***Ćwiczenie 1***

**Pomiar temperatury topnienia**

Temperatura topnienia jest jedną z charakterystycznych cech każdej substancji, podobnie jak gęstość, czy współczynnik załamania światła. Z tego powodu podanie temperatury topnienia każdego krystalicznego związku jest obligatoryjne w przypadku publikowania wyników prac naukowych.

Ponadto, pomiar temperatury topnienia jest dlatego tak istotny, gdyż poza tym, że stanowi ona jedną z charakterystycznych cech związku, pozwala też na ocenę jego czystości.

Sposób wykonania ćwiczenia.

1. Próbkę związku stałego umieszczamy w kapilarze w sposób zademonstrowany przez prowadzącego zajęcia.
2. Kapilarę ze związkiem umieszczamy w urządzeniu do pomiaru temperatury w sposób widoczny na rysunku 1 (jednocześnie można umieścić maksymalnie 3 kapilary).

 Rysunek 1 Urządzenie do pomiaru temperatury topnienia.

1. Włączamy ogrzewanie pokrętłem „Regulacja ogrzewania” i regulujemy moc grzania tak, aby temperatura rosła z szybkością około 3°C/min. Wskazana jest kontrola szybkości wzrostu temperatury z użyciem zegarka/stopera.
2. Jednocześnie obserwuje się próbkę związku przez szkło powiększające, w którym widać kapilarę ze związkiem i termometr w komorze grzewczej (Rysunek 2).



Rysunek 2. Widok przez okular aparatu do pomiaru temperatury topnienia.

1. Obserwując uważnie próbkę związku w kapilarze dostrzegamy w pewnym momencie stopienie się pierwszego kryształka. Jest to początek topnienia, notujemy natychmiast wartość temperatury, przy której substancja zaczęła się topić.
2. W dalszym ciągu obserwujemy próbkę w kapilarze i po niedługim czasie dostrzegamy, że cały związek uległ stopieniu. Jest to koniec topnienia, notujemy natychmiast wartość temperatury, przy której cała substancja się stopiła.
3. Wyłączamy urządzenie pokrętłem „Regulacja ogrzewania” pozwalając, żeby wystygło. Wyjmujemy i usuwamy kapilarki z próbkami.
4. Porównujemy wynik pomiaru z danymi literaturowymi, co pozwala na identyfikację związku/związków, których t. top. badaliśmy.
5. Zmierzony zakres temperatury topnienia, tj. różnica pomiędzy wartością dla początku i końca topnienia pozwala oszacować czystość związku. Przy typowych warunkach pomiaru przyjmuje się, że jeśli zakres t. top. jest ≤2°C, to substancja jest czysta.

Związki do identyfikacji – t. topnienia:

naftalen – 80°C,

fenantren – 99°C,

*N*-fenyloacetamid (acetanilid) – 114°C,

kwas benzoesowy – 122°C,

kwas o-chlorobenzoesowy – 142°C

p-bromoacetanilid – 168°C

kwas 4-metylobenzoesowy – 180°C,

antracen – 216°C