

Betriebsanleitung Schmelzpunktbestimmungsapparat „Stuart“

Was Sie falsch machen können:

- **Wenn Sie mit den Fingern auf die Folientastatur pieken**, werden Sie sie mit den Fingernägeln in kurzer Zeit durchstoßen haben. Eine teure Reparatur ist die Folge! Tippen Sie flach mit den Fingerballen auf die Tastatur!
- **Wischen Sie die Schmelzpunktkapillare außen sorgfältig sauber**, bevor sie sie in den Heizblock stellen. Sonst gibt es drinnen alsbald eine klebrige Harzmasse und blinde Sichtfenster. Man sieht dann nichts mehr und kann also auch keinen Schmelzpunkt mehr bestimmen.
- **Eine Schmelzpunktkapillare hat ein offenes und ein geschlossenes Ende**. Es gibt auch Kapillaren, die 2 offene Enden haben! Die sehen bei flüchtigem Hinsehen fast so aus wie Schmelzpunktkapillaren. Nur, dass sie eben unten offen sind. ... Und dass Ihnen im Gerät alles unten rausrieseln oder rauslaufen wird. ... und dass also der Heizblock so richtig schön eingesaut wird. ... und Sie natürlich keinen Schmelzpunkt mehr bestimmen können, weil ja alles schon rausgerieselt oder rausgelaufen ist. **Schauen Sie sich also genau an, was Sie in den Apparat hineinstellen wollen!**
- **Je ungeduldiger Sie sind, umso schlechter werden Ihre Messwerte**. genaue Messwerte erhält man mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 1 °C/min.

Grundsätzliches

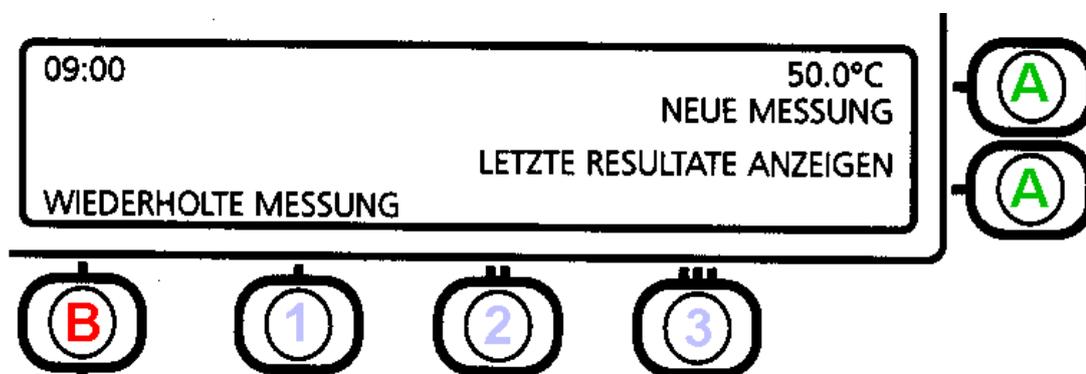
Schmelzpunkte kann man nur bestimmen, indem man eine feste Substanz durch Erwärmen zum Aufschmelzen bringt. Eine aufgeschmolzene Substanz muss nicht unbedingt am Schmelzpunkt wieder erstarren sondern es ist vor allem für organische Substanzen typisch, dass sie sich deutlich unter den Schmelzpunkt abkühlen lassen, ohne spontan fest zu werden.

Schmelzpunktkapillaren sind nach dem Aufschmelzen hin, es kann damit nur 1 Mal gemessen werden.

Anleitung Schmelzpunktsapparat

Der Hauptschalter befindet sich an der Rückseite des Geräts.

Die Deutsche Menüführung erinnert manchmal an eine automatische Google-Übersetzung. Mit etwas guten Willen kann man aber erraten, was gemeint ist. Die Tasten am Display sind kontextsensitiv. Sie haben grundsätzlich folgende Funktionen:



Mit den beiden Tasten (A) trifft man meist eine Auswahl („ja“/„nein“) oder ändert einen Wert („auf“/„ab“). Mit der Taste (B) kommt man weiter oder kann den Vorgang abbrechen. Die Tasten (1), (2) und (3) dienen zum Speichern von je bis zu 7 Messwerten für die drei Kapillaren, die man gleichzeitig in das Gerät stecken kann. Man kann sich also voll auf den

Schmelzvorgang konzentrieren und ist nicht dadurch abgelenkt, dass man abgelesene Werte sofort im Laborjournal notieren muss.

Das Bild zeigt die Situation nach dem Anschalten des Geräts. Man kann die zuletzt durchgeführte Messung mit den gleichen Parametern wiederholen (B), man kann sich die Resultate – also die mit den drei Tasten (1), (2) und (3) abgespeicherten Messwerte der letzten Messung anzeigen lassen (untere Taste A) oder man kann eine neue Messung starten (obere Taste A).

Misst man neu, wird also eine neue Messung gestartet. Die nächste Frage ist, ob man dazu ein voreingestelltes Programm verwenden will oder nicht. Ein Programm verwendet voreingestellte Parameter. Es können nur drei Programme hinterlegt werden. Das ist schön für eine Qualitätskontrolle von genau drei Produkten, für ein Praktikum mit 150 verschiedenen Produkten ist das Unsinn. Sie wollen also **kein** vorgegebenes Programm verwenden.

Das bedeutet, dass Sie für die Messung jetzt eigene Parameter eingeben müssen. Es gibt 2 Parameter: Das Gerät heizt zunächst schnell auf ein Temperaturplateau auf, equilibriert sich dort 2 Minuten lang und heizt dann langsam mit einer geringen Geschwindigkeit weiter. Sie müssen **Temperaturplateau** und die anschließende **Heizgeschwindigkeit** einstellen.

- *Wenn Sie den Schmelzpunkt kennen*, wählen Sie eine Plateau-Temperatur dicht unter dem Schmelzpunkt. Je mehr Vertrauen Sie der Substanz entgegenbringen, umso dichter können Sie an den erwarteten Schmelzpunkt herangehen (... und umso schneller ist die Messung). Seriöse Schmelzpunktwerte werden mit einer anschließenden Aufheizgeschwindigkeiten von 1 °C/min erreicht. Das Gerät versucht, Sie nicht unnötig zu langweilen, denn es piept, wenn es sich auf dem Plateauwert befindet und dort 2 Minuten verharrt hat – also bereit zur Messung ist, die Sie jetzt starten müssen. Sie können also die Kapillare hineinstecken, das Aufheizen starten und so lange, wie das Gerät braucht, um sich auf den Plateauwert aufzuheizen, noch ein Schwätzchen machen, das Laborjournal holen oder andere Dinge erledigen.
- *Wenn Sie den Schmelzpunkt nicht kennen* und es sich aber um eine bekannte Verbindung handelt, sollten Sie doch lieber **vor** der Messung nachsehen, wo der Schmelzpunkt zu erwarten ist. Beträgt der nämlich z.B. 297 °C und Sie beginnen ab Raumtemperatur mit 1 °C/min aufzuheizen, brauchen Sie $297 - 21 = 276$ Minuten – also fast 5 Stunden für die Messung. Das wollen Sie nicht. Und Ihre Nachbarn, die auch alle noch messen wollen, auch nicht!
- *Ist es eine unbekannte Substanz*, so bestimmen Sie den Schmelzpunkt erst einmal ungefähr durch schnelles Aufheizen. Lassen Sie das Gerät wieder abkühlen, bzw. bereiten Sie eine neue Messung vor, bei der der Plateauwert dicht unter dem grob ermittelten Schmelzpunkt liegt, präparieren Sie eine neue Schmelzpunkt kapillare und messen Sie jetzt noch einmal exakt.

Ablesen und aufhören

Während der Messung schauen Sie durch das Okular die Proben an. Die aktuelle Temperatur wird in das Okular eingespiegelt und ist auch auf dem Display sichtbar. Wenn in einer der max. 3 Kapillaren der Schmelzvorgang beginnt, drücken Sie einfach die zugehörige Taste (1), (2) oder (3). Die aktuelle Temperatur wird dann gespeichert. Pro Kapillare können Sie max. 7 Messwerte speichern, wobei Sie sich allerdings merken müssten, was z.B. beim fünften Mal Drücken in der Kapillare gerade passiert ist. In der Regel werden Sie nicht mehr als drei Temperaturen speichern wollen: Dicht unterhalb des Schmelzpunktes gibt es manchmal leichte Verfärbungen (1. Messwert), dann beginnt das Schmelzen (2. Messwert) und schließlich ist die gesamte Probe aufgeschmolzen (3. Messwert). Die Differenz zwischen dem zweiten und dritten Messwert nennt man Schmelzbereich, den Sie in Ihrem Protokoll angeben. Komplizierter wird es, wenn die Probe nicht schmilzt sondern sich zersetzt. Dann kann sie zusammensintern, sich verfärben, verkohlen, ausgasen etc.

Sind die Proben aufgeschmolzen, wird die Messung mit der Taste (B) beendet. Sie hören darauf ein Gebläse, welches das Gerät wieder auf Raumtemperatur abkühlt. Mit den Display-Tasten können Sie jetzt die Messwerte abrufen. Ein Drucker steht nicht zur Verfügung – diese Option geht also ins Leere. Vergessen Sie das Ausschalten nicht!

Anleitung Füllen der Kapillare

Zum Messen des Schmelzpunktes werden kleine Kapillaren verwendet, das sind im Prinzip Mikroreagenzgläser mit einem Außendurchmesser von gerade mal einem Millimeter! Füllen Sie diese Kapillare mit Substanz, indem Sie mit dem

offenen Ende in die zu prüfende Substanz stechen, bis der Feststoff ein paar Millimeter in die Kapillare eingedrungen ist. **Nehmen Sie ein Stückchen trockenen Zellstoff und putzen Sie die Kapillare außen sauber.**

Versuchen Sie, die in die Kapillare eingedrungene Festsubstanz auf den Boden der Kapillare zu klopfen. Das geht meistens nicht ganz freiwillig aber folgender Trick hilft:

- Halten Sie ein Glasrohr (eine Länge von 50 cm ist vollkommen ausreichend) auf einer harten Unterlage (Fliesen) senkrecht stehend und lassen Sie die Kapillare durch das Glasrohr hindurchfallen. (Sie werden von der Elastizität des Glases überrascht sein!)

Der Aufprall der Kapillare ist so heftig, dass die Substanz jetzt in aller Regel nach unten bis zum Boden der Kapillare hindurchrutscht.

Sublimierende Verbindungen

Wenn Ihre Substanz bei der Schmelzpunktsbestimmung irgendwie immer weniger wird und sich stattdessen am oberen Ende der Kapillare Ablagerungen zeigen oder wenn sie von vornherein wissen, dass Ihre Substanz sublimiert, müssen Sie das Schmelzpunktsröhrchen nach dem Einbringen der Substanz zuschmelzen. Nehmen sie die Sparflamme eines Bunsenbrenners und ziehen Sie **ganz oben und in der Flamme** aus! Der sich jetzt beim Aufheizen ergebende Innendruck verhindert das Sublimieren. Die Kapillare muss danach noch so lang sein, dass Sie aus dem Apparat herauschaut!

Zersetzungerscheinungen

Nicht alle Substanzen lassen sich unzersetzt bis zum Schmelzpunkt aufheizen, sondern zersetzen sich vorher. Anzeichen für eine Zersetzung sind:

- Die Probe verändert die Farbe (meist braun)
- Die Probe schrumpft
- Die Probe gast aus. (Oft werden dabei noch vorhandene Partikel in der Kapillare nach oben gedrückt.)

Zersetzungspunkte sind nicht scharf und nicht genau reproduzierbar. Sie dürfen hier also größere Abweichungen von vorhandenen Literaturwerten für tolerabel halten. Zersetzungspunkte werden mit einem nachgestellten „Z“ angegeben. (Beispiel: „278 °C (Z)“)

Wie man unseriös Schmelzpunkte abliest

Ihre Substanz ist, na ja sagen wir mal: Nicht so ganz richtig sauber und hat einen etwas größeren Schmelzbereich. Sie kennen schon den Literaturschmelzpunkt und lesen zur Maximierung der Übereinstimmung dann entweder schon ab, wenn die ersten Kristallkanten sich runden oder erst dann, wenn auch der allerletzte Krümel verschwunden ist. Seriös wäre es, wenn man den Bereich vom ersten Schmelzvorgang bis zum völligen Aufschmelzen angibt.

Wie man unseriös mit Literaturdaten vergleicht

Es gilt heutzutage als schick, auch Praktikanten schon auf moderne Literaturrechercheinstrumente loszulassen. Es ist so nicht schwer, z.B. mit Beilstein Crossfire für eine gegebene Substanz mit ein paar Mausclicks Literaturschmelzpunkte gleich im Dutzend hervorzuzaubern. Es kommt aber vor, dass diese sich voneinander beträchtlich unterscheiden. Das ist natürlich prima, weil man sich dann einfach den aussuchen kann, der dem Schmelzverhalten der eigenen Substanz am nächsten kommt. Und weil die Literaturquelle ja schon dasteht, braucht man nicht mal in die Bibliothek zu laufen. Um gewissenhaft und belesen zu wirken, reicht es, das Literaturzitat vom Bildschirm abzuschreiben.

Seriös wäre es, den Ursachen für die Schmelzpunktabweichungen auf den Grund zu gehen. Oft signalisiert schon die Häufung der Werte um einen engeren Bereich, dass den Autoren der abweichenden Werte offenbar Fehler unterlaufen sind. Ist das nicht eindeutig, muss man eben auch angeben, dass die Literaturdaten streuen. Seriös ist ferner, wenn man eine zitierte Literaturstelle auch wirklich selbst nachgeschlagen hat.

