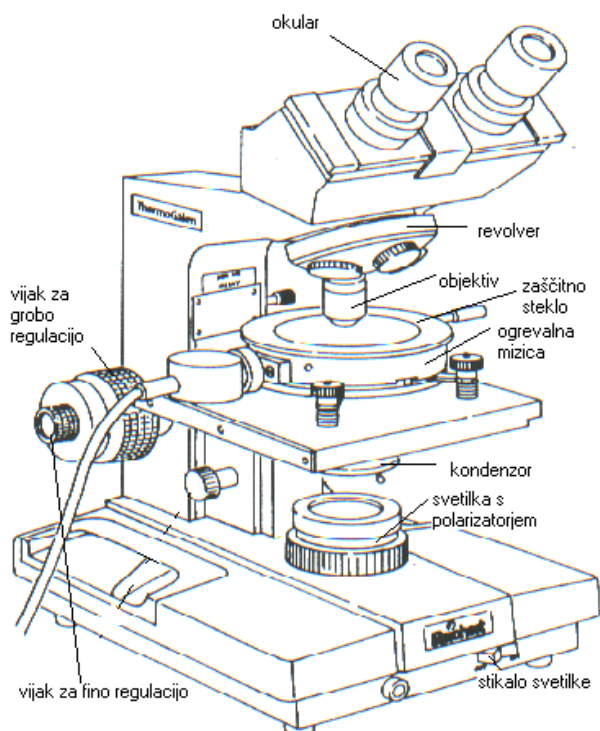


## DOLOČANJE TALIŠČA Z MIKROSKOPOM Z OGREVALNO MIZICO

Določanje tališča je najenostavnejša metoda za karakterizacijo in določanje čistote spojin. Vsak študent določa tališča svojim spojinam.

### **Opis naprave**

Mikroskop z ogrevalno mizico služi določanju temperature tališča trdnih kristaliničnih spojin (Slika 1.). Aparaturo sestavljajo mikroskop z dvema okularjema in revolverjem z enim ali večimi objektivi, ogrevalna mizica, termometer, svetilka s polarizatorjem in kondenzorjem ter dva vijaka za regulacijo. Povezan je z regulatorjem temperature, s katerim nastavljammo temperaturo ogrevalne mizice.



**Slika 1.** Mikroskop z ogrevalno mizico.

### **Navodila za delo**

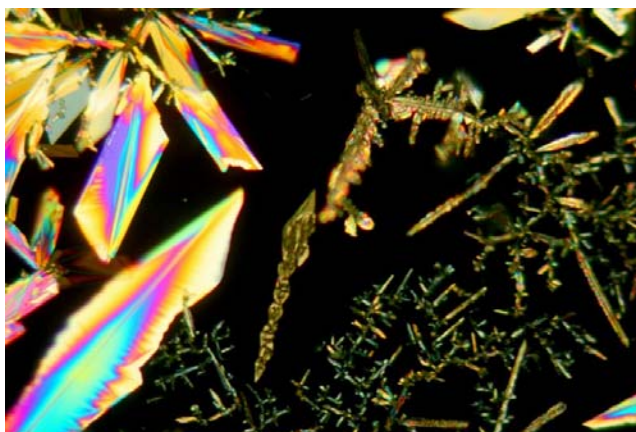
- Pred delom z mikroskopom z ogrevalno mizico se prepričamo, da je temperatura mizice nižja od 40°C. V nasprotnem primeru mizico ohladimo s pripadajočo kovinsko ploščo na kovinski palčki.
- Mikroskop dvignemo z grobim vijakom v najvišjo možno pozicijo (vrtenje v desno). Revolver z objektivi zavrtimo tako, da pravokotno na ogrevalno mizico ni nobenega objektiva, oziroma tako, da je največji objektiv najdlje od pozicije, pravokotne na ogrevalno mizico.
- Mikroskop z ogrevalno mizico povežemo z regulatorjem temperature in priključimo na električno omrežje, če je to potrebno.
- Spojino, ki ji želimo določiti tališče damo na čisto objektno steklo, pokrijemo s krovnim stekelcem in postavimo na ogrevalno mizico. Pri tem uporabimo le nekaj kristalov preiskovane substance. Če so kristali preveliki, jih pred določanjem tališča zdrobimo. Prižgemo svetilko mikroskopa. Vzorec mora biti postavljen tako, da je vsaj del spojine v snopu svetlobe, ki gre skozi kondenzor in jo vidimo z zgornje strani mikroskopa.
- Ogrevalno mizico z vzorcem prekrijemo z zaščitnim steklom.
- Revolver z objektivi zavrtimo tako, da je objektiv z 10-kratno povečavo nad našim vzorcem in snopom svetlobe.

### Farmaceutska kemija III

#### Vaje in seminarji: Navodilo za delo z aparaturo

---

- Počasi spuščamo mikroskop z grobim vijakom (vrtenje v levo), da vidimo sliko v obeh okularjih. Nato s finim vijakom sliko izostrimo.
- Mikroskop vsebuje polarizator svetlobe, ki omogoča opazovanje dvolomnih (anizotropnih) struktur, v katerih se svetloba ne širi v vseh smereh z enako hitrostjo in zato lahko nekoliko zavrtijo ravnino nihanja polarizarne svetlobe. To so strukture, v katerih so molekule zelo pravilno urejene (kristali, škrobno zrno). Polarizacijski mikroskop ima med izvorom svetlobe in preparatom vgrajen polarizator (polarizacijski filter), ki polarizira svetlobo, s katero osvetljujemo preparat. Med objektivom in okularjem je vgrajen analizator (drugi polarizacijski filter), ki je nameščen pravokotno na polarizator in zato zadrži vso svetlobo, ki jo prepušča polarizator. Vidno polje je temno. Svetlejši so tisti deli preparata, v katerih se smer širjenja polarizarne svetlobe spremeni zaradi strukturne urejenosti in to svetlobo potem analizator delno prepusti (Slika 2.).



Slika 2. Slika kristalov s polarizacijskim mikroskopom.

- Vključimo regulator gretja in postopoma segrevamo vzorec do temperature tališča. Z vrtenjem vijaka na regulatorju v desno sproti nastavljamemo temperaturo, do katere se ogrevalna mizica in z njo vzorec še segrevata.
- Temperaturo sproti odčitavamo na termometru, ki je povezan z ogrevalno mizico. Najprej uporabimo termometer s temperaturno skalo  $+20^{\circ}\text{C}$  do  $+230^{\circ}\text{C}$ . Če nam temperatura preseže  $+200^{\circ}\text{C}$ , ne da bi se spojina pričela taliti, ga zamenjamo s termometrom s temperaturno skalo  $+120^{\circ}\text{C}$  do  $+350^{\circ}\text{C}$ .
- Smiselno je določitev tališča izvesti dvakrat, pri čemer prvič nastavimo višjo temperaturo in s tem mizico hitreje segrevamo, pri drugi izvedbi pa mizico segrejemo do  $10^{\circ}\text{C}$  pod prvič določeno temperaturo tališča in nato počasi segrevamo ( $1-2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ), dokler se spojina ne stali.
- Ko se spojina stali, izključimo regulator gretja, vijak na regulatorju pa pomaknemo v skrajno levo pozicijo.
- Z grobim vijakom pomaknemo mikroskop v najvišjo možno pozicijo (vrtenje v desno), revolver z objektivom pa v stanje, kjer je najdaljši objektiv najbolj odmaknjen od ogrevalne mizice.
- S pinceto (!) previdno odstranimo zaščitno steklo ogrevalne mizice, nato pa še naš vzorec. Na mizico postavimo kovinsko ploščo, namenjeno hlajenju mizice.
- Izključimo svetilko mikroskopa, medtem ko ga iz električnega omrežja običajno ne izklapljamemo.

**Farmaceutvska kemija III**  
**Vaje in seminarji: Navodilo za delo z aparaturo**

---

***Obvezni varnostni ukrepi***

- Pri delu z mikroskopom z ogrevalno mizico se slednja segreje do visokih temperatur, zato moramo temperaturo pred vsakim postopkom preveriti na pripadajočem termometru!
- Če je temperatura ogrevalne mizice nad 40°C, se delov aparature v stiku z ogrevalno mizico ne smemo dotikati z roko ampak s pinceto!
- Aparature ne smemo zapustiti, dokler se nismo prepričali, da je temperatura ogrevalne mizice manjša od 40°C!
- Ogrevalna mizica mora biti vedno čista. Če se po njej potrese preiskovana spojina, jo je potrebno očistiti!
- Pri merjenju temperature ogrevalne mizice uporabljamo tudi termometre z živim srebrom. Zato mora biti na dosegljivem in označenem mestu ob mikroskopu z ogrevalno mizico posoda s cinkovim prahom, s katerim ujamemo živo srebro v primeru razbitja termometra.