δοχείο

P<sup>0</sup>=76 mmHg, d=0,8 g/ml