

Κεφάλαιο 2

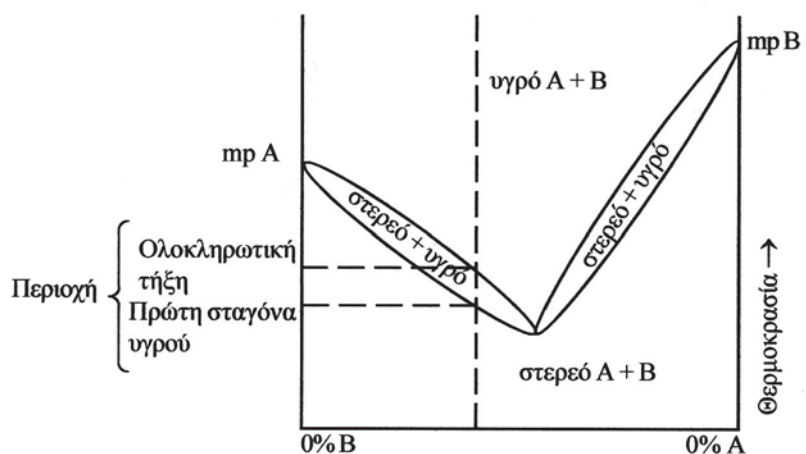
Σημείο Τήξης

2.1 Εισαγωγή

Το σημείο τήξης μιας ένωσης χρησιμοποιείται απο τον οργανικό χημικό όχι μόνο για την ταυτοποίηση της ένωσης, αλλά και για τον καθορισμό της καθαρότητας της. Μια μικρή ποσότητα της ένωσης θερμαίνεται *αργά* σε μια ειδική συσκευή εφοδιασμένη με θερμομέτρο ή θερμοζεύγος, θερμαντικό υγρό ή μανδύα, και ένα μεγενθυτικό φάκο για τη παρατήρηση του δείγματος. Σημειώνονται δύο θερμοκρασίες. Η πρώτη είναι η θερμοκρασία εκείνη κατά την οποία η πρώτη σταγόνα υγρού δημιουργείται ανάμεσα στους κρυστάλλους; η δεύτερη είναι η θερμοκρασία κατά την οποία όλη η μάζα των κρυστάλλων έχει μετατραπεί σε ένα διαυγές υγρό. Το σημείο τήξης καταγράφεται ως αυτή η περιοχή τήξης Για παράδειγμα, μπορείτε να πείτε ότι το σημείο τήξης μιας ένωσης είναι 51-54 °C. Η ένωση δηλαδή τήκεται σε μια περιοχή 3 °C.

Το σημείο τήξης δείχνει την καθαρότητα με δύο τρόπους. Πρώτον, όσο καθαρότερη είναι μια ένωση τόσο υψηλότερο είναι το σημείο τήξης. Δεύτερον, όσο καθαρότερη είναι μια ένωση, τόσο πιο στενή είναι η περιοχή του σημείου τήξης. Η προσθήκη διαδοχικών ποσοτήτων μιας ακαθαρσίας σε μια καθαρή ένωση γενικά έχει σαν αποτέλεσμα τη μείωση του σημείου τήξης αναλογικά με την ποσότητα της ακαθαρσίας. Με άλλα λόγια, η προσθήκη ακαθαρσιών μειώνει το σημείο πηξης. Το σημείο πηξης, μια αθροιστική ιδιότητα, είναι απλά το σημείο τήξης (στερεό → υγρό) που προσεγγίζεται απο την αντίθετη κατεύθυνση (υγρό → στερεό).

Η εικόνα 2.1 είναι ένα διάγραμμα της συνήθους συμπεριφοράς του σημείου τήξης δύο στερεών ενώσεων A και B. Η άνω καμπύλη δείχνει τη θερμοκρασία στην οποία όλο το δείγμα έχει τακεί, ενώ η κάτω καμπύλη δείχνει τη θερμοκρασία στην οποία παρατηρείται η έναρξη



Εικόνα 2.1 Διάγραμμα σύστασης-σημείου τήξης

της τήξης. Το σημείο τήξης των καθαρών ενώσεων έχει οξεία τιμή και αναγράφεται στο δεξιό και αριστερό άκρο του διαγράμματος. Αν ξεκινήσετε με τη καθαρή ένωση A, το σημείο τήξης της μειώνεται καθώς η ακαθαρσία B προστίθεται. Σε κάποιο σημείο, μια ελάχιστη θερμοκρασία, ή το *ευτηκτικό σημείο*, έχει προσεγγιστεί, και το σημείο τήξης αρχίζει να αυξάνει προς εκείνο

της ένωσης B. Η κάθετη διαφορά μεταξύ της άνω και κάτω καμπύλης αντιπροσωπεύει τη περιοχή του σημείου τήξης. Σημειώνεται ότι για μίγματα ενώσεων που περιέχουν σχετικά μικρά ποσοστά (<15%) της ακαθαρσίας και δεν πλησιάζουν το ευτηκτικό σημείο, η περιοχή του σημείου τήξης αυξάνει καθώς το δείγμα γίνεται λιγότερο καθαρό.

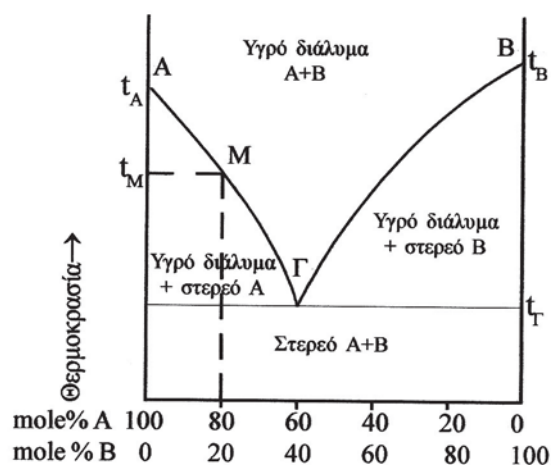
Μπορούμε να γενικεύσουμε τη συμπεριφορά που απεικονίζεται στη εικόνα 2.1. Οι καθαρές ενώσεις τήκονται σε μια μικρή περιοχή. Με ακάθαρτες ενώσεις, το σημείο τήξης διευρύνεται ενώ ταυτόχρονα χαμηλώνει. Σημειώνεται εδώ, ότι στο ελάχιστο σημείο των καμπυλών του διαγράμματος σύστασης-σημείου τήξης, το μίγμα συχνά δημιουργεί ένα ευτηκτικό μίγμα, που επίσης έχει οξύ σημείο τήξης. Όλα τα δυαδικά μίγματα δεν δημιουργούν ευτηκτικά μίγματα, και κάποια προσοχή πρέπει να επιδεικνύεται στην παραδοχή ότι κάθε δυαδικό μίγμα ακολουθεί την προηγούμενη συμπεριφορά. Μερικά μίγματα μπορεί να δημιουργήσουν περισσότερα του ενός ευτηκτικά μίγματα, άλλα δεν δημιουργούν κανένα. Ανεξάρτητα από αυτές τις παραλλαγές, το σημείο τήξης και η περιοχή του παρέχουν χρήσιμες πληροφορίες της καθαρότητας μιας ένωσης, και μετρούνται πολύ εύκολα με απλές πειραματικές διατάξεις.

2.2 Η θεωρία του σημείου τήξης

Η εικόνα 2.2 είναι ένα διάγραμμα φάσεων που περιγράφει τη συνήθη συμπεριφορά ενός δυαδικού μίγματος (A +B) κατά την τήξη. Η συμπεριφορά κατά την τήξη εξαρτάται από τις σχετικές ποσότητες των A και B στο μίγμα. Όταν το μίγμα αποτελείται μόνο από καθαρή ένωση A (καθόλου B), τότε τήκεται γρήγορα στο σημείο τήξης t_A . Αυτό αντιπροσωπεύεται με το σημείο A στο αριστερό άκρο του διαγράμματος. Όταν το μίγμα αποτελείται μόνο από καθαρή ένωση B, τότε τήκεται σε t_B , το σημείο τήξης αντιπροσωπεύεται από το σημείο B στο δεξιό άκρο του διαγράμματος. Είτε στο σημείο A ή στο σημείο B, το καθαρό στερεό μεταπίπτει, σε μια στενή περιοχή, από τη στερεή στην υγρή φάση.

Σε μίγματα των A και B, η συμπεριφορά είναι διαφορετική. Θεωρήστε για παράδειγμα, ένα μίγμα 80% A και 20% B σε αναλογία moles. Το σημείο τήξης του μίγματος βρίσκεται ως t_M , στο σημείο M του διαγράμματος. Έτσι, η προσθήκη του B στο A έχει σαν αποτέλεσμα τη μείωση του σημείου τήξης από t_A σε t_M . Έχει αυξηθεί επίσης η περιοχή του σημείου τήξης. Η θερμοκρασία t_M αντιστοιχεί στο ανώτερο σημείο της κλίμακας τήξης.

Η μείωση του σημείου τήξης της A με την προσθήκη του B γίνεται κατά τον ακόλουθο τρόπο. Η ένωση A έχει το χαμηλότερο σημείο τήξης στο διάγραμμα φάσεων, και όταν θερμαίνεται, αρχίζει να τήκεται πρώτη. Καθώς η ένωση



Εικόνα 2.2 Διάγραμμα φάσεων τήξης δυαδικού συστήματος

Α τήκεται, στερεή ένωση B αρχίζει να διαλύεται στο υγρό A που δημιουργείται. Καθώς το στερεό B διαλύεται στο υγρό A, το σημείο τήξης ταπεινώνεται. Για την κατανόηση του φαινομένου αυτού, μπορείτε να θεωρήσετε το σημείο τήξης από την αντίθετη κατεύθυνση. Όταν μια υγρή ένωση που βρίσκεται σε υψηλή θερμοκρασία ψύχεται, φθάνει σε ένα σημείο όπου στερεοποιείται. Η θερμοκρασία στην οποία μια υγρή ένωση στερεοποιείται είναι ίδια με το σημείο τήξης. Μην ξεχνάτε, ότι το σημείο πήξης μιας υγρής ένωσης χαμηλώνει με την προσθήκη ακαθαρσιών. Επειδή το σημείο πήξης και το σημείο τήξης είναι η ίδια θερμοκρασία, η μείωση του σημείου πήξης αντιστοιχεί σε μείωση του σημείου τήξης. Έτσι, όσο μεγαλώνει η αναλογία των προσμίξεων, τόσο χαμηλώνει το σημείο τήξης ενός στερεού. Όμως, υπάρχει ένα όριο στην ταπείνωση του σημείου τήξης. Δεν μπορείτε να διαλύσετε απεριόριστη ποσότητα μιας ακαθαρσίας σε ένα υγρό. Σε κάποιο σημείο, η υγρή ένωση κορέννυται με την ακαθαρσία. Η διαλυτότητα της ένωσης B στην ένωση A έχει ένα ανώτατο όριο. Στην εικόνα 3.2, το όριο διαλυτότητας της ένωσης B στην υγρή ένωση A βρίσκεται στο σημείο Γ, το *ευτηκτικό σημείο*. Το σημείο τήξης ενός μίγματος δεν μπορεί να χαμηλώσει παρακάτω από t_f , το σημείου τήξης του ευτηκτικού μίγματος.

Τώρα μπορούμε να θεωρήσουμε τι συμβαίνει όταν πλησιάζουμε στο σημείο τήξης του μίγματος 80% A και 20% B. Καθώς η θερμοκρασία αυξάνει, η A αρχίζει να “λειώνει”. Αυτό δεν είναι ένα ορατό φαινόμενο, τουλάχιστον κατά τα πρώτα στάδια, στη πραγματικότητα λαμβάνει χώρα πριν από την εμφάνιση της πρώτης σταγόνας. Είναι μια μαλάκωση της ένωσης σε τέτοιο σημείο ώστε να μπορεί να αναμιγνύεται με την ακαθαρσία. Καθώς η ένωση A αρχίζει να μαλακώνει, διαλύει τη B. Αφού το B διαλύεται, το σημείο τήξης ταπεινώνεται. Η ταπείνωση του σημείου τήξης συνεχίζει μέχρι την πλήρη διάλυση της B ή την προσέγγιση της ευτηκτικής σύστασης (κορεσμός). Όταν η μέγιστη ποσότητα του B έχει διαλυθεί, η πραγματική τήξη αρχίζει και παρατηρείται η πρώτη σταγόνα. Η αρχική θερμοκρασία της τήξης θα είναι χαμηλότερη από τη t_A . Το πόσο χαμηλότερα από το t_A αρχίζει η τήξη καθορίζεται από τη ποσότητα του B που διαλύεται στο A, αλλά αυτή η θερμοκρασία δεν μπορεί να είναι χαμηλότερη από t_f . Αφού όλη η ποσότητα του B έχει διαλυθεί, το σημείο τήξης του μίγματος αυξάνεται αφού περισσότερο A αρχίζει να τήκεται. Καθώς περισσότερο A τήκεται, το ημιστερεό διάλυμα αραιώνεται με A, και το σημείο τήξης αυξάνεται. Ενώ αυτό συμβαίνει, μπορείτε να παρατηρήσετε και στερεό και υγρό στο τριχοειδή σωλήνα του σημείου τήξης. Όταν όλο το A αρχίζει να τήκεται, η σύσταση του μίγματος γίνεται ομοιόμορφη και προσεγγίζει το 80% A και 20% B. Σε αυτό το σημείο, το μίγμα τελικά τήκεται ευκρινώς, και δίνει ένα διαυγές διάλυμα. Το μέγιστο σημείο τήξης θα είναι t_M , επειδή το σημείο τήξης t_A ταπεινώνεται από την ύπαρξη της ακαθαρσίας B. Το χαμηλότερο άκρο της περιοχής του σημείου τήξης θα είναι το t_f , αλλά δεν θα παρατηρείται πάντοτε τήξη σε αυτήν τη θερμοκρασία. Η τήξη σε t_f θα παρατηρείται μόνο όταν ένα μεγάλο ποσοστό του B υπάρχει. Αντίθετα, το ποσοστό του υγρού που δημιουργείται σε t_f θα είναι πολύ μικρό για να

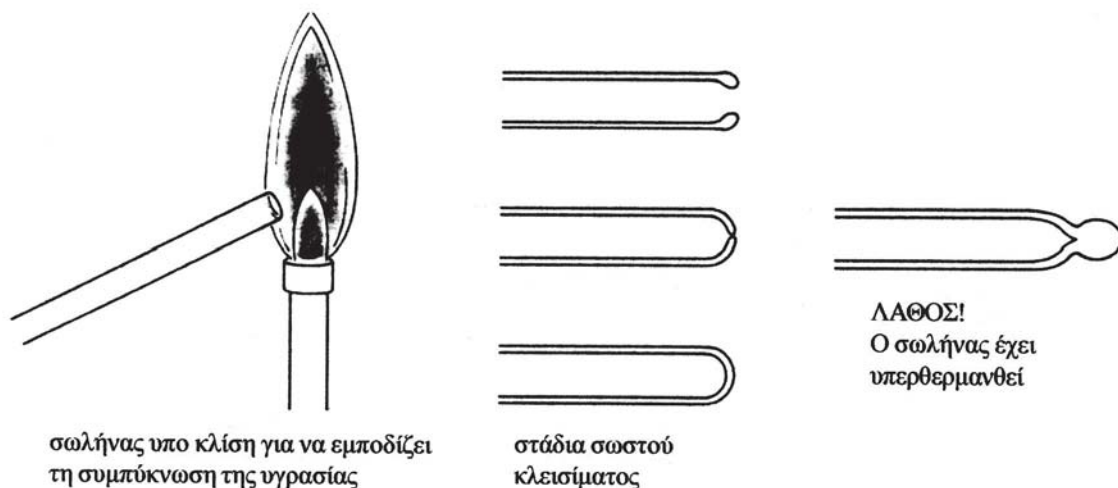
παρατηρηθεί. Έτσι, η τήξη θα παρατηρείται σε μικρότερη περιοχή.

2.3 Μικτό σημείο τήξης

Το σημείο τήξης μπορεί να χρησιμοποιηθεί για την ταυτοποίηση μιας ένωσης με δύο διαφορετικούς τρόπους. Όχι μόνο τα σημεία τήξης δύο διαφορετικών ενώσεων μπορούν να συγκριθούν, αλλά μια ειδική διαδικασία που καλείται **μικτό σημείο τήξης** μπορεί να πραγματοποιηθεί. Το μικτό σημείο τήξης απαιτεί τη χρήση αυθεντικού δείγματος της ίδιας ένωσης από κάποια άλλη πηγή. Σε αυτή τη διαδικασία, οι δύο ενώσεις (η αυθεντική και η εξεταζόμενη) κονιοποιούνται καλά και αναμιγνύονται στις ίδιες αναλογίες. Έπειτα, το σημείο τήξης του μίγματος μετράται. Αν υπάρχει ταπείνωση του σημείου τήξης ή μεγάλη αύξηση της περιοχής τήξης, σε σύγκριση με τις ξεχωριστές ενώσεις, μπορείτε να υποθέσετε ότι η μια ένωση λειτουργεί ως ακαθαρσία της άλλης και ότι δεν είναι οι ίδιες ενώσεις. Αν δεν υπάρχει ταπείνωση του σημείου τήξης του μίγματος (το σημείο τήξης είναι ίδιο με εκείνο των καθαρών A και B), τότε είναι σχεδόν βέβαιο ότι οι ενώσεις A και B είναι ίδιες.

2.4 Πακετάρισμα του σωλήνα του σημείου τήξης

Το σημείο τήξης συνήθως μετράται με τη θέρμανση του δείγματος σε ένα κομμάτι ενός τριχοειδή σωλήνα με λεπτά τοιχώματα (1 mm X 100 mm) που έχει κλείσει στο ένα άκρο. Εμπορικά διαθέσιμοι τριχοειδείς σωλήνες υπάρχουν, αλλά είναι πιο συνηθισμένο να χρησιμοποιείται ένας ανοικτός και στα δύο άκρα τριχοειδής σωλήνας που κλείνεται στο ένα άκρο με λύχνο, πριν από την εισαγωγή του δείγματος. Ο σωλήνας πρέπει να κλείνεται με απλή επαφή με τη θερμή (μπλέ) φλόγα του λύχνου, τοποθετημένος με γωνία ώστε να εμποδίζεται το χύσιμο και η συμπύκνωση στο σώμα του σωλήνα της υγρασίας που εξατμίζεται με τη θέρμανση (Εικόνα 2.3). Πρέπει να λαμβάνεται προσοχή ώστε να μην δημιουργείται ένα σφαιρίδιο γυαλιού στο κλειστό άκρο καθώς αυτό μπορεί να εμποδίσει την εισαγωγή του τριχοειδούς σωλήνα στην υποδοχή της συσκευής μέτρησης καθώς επίσης θα δυσκολεύει τη



Εικόνα 2.3 Το κλείσιμο ενός τριχοειδή σωλήνα

μεταφορά θερμότητας στο δείγμα.

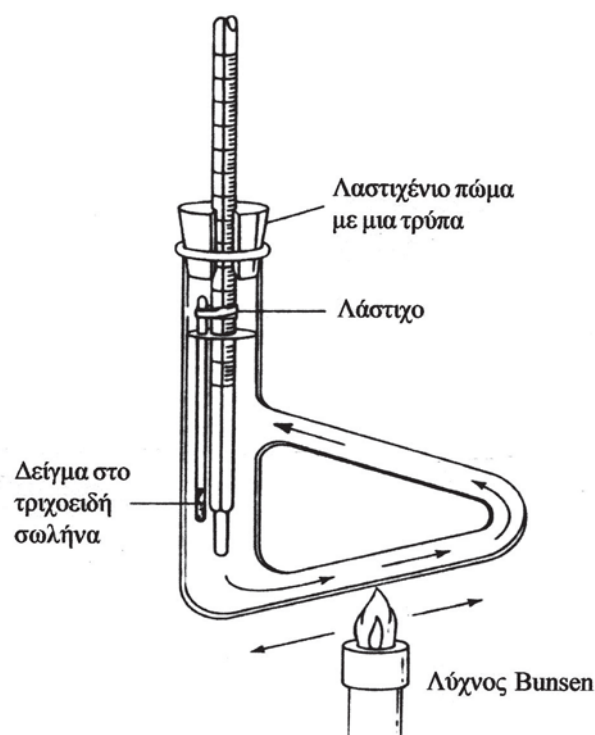
Για τη τοποθέτηση του δείγματος, πιέζετε το ανοικτό άκρο του τριχοειδή σωλήνα ελαφρά σε ένα καλά κονιοποιημένο και ξηρό δείγμα της στερεής ένωσης. Κρύσταλλοι θα χωθούν στο ανοικτό άκρο του σωλήνα. Η ποσότητα των κρυστάλλων που εισέρχεται στο σωλήνα θα πρέπει να αντιστοιχούν σε ύψος όχι μεγαλύτερο των 1-2 mm. Για τη μεταφορά των κρυστάλλων στο κλειστό άκρο του σωλήνα, ρίχνετε τον τριχοειδή σωλήνα, με το κλειστό άκρο προς τα κάτω, μέσα σε ένα γυάλινο σωλήνα, μήκους περίπου 0.6-0.7 m, τοποθετημένο κάθετα στον πάγκο. Όταν ο τριχοειδής σωλήνας κτυπά τον πάγκο, οι κρύσταλλοι στοιβάζονται στη βάση του σωλήνα. Αν κριθεί σκόπιμο, αυτή η διαδικασία επαναλαμβάνεται.

Το κτύπημα του τριχοειδή σωλήνα, κρατημένου στα δάκτυλα, στον πάγκο δεν συνιστάται, επειδή είναι πολύ εύκολο να μπουν μικρά κομμάτια γυαλιού στα δάκτυλα, αν ο τριχοειδής σωλήνας σπάσει.

Μερικές εμπορικά διαθέσιμες συσκευές προσδιορισμού σημείου τήξης διαθέτουν εσωτερικά συσκευή δόνησης που χρησιμεύει στο γέμισμα του τριχοειδή σωλήνα. Σε αυτά τα όργανα, το δείγμα τοποθετείται στο ανοικτό άκρο του τριχοειδή σωλήνα, και ο σωλήνας εισάγεται στην οπή δόνησης. Η χρήση της δόνησης έχει σαν αποτέλεσμα τη μεταφορά του δείγματος στη βάση του σωλήνα και το σφικτό πακετάρισμα.

2.5 Προσδιορισμός σημείου τήξης-Ο σωλήνας Thiele

Υπάρχουν δύο βασικοί τύποι συσκευών προσδιορισμού του σημείου τήξης: ο σωλήνας Thiele και οι εμπορικά διαθέσιμες ηλεκτρικά θερμαινόμενες συσκευές. Ο σωλήνας Thiele, που απεικονίζεται στην Εικόνα 2.4, είναι μια απλή διάταξη. Είναι ένας γυάλινος σωλήνας που έχει σχεδιαστεί να περιέχει ένα θερμαινόμενο υγρό και ένα θερμόμετρο στο οποίο ο τριχοειδής σωλήνας που περιέχει το δείγμα τοποθετείται. Το σχήμα του σωλήνα Thiele επιτρέπει τη μετάδοση της θερμότητας με μεταφορά όταν το έλαιο θερμαίνεται. Αυτό το ρεύμα μεταφοράς θερμότητας διατηρεί μια ομοιομόρφη θερμοκρασία στο έλαιο που βρίσκεται στο



Εικόνα 2.4 Ο σωλήνας Thiele

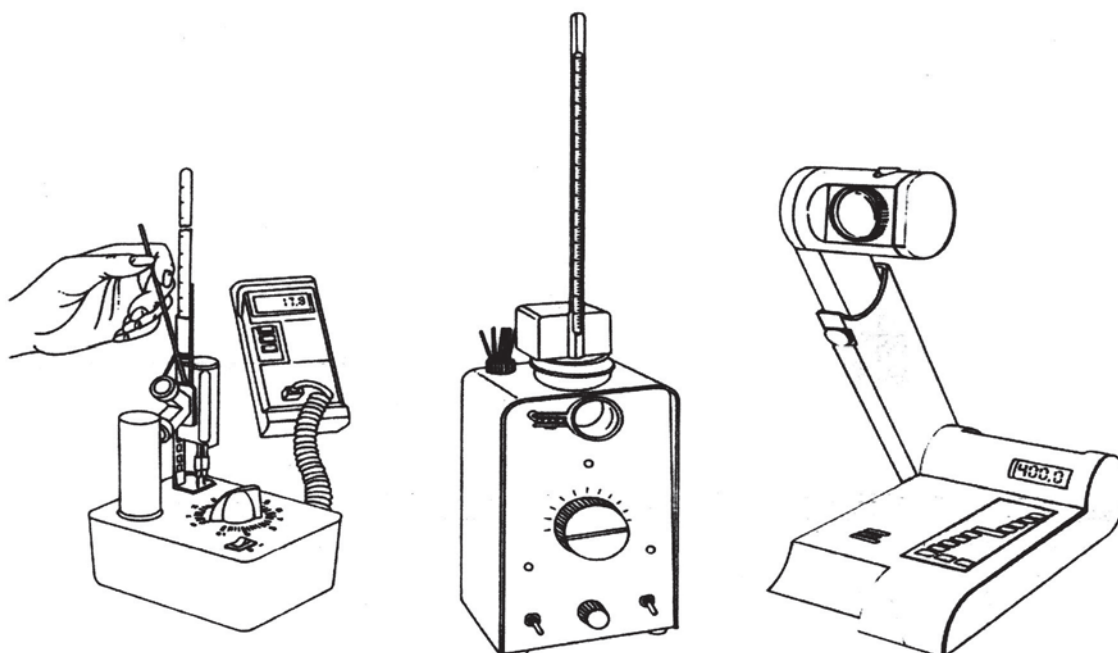
σωλήνα. Ο πλευρικός σωλήνας σχεδιάστηκε για να επιτρέπει αυτή τη μεταφορά θερμότητας από τη φλόγα εξίσου ταχύτητα σε όλο το έλαιο. Ο τριχοειδής σωλήνας που περιέχει το δείγμα συγκρατείται δίπλα στο θερμόμετρο με ένα λάστιχο. Το λάστιχο πρέπει να βρίσκεται έξω από το έλαιο λαμβάνοντας υπόψη τη διαστολή του ελαίου όταν θερμαίνεται, έτσι ώστε το λάστιχο να μην μαλακώσει και ο τριχοειδής σωλήνας πέσει μέσα στο έλαιο.

Ο σωλήνας Thiele συνήθως θερμαίνεται με λύχνο Bunsen. Κατά τη διάρκεια της θέρμανσης, η ταχύτητα ανόδου της θερμοκρασίας πρέπει να ελέγχεται. Ο σωλήνας συγκρατείται από το ψυχρό άκρο, και χρησιμοποιώντας χαμηλή φλόγα, ο λύχνος μετακινείται αργά κατά μήκος του πλευρικού σωλήνα. Αν η θέρμανση είναι πολύ ισχυρή, απομακρύνετε το λύχνο για μερικά δευτερόλεπτα και επαναλάβετε τη θέρμανση. Η ταχύτητα ανόδου της θερμοκρασίας πρέπει να είναι αργή κοντά στο σημείο τήξης (περίπου 1 °C ανά λεπτό) για να εξασφαλιστεί ότι η αύξηση της θερμοκρασίας δεν γίνεται γρηγορότερα από τη μεταφορά της θερμότητας στο σωλήνα.

2.6 Προσδιορισμός σημείου τήξης-Ηλεκτρικές συσκευές

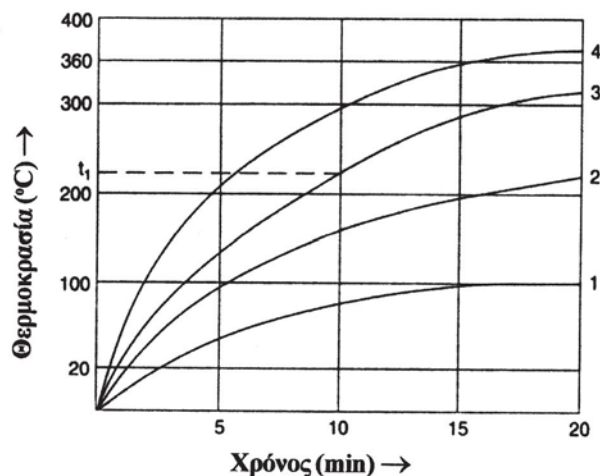
Τρεις τύποι ηλεκτρικών συσκευών σημείου τήξης απεικονίζονται στην εικόνα 2.5. Σε κάθε περίπτωση, ο τριχοειδής σωλήνας γεμίζεται όπως έχει περιγραφεί στο τμήμα 2.4 και τοποθετείται σε μια υποδοχή που βρίσκεται πίσω από ένα μεγενθυτικό φακό. Η συσκευή λειτουργεί με τη τοποθέτηση του κουμπιού σε ON θέση, ρύθμιση του ποτενσιομετρικού χειριστηρίου για την επιθυμητή ταχύτητα θέρμανσης, και την παρατήρηση του δείγματος διαμέσου του μεγενθυτικού φακού. Η θερμοκρασία διαβάζεται από το θερμόμετρο ή στα πιο μοντέρνα όργανα από μια ψηφιακή οθόνη που συνδέεται με ένα θερμοζεύγος.

Οι περισσότερες ηλεκτρικές συσκευές σημείου τήξης δεν θερμαίνουν ή αυξάνουν τη



Εικόνα 2.5 Ηλεκτρικές συσκευές σημείου τήξης

θερμοκρασία του δείγματος γραμμικά. Αν και η ταχύτητα αύξησης μπορεί να είναι γραμμική στα αρχικά στάδια της θέρμανσης, συνήθως μειώνεται και οδηγεί σε μια σταθερή θερμοκρασία σε κάποιο ανώτατο όριο. Το ανώτατο όριο καθορίζεται από τη ρύθμιση του ελέγχου θερμότητας. Έτσι, μια ομάδα καμπυλών θερμότητας συνήθως λαμβάνεται για διάφορες ρυθμίσεις, όπως απεικονίζεται στη Εικόνα 2.6. Οι τέσσερις υποθετικές καμπύλες μπορεί να αντιστοιχούν σε διαφορετικές ρυθμίσεις. Για μια ένωση με σημείο τήξης t_1 , η ρύθμιση της καμπύλης 3 θα ήταν ιδανική. Στην αρχή της καμπύλης, η θερμοκρασία αυξάνει πολύ γρήγορα ώστε να μην επιτρέπει τον ακριβή προσδιορισμό του σημείου τήξης, αλλά μετά την αλλαγή της κλίσης, η θερμοκρασία αυξάνει με πιο χρήσιμο ρυθμό.



Εικόνα 2.6 Καμπύλες αύξησης θερμοκρασίας

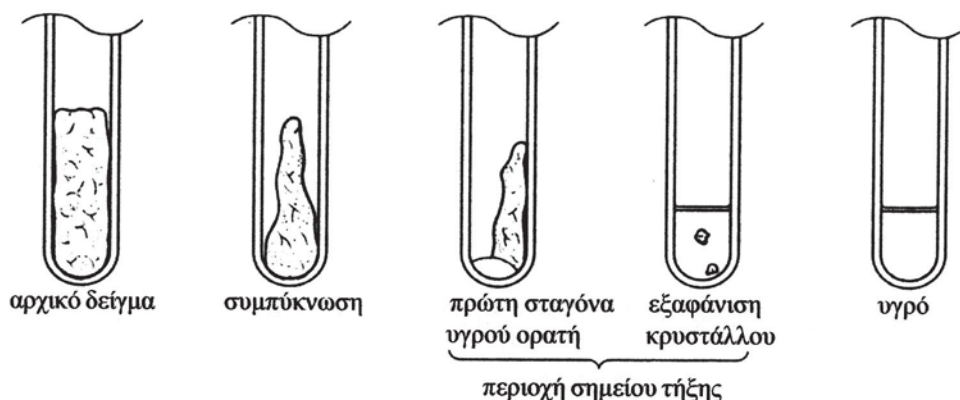
Όταν το σημείο τήξης της ένωσης είναι άγνωστο, τότε μπορείτε να γλυτώσετε χρόνο με την προετοιμασία δύο δειγμάτων για τον προσδιορισμό του σημείου τήξης. Με το ένα δείγμα, μπορείτε να κάνετε ένα γρήγορο προσδιορισμό σημείου τήξης. Έπειτα, επαναλαμβάνετε το πείραμα πιο προσεκτικά, χρησιμοποιώντας το δεύτερο δείγμα. Για το δεύτερο προσδιορισμό, έχετε ήδη μια περίπου εικόνα της περιοχής του σημείου τήξης και μπορείτε να επιλέξετε τον κατάλληλο ρυθμό ανόδου θερμοκρασίας.

Όταν μετράτε θερμοκρασίες μεγαλύτερες των 150 °C, τα σφάλματα του θερμομέτρου γίνονται σημαντικά. Για τον ακριβή προσδιορισμό του σημείου τήξης ενός στερεού με μεγάλο σημείο τήξης μπορείτε να χρησιμοποιήσετε την εξίσωση διόρθωσης στελέχους του θερμομέτρου που περιγράφεται στο Κεφάλαιο 3. Ακόμη καλύτερα, μπορείτε να βαθμονομήσετε το θερμοόμετρο, όπως περιγράφεται στο Κεφάλαιο 3.

Είναι σημαντικό να παρατηρείτε το δείγμα κατά τη διάρκεια της μέτρησης και να σημειώνετε οποιαδήποτε μεταβολή πραγματοποιείται στην εμφάνιση (μαύρισμα) και τη θερμοκρασία όπου έλαβε χώρα. Πρέπει να καταγράφετε όλες τις παρατηρήσεις ακόμη και αν χρειαστεί να περιμένετε αρκετή ώρα για να προσδιορίσετε το σημείο τήξης του δείγματος.

Το πρώτο σημάδι ότι το δείγμα σας προσεγγίζει το σημείο τήξης είναι συνήθως μια συστολή του όγκου του δείγματος, που έχει σαν αποτέλεσμα την απομάκρυνση του από τα τοιχώματα του σωλήνα, αν και δεν υπάρχει καμιά σταγόνα σε αυτό το στάδιο. Το φαινόμενο αυτό της *συμπύκνωσης μάζας χωρίς λιώσιμο* και η θερμοκρασία στην οποία συμβαίνει πρέπει να καταγραφεί. Η πρώτη σταγόνα του υγρού θα πρέπει να γίνει ορατή σε μερικούς βαθμούς κελσίου διαφορά από τη συμπύκνωση και αυτή θεωρείται η αρχή της τήξης. Η ολοκλήρωση

της τήξης είναι το σημείο όπου ο τελευταίος κρύσταλλος εξαφανίζεται. Αυτές οι δύο μετρήσεις αποτελούν την περιοχή του σημείου τήξης (Εικόνα 2.7).

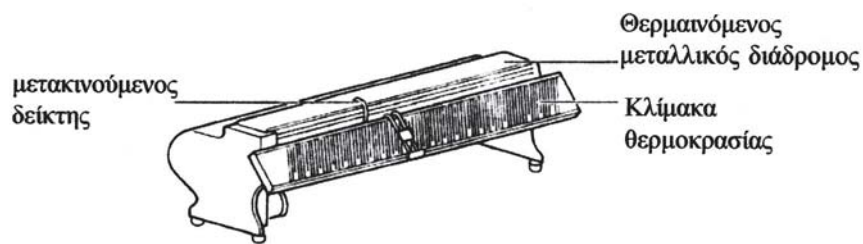


Εικόνα 2.7 Τυπικές αλλαγές δείγματος στην περιοχή του σημείου τήξης

Μόλις το δείγμα σας έχει τακεί, οι διάφορες τιμές και οι παρατηρήσεις έχουν καταγραφεί, η συσκευή πρέπει να αφήνεται να κρυώσει και το δείγμα πρέπει να απορρίπτεται προσεκτικά σύμφωνα με τις οδηγίες του εργαστηρίου για την απόρριψη αιχμηρών αντικειμένων. Σε διάφορα καθαρά κατά άλλα εργαστήρια παρατηρείται μια ακατασθασία τριχοειδών σωλήνων γύρω από τις συσκευές των σημείων τήξης. Αυτό είναι εξαιρετικά επικίνδυνο αφού κάποιος φοιτητής μπορεί να κοπεί.

Υπάρχουν και δύο διαφορετικά είδη συσκευών προσδιορισμού σημείου τήξης που μπορεί να απαντώνται σε ερευνητικά εργαστήρια. Η πρώτη επιτρέπει τον ταχύτερο προσεγγιστικό προσδιορισμό του σημείου τήξης, και η άλλη επιτρέπει εξαιρετικά ακριβείς μετρήσεις.

Στην πρώτη περίπτωση, η συσκευή αποτελείται από ένα μεταλλικό διάδρομο, ο οποίος θερμαίνεται από ηλεκτρικό ρεύμα κατά τέτοιο τρόπο ώστε η θερμοκρασία να αυξάνεται κατά μήκος του διαδρόμου. Κατά μήκος του διαδρόμου είναι τοποθετημένος ένας δείκτης που μετακινείται σε μια βαθμονομημένη κλίμακα θερμοκρασίας. (Εικόνα 2.8α). Μια μικρή ποσότητα του δείγματος διασκορπίζεται σε μια περιοχή του διαδρόμου που αντιστοιχεί σε μια θερμοκρασία που βρίσκεται κοντά, αλλά χαμηλότερα, από το αναμενόμενο σημείο τήξης της ένωσης. Με τη χρήση του δείκτη, το δείγμα στη συνέχεια απλώνεται στο διάδρομο μέχρι να παρατηρηθεί μια μετάβαση του στερεού σε υγρό, ένα γεγονός που επιτρέπει την ανάγνωση θερμοκρασίας του σημείου τήξης. Φυσικά, μια τέτοια συσκευή επιτρέπει τον κατά προσέγγιση προσδιορισμό του σημείου τήξης, καθώς η μετάβαση στερεού-υγρού είναι συχνά δύσκολο να γίνει αντιληπτή με ακρίβεια και, πιο σημαντικά η θερμοκρασία του μεταλλικού διαδρόμου εξαρτάται από τη θερμοκρασία του δωματίου και την απουσία ρευμάτων αέρα. Συχνά δεν γίνεται αντιληπτό ότι η συσκευή αυτή χρειάζεται περίπου 30 λεπτά για να έλθει σε ισορροπία. Παρόλα αυτά η ταχύτητα της μέτρησης επιτρέπει τον έλεγχο πολλών δειγμάτων και συχνά βοηθά τον επιβλέποντα να ελέγχει τις μετρήσεις των φοιτητών του εργαστηρίου. Σε κάθε περίπτωση, η χρήση μιας τέτοιας συσκευής πρέπει να γίνεται με ιδιαίτερη προσοχή αφού η εκτιθέμενη μεταλλική επιφάνεια του



(α) Kofler θερμαινόμενη τράπεζα



(β) Koflerblock συσκευή σημείου τήξης

Εικόνα 2.8 (α) Kofler και (β) Koflerblock συσκευές σημείου τήξης

διαδρόμου είναι ιδιαίτερα θερμή. Ο καθαρισμός της συσκευής μεταξύ των διαφόρων δειγμάτων είναι προβληματικός, και συνήθως πραγματοποιείται με ένα λεπτό απορροφητικό χαρτί που κρατιέται με λαβίδες. Ο σχολαστικός καθαρισμός γίνεται μετά το τέλος του εργαστηρίου αφού η συσκευή είναι κλειστή και έχει ψυχθεί σε θερμοκρασία δωματίου.

Πιο ακριβές σύστημα αποτελεί η Koflerblock συσκευή προσδιορισμού σημείου τήξης (Εικόνα 2.8β), που χρησιμοποιεί πολύ μικρή ποσότητα δείγματος τοποθετημένη μεταξύ δύο καλυπτρίδων μικροσκοπίου σε επαφή με μια θερμαινόμενη μεταλλική τράπεζα. Το δείγμα παρατηρείται διαμέσου ενός μεγενθυτικού φακού ή καλύτερα ενός μικροσκοπίου που επιτρέπει τον ακριβή καθορισμό της έναρξης και του τέλους της τήξης. Η συμπύκνωση της μάζας χωρίς λιώσιμο δεν είναι ορατή με αυτή την μέθοδο, και η τήξη μπορεί να είναι γρήγορη και αναπάντεχη. Τα ρεύματα αέρα πρέπει να αποφεύγονται και γιαυτό το λόγο ένα γυάλινο πλακίδιο καλύπτει τη θερμαινόμενη τράπεζα. Οι συσκευές αυτές διοχεύονται στο εμπόριο με μικροσκόπιο για την καλύτερη παρατήρηση του δείγματος. Αφού το άκρο του φακού έχει πλησιάσει το γυάλινο πλακίδιο, το μικροσκόπιο εστιάζεται μετακινούμενο προς τα άνω, που σκοπό έχει την αποφυγή σπασίματος του υαλίνου πλακιδίου. Μεγάλη προσοχή πρέπει να δίνεται στο χειρισμό των καλυπτρίδων μικροσκοπίου αφού η εναπόθεση λίπους από τα χέρια θα αποτελεί μια σημαντική ακαθαρσία σε σχέση με την ποσότητα δείγματος που χρησιμοποιείται. Είναι σημαντικό να χρησιμοποιηθεί μια μικρή ποσότητα δείγματος (ή ένας μόνο κρύσταλλος) και οι καλυπτρίδες να πιεστούν σφικτά. Αν αυτό δεν γίνει κάποια ποσότητα δείγματος θα βρίσκεται σε επαφή με το γυαλί, κάποια όμως όχι και το αποτέλεσμα θα είναι ή παρατήρηση ενός ευρείου σημείου

τήξης. Τα θερμομέτρα αυτών των συσκευών πρέπει να χρησιμοποιούνται με μεγάλη προσοχή αφού είναι εξαιρετικά ακριβά.

2.7 Αποσύνθεση, αποχρωματισμός, μαλάκωμα, συμπύκνωση μάζας και εξάχνωση

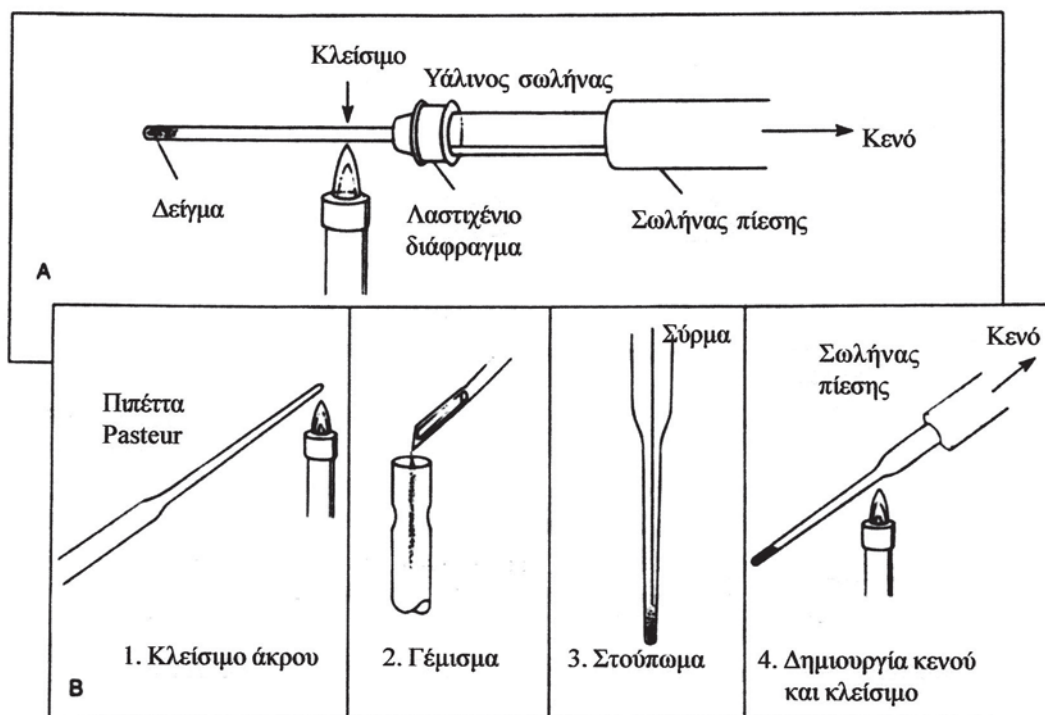
Πολλές στερεές ενώσεις υφίστανται σε κάποιο βαθμό ασυνήθεις μεταβολές πριν τακούν. Σε μερικές περιπτώσεις είναι δύσκολο να γίνει η διάκριση αυτών των φαινομένων από το πραγματικό τήξιμο. Θα πρέπει να μάθετε, διαμέσου της εμπειρίας, πως να αναγνωρίζετε το τήξιμο και πως διακρίνεται από την αποσύνθεση, τον αποχρωματισμό, το μαλάκωμα, τη συμπύκνωση μάζας και την εξάχνωση.

Μερικές ενώσεις αποσυντίθενται κατά την τήξη. Η αποσύνθεση είναι συνήθως ορατή με τον αποχρωματισμό του δείγματος. Συχνά αυτή η θερμοκρασία αποσύνθεσης χρησιμοποιείται ως φυσικοχημική σταθερά αντί του σημείου τήξης. Αυτά τα σημεία αποσύνθεσης περιγράφονται σε διάφορους πίνακες σημείων τήξης με τη τοποθέτηση του γράμματος *d* μετά τη θερμοκρασία. Ένα παράδειγμα είναι το σημείο αποσύνθεσης της υδροχλωρικής θειαμίνης της οποίας το σημείο τήξης πρέπει να αναγράφεται ως 248 °C d, δείχνοντας ότι η ένωση αυτή τήκεται στους 248 °C με αποσύνθεση. Αν η αποσύνθεση είναι αποτέλεσμα της επαφής του δείγματος με το ατμοσφαιρικό οξυγόνο, τότε η μέτρηση του σημείου τήξης μπορεί να γίνει σε ένα κλειστό τριχοειδή σωλήνα σημείου τήξης υπο κενό.

Στην εικόνα 2.9 περιγράφονται δύο απλοί τρόποι κλεισίματος τριχοειδή σωλήνα σημείου τήξης υπο κενό. Η μέθοδος Α χρησιμοποιεί ένα κανονικό τριχοειδή σωλήνα σημείου τήξης, ενώ η μέθοδος Β δημιουργεί ένα τριχοειδή σωλήνα σημείου τήξης από μια πιπέττα Pasteur. Πριν τη χρησιμοποίηση της μεθόδου Β, θα πρέπει να είμαστε σίγουροι ότι το άκρο της πιπέττας χωράει στην υποδοχή δείγματος της συσκευής του σημείου τήξης.

Μέθοδος Α Στη μέθοδο Α, μια τρύπα δημιουργείται διαμέσου ενός ελαστικού διαφράγματος με τη βοήθεια μιας μεγάλης πινέζας ή ενός μικρού καρφιού, και ο τριχοειδής σωλήνας εισάγεται από το εσωτερικό του διαφράγματος, πρώτα το κλειστό άκρο. Το λαστιχένιο διάφραγμα τοποθετείται σε ένα υάλινο σωλήνα που συνδέεται σε γραμμή κενού. Μετά τη δημιουργία του κενού, το ενδότερο άκρο του τριχοειδούς σωλήνα μπορεί να κλείσει με θέρμανση και τράβηγμα.

Μέθοδος Β Στη μέθοδο Β, το λεπτό τμήμα μιας 9-in πιπέττας Pasteur χρησιμοποιείται για τη δημιουργία του τριχοειδούς σωλήνα σημείου τήξης. Το άκρο της πιπέττας κλείνεται προσεκτικά με τη χρήση φλόγας. Η πιπέττα πρέπει να κρατιέται με γωνία καθώς κλείνεται. Αυτό θα εμποδίσει τη συμπύκνωση της υγρασίας στο εσωτερικό της πιπέττας. Όταν το κλειστό άκρο της πιπέττας έχει κρυώσει, εισάγεται το δείγμα διαμέσου του ανοικτού άκρου με τη βοήθεια μιας μικροσπίτουλας. Ένα λεπτό σύρμα μπορεί να χρησιμοποιηθεί για τη προώθηση του δείγματος στο κλειστό άκρο. (Αν η συσκευή του σημείου τήξης διαθέτει δονητή, μπορεί να χρησιμοποιηθεί για



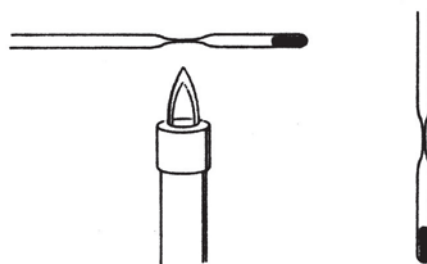
Εικόνα 2.9 Δημιουργία κενού και κλείσιμο τριχοειδούς σωλήνα σημείου τήξης

την απλούστευση της διαδικασίας). Όταν το δείγμα βρίσκεται στη θέση του, η πιπέττα συνδέεται με τη γραμμή κενού με λάστιχο και εφαρμόζεται κενό. Ο σωλήνας μπορεί να κλείσει με τη θέρμανση με φλόγα και τράβηγμα.

Μερικές ενώσεις αρχίζουν να αποσυντίθενται πιο χαμηλά από το σημείο τήξης τους. Θερμικά ασταθείς ενώσεις μπορεί να υποστούν αντιδράσεις απόσπασης ή δημιουργίας ανυδριτών κατά τη διάρκεια της θέρμανσης. Τα προϊόντα αποσύνθεσης αποτελούν ακαθαρσίες στο πραγματικό δείγμα, έτσι ώστε το σημείο τήξης του δείγματος να χαμηλώνει λόγω της παρουσίας τους.

Είναι κανονικό φαινόμενο για αρκετές ενώσεις να μαλακώνουν ή να υφίστανται συμπύκνωση της μάζας αμέσως πριν τακούν. Αυτή η συμπεριφορά δεν αντιπροσωπεύει αποσύνθεση αλλά μια αλλαγή της κρυσταλλικής δομής ή ανάμειξη με ακαθαρσίες. Μερικές ενώσεις “βγάζουν ατμούς” ή απελευθερώνουν μόρια του διαλύτη κρυστάλλωσης, πριν από την τήξη. Αυτές οι αλλαγές δεν δείχνουν την αρχή της τήξης. Η πραγματική τήξη του δείγματος αρχίζει όταν η πρώτη σταγόνα υγρού γίνεται ορατή μέσα στους κρυστάλλους, και η περιοχή τήξης συνεχίζει μέχρι τη θερμοκρασία όπου όλο το στερεό έχει μεταβεί στην υγρή φάση. Με την εμπειρία, πολύ σύντομα θα μπορείτε να διακρίνετε μεταξύ του μαλακώματος ή του “βγασίματος ατμών” και της πραγματικής τήξης. Αν θέλετε, μπορείτε να αναφέρετε τη θερμοκρασία του μαλακώματος ή του “βγασίματος ατμών” ως τμήμα του σημείου τήξης: 211°C (μαλάκωμα), 223-225 °C (τήξη).

Μερικές στερεές ενώσεις έχουν μεγάλη τάση ατμών που έχει σαν αποτέλεσμα την εξαχνωση πριν ή κατά το σημείο τήξης. Σε πολλά βιβλία η θερμοκρασία εξαχνωσης αναφέρεται μαζί με το σημείο τήξης. Τα σύμβολα *sub*, *subl*, ή και μερικές φορές *s* χρησιμοποιούνται για να περιγράψουν μια ένωση που εξαχνώνεται. Σε τέτοιες περιπτώσεις, ο προσδιορισμός του σημείου τήξης πρέπει να γίνει σε κλειστούς τριχοειδείς σωλήνες ώστε να αποφεύγεται η απώλεια του δείγματος. Ο απλούστερος τρόπος για το κλείσιμο ενός γεμάτου τριχοειδή σωλήνα είναι η θέρμανση με φλόγα του ανοικτού άκρου του τριχοειδούς σωλήνα και το τράβηγμα με λαβίδα. Ένας καλύτερος τρόπος, αν και πολύ δυσκολότερος, είναι η θέρμανση στο κέντρο του τριχοειδούς σωλήνα με χαμηλή φλόγα, και η περιστροφή γύρω από τον άξονα του σωλήνα, που κρατιέται οριζόντιος, μέχρι να καταπέσει το κέντρο. Όταν αυτό δεν γίνεται γρήγορα, το δείγμα μπορεί να τακεί ή να εξαχνωθεί κατά τη διάρκεια της θέρμανσης. Με ένα μικρότερο θάλαμο, το δείγμα δεν μπορεί να μετακινηθεί στην κρύα άνω πλευρά του τριχοειδούς. Η εικόνα 2.10 απεικονίζει αυτήν την μέθοδο.



Εικόνα 2.10 Κλείσιμο τριχοειδούς σωλήνα για μια ένωση που εξαχνώνεται

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry* Vogel, A. I.; Furniss, B. S.; Hannaford, A. J.; Smith, P.W.G.; Tatchell, A. R. 5th ed. Longman, Harlow, UK. 1989.
2. *Experimental Organic Chemistry*, Palleros, D. R. John Wiley & Sons, New York, 2000.
3. *Experimental Organic Chemistry Standard and Microscale*, Harwood, L. M.; Moody, C.J.; Percy, J.M. 2nd ed. Blackwell Science, Oxford, UK, 1999.
4. *Organic Laboratory Techniques*, Pavia, D.L.; Lampman, G.M.; Kriz, G.S.; Engel, R.G. Saunders Orlando, 1998.

ΑΣΚΗΣΕΙΣ

Πρόβλημα 1

Υποπτεύεστε ότι ένα άγνωστο δείγμα είναι ένα από τις παρακάτω ενώσεις (m.p.): ουρία (133 °C), 2,4-διμεθυλοακετανιλίδιο (133 °C), φαινακετίνιο (134 °C), 3-χλωροβενζαμίδιο (134 °C). Μια λίστα μικτών σημείων τήξης του αγνώστου δείγματος με κάθε μια από τις πιθανές ενώσεις απεικονίζεται στον παρακάτω πίνακα. Να αναγνωρίσετε το άγνωστο δείγμα και να δικαιολογήσετε την απάντησή σας.

άγνωστο δείγμα +	μικτό σημείο τήξης (°C)
ουρία	120-130
2,4-διμεθυλοακετανιλίδιο	105-120
φαινακετίνιο	133-134
3-χλωροβενζαμίδιο	115-128

Πρόβλημα 2

Τρία δείγματα που ονομάζονται X, Y, Z έχουν το ίδιο σημείο τήξης, 148-149 °C. Όταν ένα 2:1 μίγμα των X και Y παρασκευάζεται το σημείο τήξης είναι 105-130 °C. Το σημείο τήξης ενός 1:1 μίγματος των Y και Z είναι 148-149 °C. Είναι οι ενώσεις X, Y, Z ίδιες? Να προβλέψετε το σημείο τήξης ενός 2:1 μίγματος των X και Z.

Πρόβλημα 3

Ενώ οι κανονικοί άνθρωποι ερωτεύονται με ένα φλιτζάνι καφέ, ο Synton και η Εσθήρ ερωτεύθηκαν σε μια συσκευή μέτρησης σημείου τήξης. Συναντήθηκαν για πρώτη φορά στο βασικό εργαστήριο Οργανικής Χημείας. Μοιραζόντουσαν την ίδια συσκευή σημείου τήξης και διαπιστώσαν ότι οι τριχοειδείς σωλήνες των δειγμάτων τους είχαν αναμιχθεί. Είχαν προλάβει να μετρήσουν το σημείο τήξης των αγνώστων δειγμάτων τους, και κατά σύμπτωση, και οι δύο είχαν βρεί 186-187 °C. Ο Synton θυμήθηκε ότι είχε παρασκευάσει δύο δείγματα με την ανάμειξη του αγνώστου δείγματος του με σουκινικό οξύ και ιπουρικό οξύ. Η Εσθήρ είχε αναμείξει το δικό της με ιπουρικό οξύ και καμφορικό οξύ. Ολα αυτά τα οξέα έχουν σημείο τήξης 186-187 °C. Αποφάσισαν να μετρήσουν τα σημεία τήξης και των τεσσάρων δειγμάτων; βρήκαν δύο μίγματα να λιώνουν στους 186-187 °C, ένα μίγμα να λιώνει στους 120-140 °C, και το άλλο στους 155-170 °C. Μπορεί ο Synton και η Εσθήρ να έχουν και οι δύο ως άγνωστο δείγμα το καμφορικό οξύ? Μπορεί να έχουν το ιπουρικό οξύ?

ΠΕΙΡΑΜΑ 1

Προσδιορισμός του σημείου τήξης

Σε αυτό το πείραμα θα γνωρίσουμε τη συμπεριφορά κρυσταλλικών οργανικών ενώσεων, όσον αφορά το σημείο τήξης τους.

- Αρχικά θα ληφθεί το σημείο τήξης μιας γνωστής καθαρής οργανικής ένωσης ώστε να γνωρίσετε τη μέθοδο αυτή.
- Έπειτα, θα μετρήσετε το σημείο τήξης μιας άγνωστης ένωσης που θα σας δωθεί, και με τη βοήθεια του πίνακα 2.1 θα ταυτοποιήσετε την ένωση αυτή.
- Τελικά θα προσδιορίσετε το ευτηκτικό σημείο ενός δυαδικού μίγματος.

ΠΑΡΑΤΗΡΗΣΕΙΣ

- Οι συσκευές επιτρέπουν τον ταυτόχρονο προσδιορισμό τριών σημείων τήξης
- Ποτέ να μην επαναχρησιμοποιείτε τον τριχοειδή σωλήνα του σημείου τήξης

Διαδικασία: Για τον προσδιορισμό του σημείου τήξης βάζουμε σε τριχοειδή σωλήνα, κλειστό στο ένα άκρο, μικρή ποσότητα ξηρής και λειοτριβημένης ουσίας (ύψος 1-2 mm) και θερμαίνουμε προσεκτικά. Όταν φθάσουμε σε θερμοκρασία 10-15 °C χαμηλότερα από το σημείο τήξης της ένωσης, η ταχύτητα ανόδου της θερμοκρασίας δεν θα πρέπει να υπερβαίνει το 1 °C ανά λεπτό. Σε ενώσεις με άγνωστο σημείο τήξης θα πρέπει να γίνουν δύο δοκιμές. Μια με γρήγορο ρυθμό ανόδου για τον κατά προσέγγιση προσδιορισμό και μια δεύτερη, όπου στην περιοχή του σημείου τήξης θερμαίνουμε πολύ αργά (1 °C ανά λεπτό).

ΑΣΦΑΛΕΙΑ

Τα θερμόμετρα είναι πολύ ευαίσθητα. Ο υδράργυρος είναι ένα τοξικό μέταλλο και η διαρροή υδραργύρου είναι πολύ δύσκολο να καθαριστεί. Ποτέ μην ψύχετε ένα θερμόμετρο τοποθετώντας σε πάγο ή κρύο νερό; μπορεί να σπάσει. Ποτέ μην αναταράσσετε ένα θερμόμετρο.

A Προσδιορισμός του σημείου τήξης μιας γνωστής οργανικής ένωσης

Κάθε φοιτητής εργάζεται μόνος του, σε μια από τις υπάρχουσες συσκευές, και θα προσδιορίσει το σημείο τήξης μιας γνωστής οργανικής ένωσης που θα σας δοθεί. Αυτή η άσκηση χρησιμεύει για (α) γνωριμία με τη συσκευή προσδιορισμού σημείου τήξης και (β) για τη σύγκριση του πειραματικού προσδιορισμού του σημείου τήξης με τα βιβλιογραφικά δεδομένα.

B Ταυτοποίηση μιας άγνωστης οργανικής ένωσης με τη βοήθεια του σημείου τήξης.

Κάθε φοιτητής εργάζεται μόνος του και προσδιορίζει το σημείο τήξης μιας άγνωστης οργανικής ένωσης που θα σας δωθεί από τον Πίνακα 2.1. Η ταυτοποίηση μπορεί να γίνει με τη λήψη του μικτού σημείου τήξης.

Διαδικασία: Η λήψη του μικτού σημείου τήξης γίνεται με την ανάμειξη (λειοτρίβηση-ισομοριακές ποσότητες) της άγνωστης ένωσης που προσδιορίσατε το σημείο τήξης, με την ένωση του Πίνακα 2.1 που πιστεύετε ότι έχετε. Αν πρόκειται για την ίδια ένωση τότε το σημείο τήξης παραμένει σταθερό. Ταπείνωση του σημείου τήξης ή διεύρυνση της περιοχής τήξης σημαίνει ότι η υπόθεση που έχετε κάνει είναι λάθος.

Πίνακας 2.1 Προσδιορισμός σημείου τήξης και ταυτοποίηση της οργανικής ένωσης.

Ένωση	Σημείο τήξης (°C)
4-Νιτροτολουόλιο	51-52
1,4-Διχλωροβενζόλιο	52-53
4-Διμεθυλαμινοβενζαλδεύδη	73-75
Ναφθαλίλιο	80-82
4-Νιτροφαινόλη	111-114
Βενζοϊκό οξύ	122-123
Φθαλικός ανυδρίτης	129-131
Ουρία	132-133
Κιναμωμικό οξύ	133-134
Μηλεινικό οξύ	135-136
2-Χλωροβενζοϊκό οξύ	139-141
Σαλικυλικό οξύ	157-159
Καμφορά	176-180
Θειουρία	174-180
4-Μεθοξυβενζοϊκό οξύ	184-185

Γ Προσδιορισμός του ευτηκτικού σημείου μίγματος ναφθαλινίου-βενζοϊκού οξέος

Δύο φοιτητές αποτελούν μια ομάδα, απαιτούνται πέντε ομάδες για το σχεδιασμό του διαγράμματος τήξης. Κάθε ομάδα παρασκευάζει ένα μόνο μίγμα (βάρους 1 gr) ναφθαλινίου-βενζοϊκού οξέος (σύστασης 1:4, 2:3, 1: 1, 3 :2, 4: 1). Το μίγμα λειοτριβείται μέχρι να γίνει *ομοιογενές*. Σε κάθε μίγμα προσδιορίζουμε το σημείο τήξης.

ΚΑΘΑΡΙΣΜΟΣ

- Οι τριχοειδείς σωλήνες πετιούνται στο κατάλληλο δοχείο γυαλικών μετά το τέλος της μέτρησης.
- Τα αχρησιμοποίητα δείγματα στερεών πετιούνται στο αντίστοιχο δοχείο απορριμάτων.

Καταγραφή του πειράματος

Στο εργαστηριακό τετράδιο θα καταγραφούν

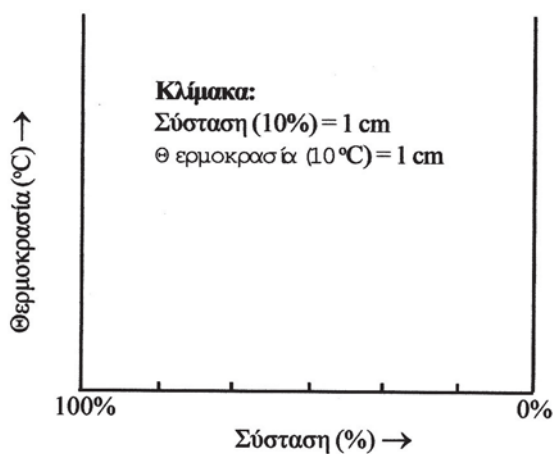
- όλα τα σημεία τήξης των ενώσεων που έχετε προσδιορίσει (Πείραμα 1, Τμήματα Α, Β, Γ) και οι παρατηρήσεις σας σχετικά με τον τρόπο τήξης των ενώσεων αυτών,
- οι απαντήσεις των ασκήσεων, και
- οι συντακτικοί τύποι των ενώσεων του Πίνακα 2.1.

Τα αποτελέσματα του προσδιορισμού ευτηκτικού σημείου του μίγματος ναφθαλινίου-βενζοϊκού οξέος θα πρέπει να απεικονίζονται σε πίνακα της μορφής

Πίνακας . Προσδιορισμός ευτηκτικού σημείου μίγματος ναφθαλινίου-βενζοϊκού οξέος

Αναλογία ναφθαλινίου/βενζοϊκού οξέος	Σημείο τήξης (°C)	Παρατηρήσεις
1:0	----	-----
4:1	----	-----
3:2	----	-----
1:1	----	-----
2:3	----	-----
1:4	----	-----
0:1	----	-----

Στη γραφική παράσταση του διαγράμματος τήξης καταγράφουμε τις τιμές για τις περιοχές τήξης σύμφωνα με το παρακάτω διάγραμμα και προσδιορίζουμε τη σύσταση του ευτηκτικού μίγματος.



Διάγραμμα σημείου τήξης-σύστασης.