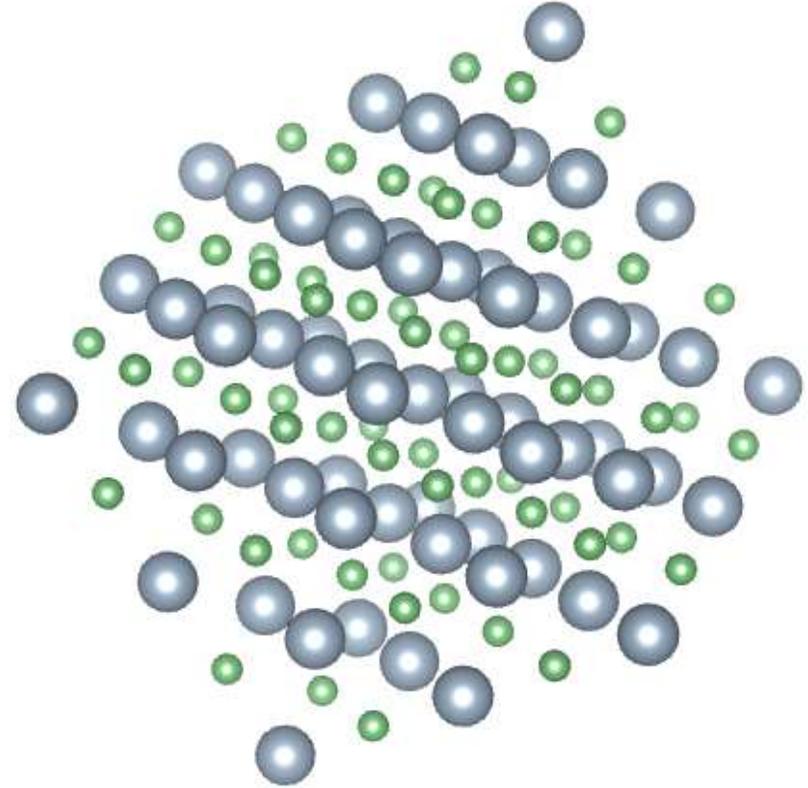


Melting Point Measurement (M.P.)

physical property

- ❖ Melting Point Definition.
- ❖ Reasons for Melting Point Measurement.
- ❖ Sample preparation.
- ❖ Consideration for M.P. measurement.



- Many organic compounds are solids at room temperature as a result of strong intermolecular forces which hold the individual molecules together in a crystal lattice.
- The nature and strength of these intermolecular forces are responsible for the observed differences in melting point.
- In general, if the forces are strong, the melting point will be high, and if they are relatively weak, the melting point will be low

العديد من المركبات العضوية صلبة في درجة حرارة الغرفة نتيجة لقوى التجاذب القوية بين الجزيئات التي تربط الجزيئات الفردية معًا في شبكة بلورية.

تُعزى الاختلافات الملحوظة في درجة الانصهار إلى طبيعة وقوة هذه القوى بين الجزيئية.

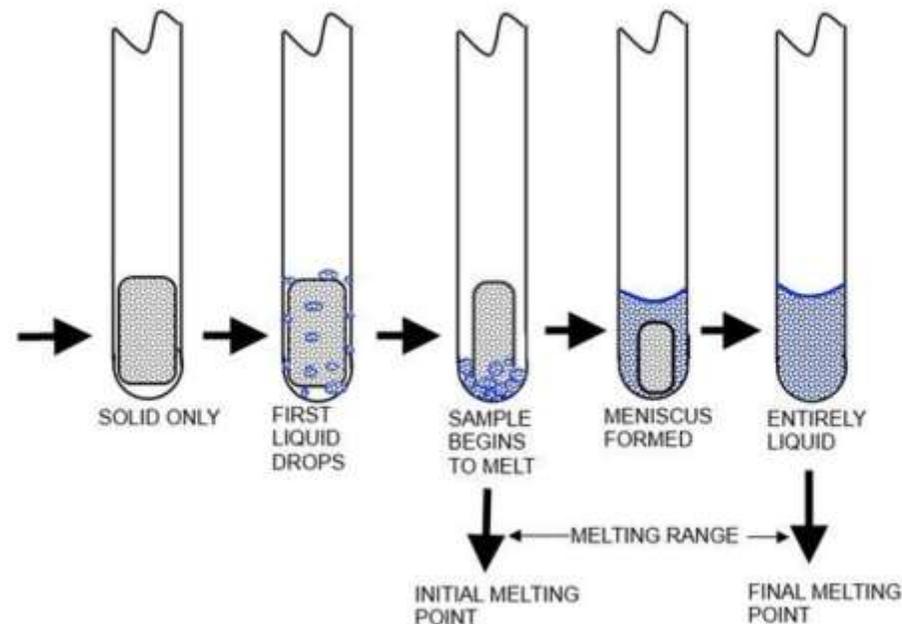
عمومًا، إذا كانت القوى قوية، تكون درجة الانصهار عالية، وإذا كانت ضعيفة نسبيًا، تكون درجة الانصهار منخفضة.

Melting Point Definition.

- The temperature at which the first crystal just starts to melt until the temperature at which the last crystal just disappears. for example, M.P. 147-149°C. (from solid to liquid)

- درجة الحرارة التي تبدأ عندها البلورة الأولى بالانصهار حتى تختفي البلورة الأخيرة. على سبيل المثال، نقطة الانصهار 149-147 درجة مئوية (من الحالة الصلبة إلى السائلة)

Compound	Formula	Melting Point, K	Boiling Point, K
Methane	CH ₄	90.4	111.3
Ethane	CH ₃ CH ₃	101	188.4
Propane	CH ₃ CH ₂ CH ₃	85.9	230.8
Butane	C ₄ H ₁₀	138	272.5
Pentane	CH ₃ (CH ₂) ₃ CH ₃	143.3	309.1
Hexane	C ₆ H ₁₄	179	241.3
Benzene	C ₆ H ₆	278.5	353.1
Heptane	C ₇ H ₁₆	183.5	371.6
Toluene	C ₆ H ₅ CH ₃	178	383.6
Octane	CH ₃ (CH ₂) ₆ CH ₃	216.2	398.6
Ethylbenzene	C ₆ H ₅ CH ₂ CH ₃	178	409.2

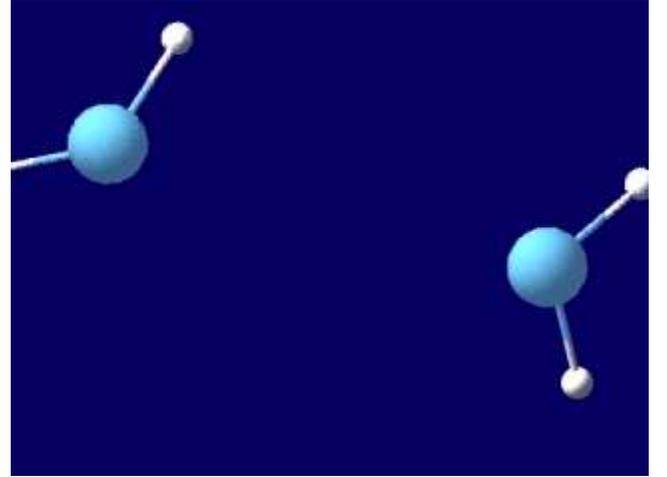


Melting Point Definition.

< يتطلب الأمر التغلب على القوى بين الجزيئية التي تربط المادة الصلبة معًا، وتعتمد درجة الحرارة التي يحدث عندها الانصهار على بنية الجزيء المعني.

- It requires that the intermolecular forces that hold the solid together have to be overcome, the temperature at which melting occurs will depend on the structure of the molecule involved.
- A pure, nonionic, crystalline organic compound usually has a sharp and characteristic melting point (usually 0.5-1.0 C range).
عادةً ما يكون للمركب العضوي النقي غير الأيوني البلوري نقطة انصهار حادة ومميزة (عادةً ما تتراوح بين 0.5 و 1.0 درجة مئوية).
- A mixture of very small amounts of miscible impurities will produce a depression of the melting point and an increase in the melting point range.

سيؤدي خليط من كميات صغيرة جدًا من الشوائب القابلة للامتزاج إلى انخفاض نقطة الانصهار وزيادة في نطاق نقطة الانصهار.



تؤثر الشوائب الذائبة على نقطة انصهار المادة الصلبة بالطريقة التالية:

Soluble impurities affect the melting point of a solid in the following

manner:

. خفض درجة انصهار المادة، بحيث يكون الحد الأعلى أقل بكثير من درجة الانصهار الحقيقية. يؤدي وجود شوائب في المركب المنصهر إلى تقليل ضغط بخاره، وبالتالي خفض درجة انصهاره. كلما زادت كمية الشوائب، زاد انخفاض درجة الانصهار.

- a. **Lower the melting point of the substance**, with the upper limit considerably below the true melting point. The presence of an impurity in the molten compound, reduces its vapor pressure thus lowering the melting point of the compound. The greater the amount of impurity, the greater is the melting point depression.

ب- توسع نطاق درجة الانصهار. اعتمادًا على كمية الشوائب، قد تمتد عملية الانصهار على نطاق يتراوح بين 2 و20 درجة مئوية أو أكثر.

- b. **Broaden the melting point range**. Depending on the amount of impurity, the melting process may extend over a range of 2-20 oC or more.

- **Insoluble impurities** (*e.g., glass, sand ...etc.*) do not affect the melting point or the melting point range.

لا تؤثر الشوائب غير القابلة للذوبان (مثل الزجاج والرمل، إلخ) على درجة الانصهار أو نطاقها.

يمكن استخدام نقاط انصهار المخاليط بالطريقة التالية لتحديد ما إذا كان مركبان متشابهة أم مختلفة حتى لو كانت لها نقاط انصهار متشابهة.

Mixture melting points can be used in the following manner to determine whether two compounds are the same or different even though they have similar melting points.

EX

If a given organic compound (A) melts sharply at 120 °C,

and benzoic acid (compound B) also has a melting point of 120 °C. **Is compound (A) benzoic acid or a different compound?**

إذا انصهر مركب عضوي معين (أ) بشكل حاد عند 120 درجة مئوية، وحمض البنزويك (المركب B) له أيضًا درجة انصهار 120 درجة مئوية. هل المركب (A) هو حمض البنزويك أم مركب مختلف؟

- If **compound (A)** is benzoic acid, then a mixture melting point of (A) and (B) will melt sharply at 120 °C, i.e., the same as each individual compound alone.
- If, on the other hand, **compound (A) is not benzoic acid**, then the mixture melting point of (A) and (B) will be lowered and the melting range will be broadened. Since they are different compounds, each behaves as an impurity in the other.

• إذا كان المركب (أ) هو حمض البنزويك، فإن نقطة انصهار خليط (أ) و(ب) ستنصهر بشكل حاد عند 120 درجة مئوية، أي نفس نقطة انصهار كل مركب على حدة.

• من ناحية أخرى، إذا لم يكن المركب (أ) حمض البنزويك، فإن درجة انصهار خليط (أ) و(ب) ستنخفض، وسيتسع نطاق الانصهار. ولأنهما مركبان مختلفان، فإن كل منهما يتصرف كشوائب في الآخر.

Reasons for Melting Point Measurement.

1. تحديد النقاء. (المادة النقية لها نطاق ضيق من 1 إلى 2. .

1. Determination of **purity**. (pure substance has sharp range from 1 to 2

2. تحديد المواد المجهولة.

2. Identification of unknowns.

أ - قم بالقياس ثم انتقل إلى ورقة M.P.

a - measure then go to M.P. sheet

b - mix with Known substance with different ratio.

if two substances have the same M.P. then

take different ratio to be sure.

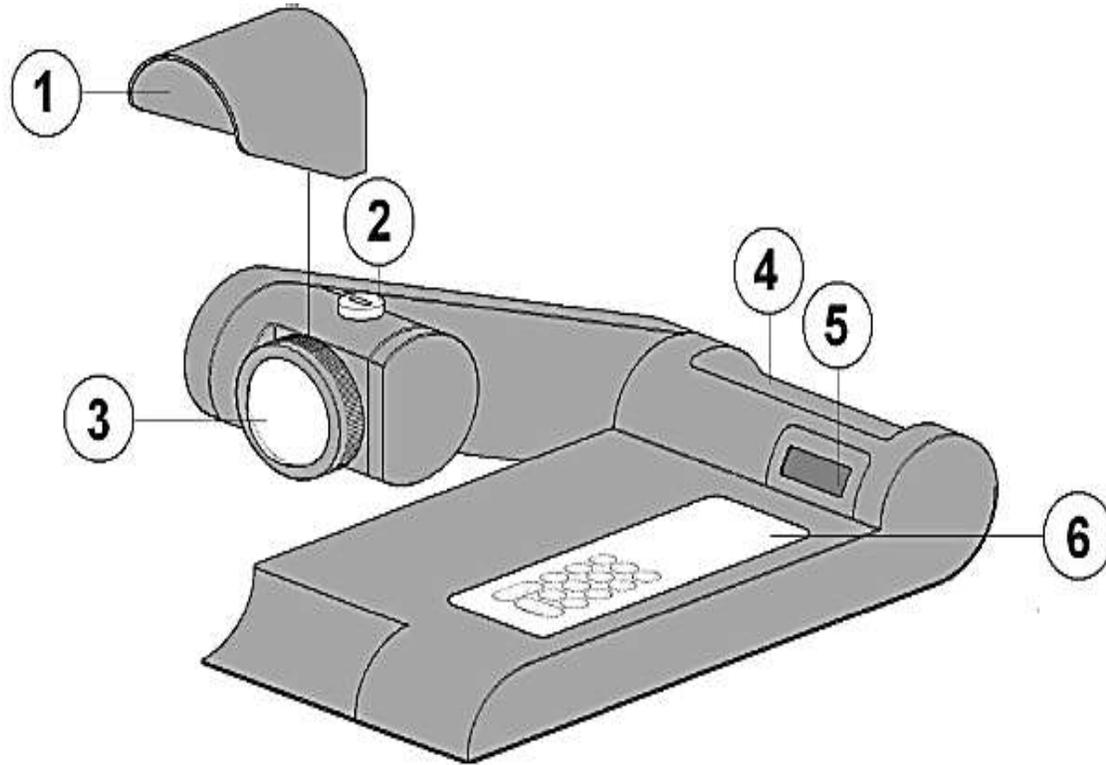
ب - امزج مع مادة معروفة بنسبة مختلفة. إذا كانت المادتان لهما نفس نقطة الانصهار، فاستخدم نسبًا مختلفة للتأكد.

if not the same, you will notice lowering in the M.P. and Broad Range

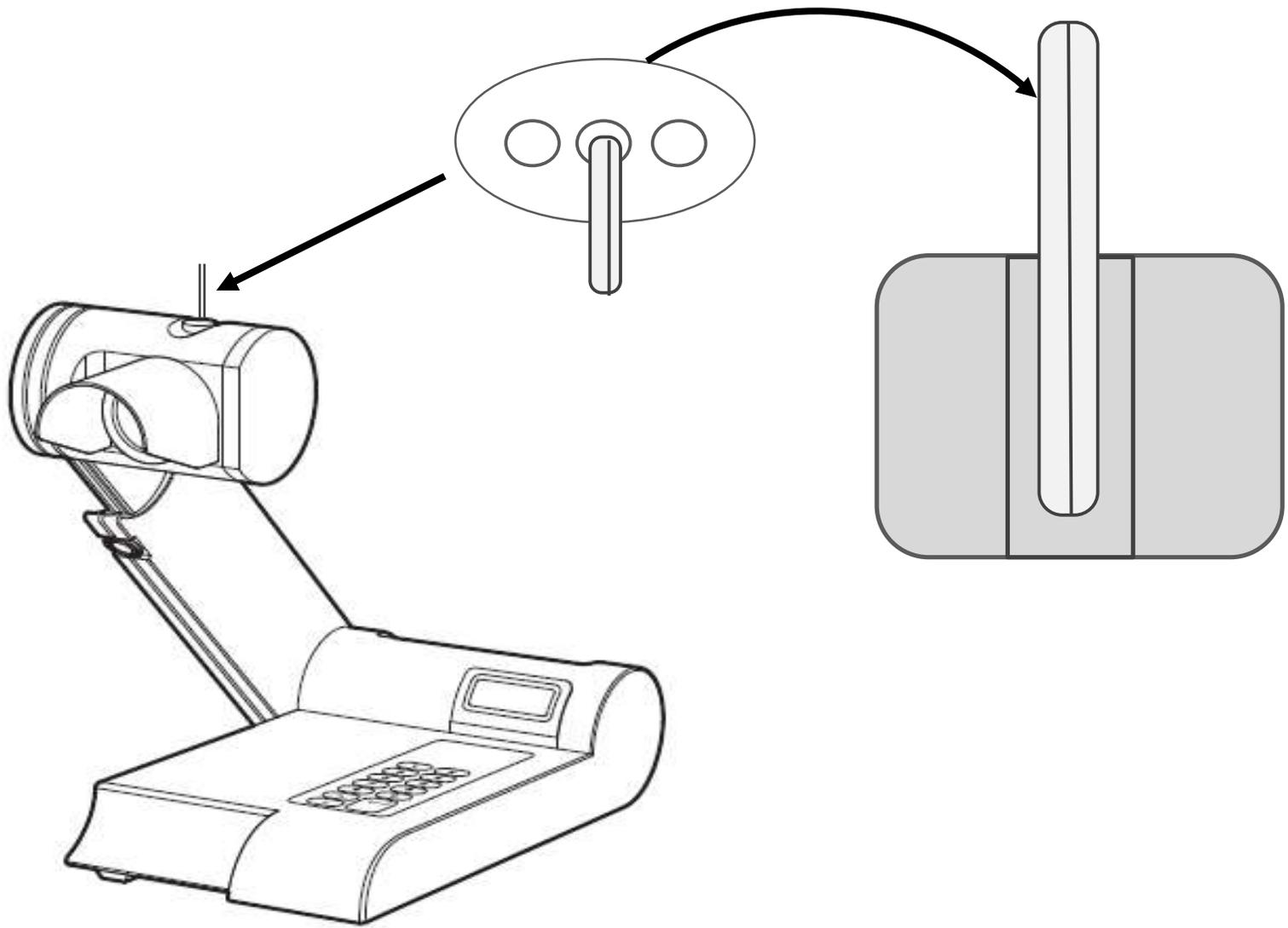
إذا لم تكن متطابقة، فستلاحظ انخفاضًا في نقطة الانصهار ونطاقًا واسعًا



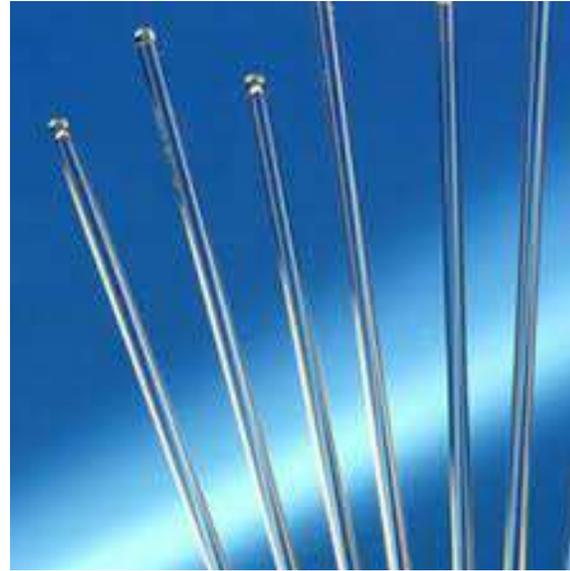
➤ **USING DIGITAL MELTING POINT APPARATUS**



Number	Description
1	Lens hood
2	Capillary Guide
3	Lens
4	Capillary tube Holder
5	Digit display
6	Keypad



Sample preparation



GENERAL PROCEDURE

1. The digital melting point apparatus units must always be kept upright.
2. Place a small quantity (about 0.5 cm in tube) of the solid to be melted in a capillary tube (labeled melting point tubes).
3. Tap the closed end of the tube on the desk, clean the outside, and compact the solid down to the closed end of the melting point capillary tube.
4. Drop the tube (closed end down) down a section of glass tubing (see TA) to compact the solid in the bottom or closed end of the tube even more.
5. Place the tube loaded with the sample into the sample holder of the apparatus with the closed end down. The crystals can be ground up if they are too big to fit into the capillary tube.
6. Melting point capillary tubes are placed (closed end down) in the slots directly in front of the magnifying lens where they are viewed during melting. (Up to three samples can be viewed at once).

1. Record the temperature that the crystals begin to melt; crystals will look wet, (this is the melting start point), and the temperature at which the substance becomes a clear liquid; no solid material remaining (this is the melting end point).
2. Determine the melting range (Starting point – End point).
3. Calculate the melting point by taking the average point between the start point and the end point.

Melting Point Range = (Start Point → End Point)

Melting point Midpoint= (Start Point + End Point)/ 2

Note

يتم ضبط معدل تسخين الجهاز الرقمي عن طريق تحديد منحنى درجة حرارة مع درجة حرارة بداية ونهاية باتباع "تعليمات البدء السريع" الموجودة على واجهة الجهاز الرقمي.

The heating rate of the digital apparatus is adjusted by setting a temperature ramp along with a start and end temperature following the "Quick Start Instructions" on the front of the digital apparatus.

A ramp of 20 °C per minute will result in a rapid temperature rise while a ramp of say 2 °C per minute will give a slower rise that will more accurately measure the melting range of a solid.

سيؤدي منحنى درجة حرارة 20 درجة مئوية في الدقيقة إلى ارتفاع سريع في درجة الحرارة، بينما سيؤدي منحنى درجة حرارة 2 درجة مئوية في الدقيقة إلى ارتفاع أبطأ يقيس نطاق انصهار المادة الصلبة بدقة أكبر.

Procedure



Blueprint
EDUCATION
Quality • Precision • Focus

DETERMINATION OF MELTING POINT

Procedure

1. Powdering the compound and filling of capillary tube:
a) The thin walled capillary tube is sealed from one end by heating it on gas burner for a few seconds.

Blueprint Education © all rights reserved.

1. طحن المركب وملء الأنبوب الشعري:

أ) يتم إغلاق الأنبوب الشعري ذو الجدار الرقيق من أحد طرفيه بتسخينه على موقد غاز لبضع ثوانٍ.

أي من الأنابيب الشعرية لنقطة الانصهار في الصورة أدناه مملوءة إلى المستوى المناسب لقياس نقطة الانصهار على جهاز Mel-Temp؟ (أ، ب)

Which of the melting point capillaries in the picture below is filled to the proper level for taking a melting point on a Mel-Temp melting point apparatus? (A, B)

A and B because we should put a small amount of the sample



Consideration for M.P. measurement.



1. استخدم فقط أصغر كمية يمكنك رؤيتها تذوب. العينات الأكبر ستسخن بشكل غير متساوٍ.

1. Use only the smallest amount that you can see melt. Larger samples will heat unevenly.

2. Pack down the material as much as you can. Left loose, the stuff will heat unevenly.

2. اضغط المادة قدر الإمكان. إذا تركت سائبة، ستسخن بشكل غير متساوٍ.

3. Never remelt any sample. They may undergo nasty chemical changes such as oxidation, rearrangement and decomposition.

3. لا تقم أبدًا بإعادة صهر أي عينة. فقد تتعرض لتغيرات كيميائية ضارة مثل الأكسدة وإعادة الترتيب والتحلل.

4. Make up more than one sample. One is easy, two is easier. If something goes wrong with one, you have another. Duplicate, even triplicate runs are common.

4. حضر أكثر من عينة واحدة. واحدة سهلة، واثنان أسهل. إذا حدث خطأ ما إذا أخطأت في قياس نقطة الانصهار، فستحصل على قياس آخر. تكرر القياسات، بل وحتى ثلاث مرات، أمر شائع.

****Never repeat melting point's measurement with the same capillary as most of organic compounds decompose or react in other ways upon heating. This resulted in new materials with new melting points.**

****لا تكرر أبدًا قياس نقطة الانصهار باستخدام نفس الأنبوب الشعري، لأن معظم المركبات العضوية تتحلل أو تتفاعل بطرق أخرى عند التسخين. وهذا ينتج عنه مواد جديدة بنقاط انصهار جديدة.**



EXPERIMENTAL

MATERIALS NEEDED	<u>Equipment:</u> digital melting point apparatus <u>Glassware:</u> Capillary tubes (open one side only) <u>Chemicals:</u> pure and unpure mixures
-------------------------	--

- *DETERMINATION OF MELTING POINTS OF PURE COMPOUNDS*
- *IDENTIFICATION OF AN UNKNOWN*

قياس نقطة الانصهار باستخدام جهاز قياس نقطة الانصهار الرقمي، ولكن يجب عليك أولاً قياس نطاق الانصهار.

Measure the melting point by using the digital Melting point apparatus but you must first measure its melting range.

1. Tap a small amount of your unknown into two different capillary tubes. Just a **few crystals** are adequate. You may need to **grind some** of your unknown into a powder if it is too coarse to fit into the capillary tube.
2. Find the **melting point range of the pure unknown** substance by first quickly determining an approximate melting range **on a fast ramp (20 °C/min from 70-210 °C)**
3. Conduct a slow, careful **melting range with the second** capillary tube you prepared (use a ramp of 2 °C/min and start about 15 °C below the melting range to 10 °C above the range). Make sure the Digital Melting apparatus is below 70 °C before starting the first melting range and 10-20 °C below the compound's melting range before doing a slow careful melting range.

After determining the range, now you can calculate the approximate melting point midpoint

تأكد من أن جهاز قياس درجة الانصهار الرقمي أقل من 70 درجة مئوية قبل بدء قياس نطاق الانصهار الأول، ومن 10 إلى 20 درجة مئوية أقل من نطاق انصهار المركب قبل إجراء قياس نطاق الانصهار البطيء والدقيق.

١. ضع كمية صغيرة من المادة المجهولة في أنبوبين شعريين مختلفين. تكفي بضع بلورات. قد تحتاج إلى طحن بعض المادة المجهولة إلى مسحوق إذا كانت خشنة جدًا بحيث لا تتسع في الأنبوب الشعري.

2. حدد نطاق درجة انصهار المادة المجهولة النقية عن طريق تحديد نطاق انصهار تقريبي أولاً بسرعة باستخدام معدل تسخين سريع (20 درجة مئوية/دقيقة من 70 إلى 210 درجة مئوية)

٣. قم بإجراء قياس نطاق انصهار بطيء ودقيق باستخدام الأنبوب الشعري الثاني الذي أعدته (استخدم معدل تسخين 2 درجة مئوية/دقيقة وابدأ من حوالي 10 درجة مئوية أقل من نطاق الانصهار إلى 10 درجات مئوية أعلى منه).

يمكنك الآن حساب نقطة منتصف درجة الانصهار التقريبية



DETERMINATION OF MELTING POINTS OF PURE COMPOUNDS

Each group should obtain a small amount (about 0.1 g) of one of the following solid compounds:

- | | | |
|------------------|-------------------|-----------------|
| 1. Cinnamic acid | 2. Salicylic acid | 3. Citric acid. |
| 4. Paracetamol | 5. Caffeine | 6. Urea |

Measure the melting point by using the digital Melting point apparatus but you must first measure its melting range.

1. Tap a small amount of your unknown into two different capillary tubes. Just a few crystals are adequate. You may need to grind some of your unknown into a powder if it is too coarse to fit into the capillary tube.
2. Find the melting point range of the pure unknown substance by first quickly determining an approximate melting range on a fast ramp (20 °C/min from 70-210 °C)
3. Conduct a slow, careful melting range with the second capillary tube you prepared (use a ramp of 2 °C/min and start about 15 °C below the melting range to 10 °C above the range). Make sure the Digital Melting apparatus is below 70 °C before starting the first melting range and 10-20 °C below the compound's melting range before doing a slow careful melting range.
4. After determining the range, now you can calculate the approximate melting point midpoint as follows:

$$\text{Melting Point Range} = (\text{Start Point} \rightarrow \text{End Point})$$

$$\text{Melting point Midpoint} = (\text{Start Point} + \text{End Point}) / 2$$



IDENTIFICATION OF AN UNKNOWN

Obtain an unknown (from instructor) and determine its melting point as described before. Using the melting points listed in the table on the previous page determine which possible compounds are within ± 10 °C of your unknown's melting range.

Table 1. Melting points of some organic compounds

Compound	mp (°C)	Compound	mp (°C)
Acetanilide	114	Maleic acid	135
Mandelic acid	117	Adipic acid	152
2-Naphthol	121	Citric acid	154
Benzoic acid	122	Salicylic acid	158
Urea	132	Benzanilide	161
Cinnamic acid	133	Sulfanilamide	165
Benzoin	133	p-Toluic acid	182