

DETERMINACIÓN DE PUNTO DE FUSIÓN

I. OBJETIVOS

- Saber usar el punto de fusión como criterio de pureza de las sustancias orgánicas sólidas.
- Aprender a determinar el punto de fusión en diferentes tipos de aparatos.
- Aprender a aplicar el punto de fusión mixto como criterio de identidad de los compuestos orgánicos.

II. MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Espátula	1
Vidrio de reloj	1	Mechero con manguera	1
Termómetro de -10 a 400°C	1	Pinza de tres dedos con nuez	1
Vaso de pp de 100 ml *	1	Tubo de vidrio de 30 cm	1
Tubos capilares	3	Tubo de Thiele c/tapón de corcho	1
* Graduado			

MATERIAL ADICIONAL.- En equipo de 3 alumnos.
(Se les proporcionará con su credencial):

Aparato Fisher-Johns para punto de fusión.	1
Cubreobjetos redondos	8

III. SUSTANCIAS

Se utilizarán sustancias sólidas cuyos puntos de fusión estén comprendidos dentro de la escala del termómetro.
Aceite de Nujol
Acetona-metanol (1:1) (para lavar los cubreobjetos)

IV. INFORMACIÓN

- a) La pureza e identidad de una sustancia orgánica puede quedar establecida cuando sus constantes físicas (punto de fusión, punto de ebullición, color, densidad, índice de refracción, rotación óptica, etc.), corresponden con las

indicadas en la literatura para dicha sustancia. Por ser de fácil determinación y por ser los más citados, tanto el punto de fusión como

el de ebullición son operaciones de rutina en los laboratorios de Química Orgánica.

- b) El punto de fusión de un compuesto sólido cristalino es la temperatura a la que cambia de sólido a líquido y siempre es informado dando dos temperaturas: la primera es cuando aparece la primera gotita de líquido y la segunda es cuando la masa cristalina termina de fundir y aparece de pronto como un líquido claro. Por ejem., el pf del ácido benzoico se informa como:

$$Pf = 121 - 122^{\circ}$$

- c) Cuando un compuesto orgánico es puro, el intervalo entre los dos valores es muy pequeño, de 1 ó 2 grados; sin embargo, si el compuesto es impuro, muestra una temperatura más baja y un intervalo más amplio.
- d) Aprovechando esta característica, se emplea el punto de fusión mixto (punto de fusión de una mezcla) para determinar la identidad de un compuesto:
- Si se mezclan dos muestras diferentes de la misma sustancia, el resultado sigue siendo la misma sustancia pura.
 - Si se mezclan dos muestras de sustancias diferentes, éstas se impurifican entre sí, por lo cual la mezcla fundirá a una temperatura más baja y el intervalo de fusión será más amplio.
- e) Existen actualmente muchos tipos de aparatos para determinar el punto de fusión. En este laboratorio, usaremos dos: el tubo de Thiele (muestra en capilar) y el aparato de Fisher-Johns (muestra en cubre-objetos).

V. PROCEDIMIENTO

A.- APARATO DE FISHER-JOHNS

El aparato de Fisher-Johns consta de una platina calentada mediante una resistencia eléctrica, en la que se coloca la muestra entre dos cubre-objetos redondos (*unos cuantos cristales en el centro del cubre-objetos*). La velocidad de calentamiento se controla con un reóstato integrado al aparato y la temperatura de fusión de la sustancia se lee en el termómetro adosado a dicha platina.

1).- Calibración del termómetro del aparato:

Se le proporcionará **tres** sustancias estándar de punto de fusión conocido a las que deberá determinarles el punto de fusión en el aparato de Fisher-Johns. Para mayor exactitud de las determinaciones y con base en el punto de fusión conocido de cada estándar, calcule la velocidad óptima de calentamiento que debe utilizar en el reóstato del Fisher-Johns, a través de la siguiente fórmula:

$$\begin{aligned} \text{Velocidad de calentamiento} &= (\text{P.f. conocido} \times 0.8) / 3 \\ &= \frac{\text{Pf conocido}}{4} \end{aligned}$$

Anote sus puntos de fusión en la siguiente tabla:

Sustancias	Pf teórico	Pf experimental

Trace luego una gráfica de calibración del termómetro de su aparato Fisher-Johns en papel milimétrico, colocando en las *abscisas* los puntos de fusión teóricos conocidos y en las *ordenadas* los puntos de fusión obtenidos experimentalmente.

Esta gráfica se utiliza para corregir puntos de fusión experimentales, localizando primero en las *ordenadas* el valor experimental y extrapolando hacia las *abscisas* para encontrar el punto de fusión corregido.

2).- Problema y punto de fusión mixto

Puede usarse el Experimento No. 1 (tres muestras diferentes), o bien, si se desea, se puede usar como alternativa el Experimento No. 2 (el problema de su cristalización), a elección del profesor.

Experimento No. 1

a).- Punto de fusión de las sustancias problema

Se le proporcionará tres muestras sólidas, de las cuales dos de ellas son iguales. Para cada muestra o sustancia, haga dos determinaciones. (Recuerde que sólo se colocan unos cuantos cristales de la muestra en el centro de un cubre-objetos y se cubre con el otro).

La primera determinación permite conocer aproximadamente el punto de fusión, al que llamaremos pf aproximado ó pf estimado. (Coloque en 50 el botón del reóstato, que es una velocidad intermedia de calentamiento).

La segunda determinación permitirá conocer el pf más exactamente, si se utiliza la velocidad óptima de calentamiento, que para este caso está dada por la fórmula:

$$\text{Velocidad de calentamiento} = \frac{\text{Pf estimado}}{4}$$

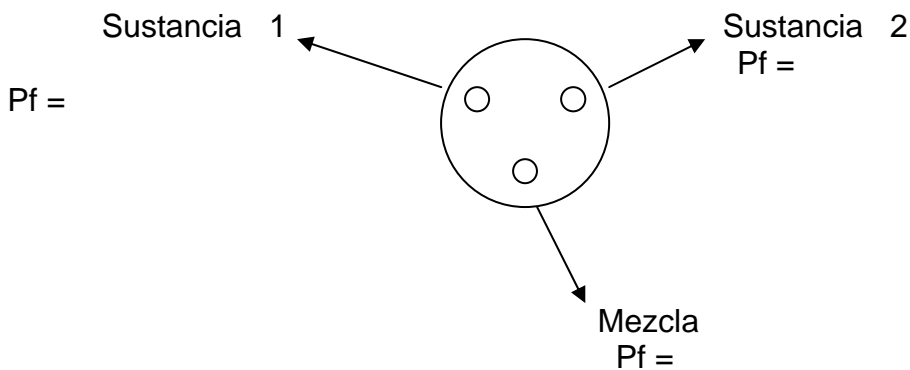
Corrija (usando su gráfica) los pf obtenidos en esta segunda determinación y anótelos en el cuadro siguiente. (No olvide anotar los dos valores, de inicio y de término).

Sustancia:	A	B	C
Pf corregido (°C)			

Seleccione ahora las sustancias que sospecha son iguales y por medio de la técnica del p.f. mixto, podrá concluir cuáles son las dos sustancias iguales.

b).- Punto de fusión mixto.

Con las sustancias que pueden ser iguales, prepare una pequeña mezcla en proporción 1:1, homogenícela y determínele el p.f. ante las sustancias individuales, colocando las muestras en un mismo cubreobjetos, como se indica en la Fig. 1. Anote los tres puntos de fusión. Es muy importante que anote los dos valores del intervalo en cada pf, ya que eso también nos dará información.



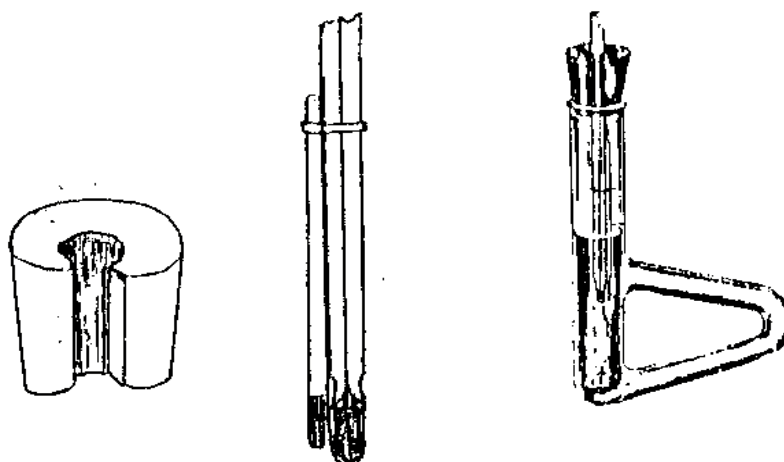
(Figura 1)

CONCLUSIÓN: Diga si las sustancias son iguales o diferentes. Explique por qué.

Experimento No. 2 (Alternativo)

apoye un extremo en la mesa y deje caer por arriba el capilar (el extremo cerrado hacia abajo), hasta que la sustancia quede en el fondo del capilar con una altura de unos 2 mm. Ahora cierre con cuidado el capilar por su otro extremo.

El capilar ya preparado se une al termómetro mediante una rondana de hule (la cual nunca debe tocar el aceite). Observe que la sustancia en el capilar quede pegada al bulbo del termómetro. (Fig. 3).



(Figura 3)

Llene el tubo de Thiele con aceite mineral (Nujol) hasta cubrir la entrada superior del brazo lateral (observe la Fig. 3) y sosténgalo en un soporte con unas pinzas. Coloque el termómetro con el capilar en el corcho horadado, cuidando que el bulbo del termómetro (y la muestra) queden al nivel del brazo superior del tubo lateral, sin que el aceite toque la rondana de hule (porque se afloja y se cae el capilar). Comience a calentar suavemente el brazo lateral del tubo de Thiele con un mechero.

Primera determinación.- Para conocer aproximadamente a qué temperatura funde su muestra, regule el calentamiento del tubo de Thiele de tal manera que la temperatura aumente a una velocidad de 20° por minuto.

Segunda determinación.- Prepare otro capilar con la muestra pulverizada. Repita el procedimiento y una vez que falten unos 30° para llegar a la temperatura de fusión, disminuya la velocidad de calentamiento a 2° por minuto.

Anote sus datos en el cuadro siguiente:

(Anote las dos temperaturas, de inicio y de término, en cada pf.)

1ª determinación	Pf =
------------------	------

2ª determinación	Pf =
------------------	------

VI. CONCLUSIONES

- ¿A qué se le llama punto de fusión?
- ¿Por qué deben anotarse las dos temperaturas (inicio y término) de un punto de fusión?
- ¿Por qué debe calibrarse el termómetro del aparato de Fisher-Johns?
- ¿Qué utilidad tiene la gráfica de calibración?
- Explique si la gráfica de calibración de un aparato Fisher-Johns puede utilizarse para trabajar en otros aparatos similares ¿sí?, ¿no?, ¿por qué?
- ¿Por qué es necesario controlar la velocidad de calentamiento para determinar un pf?
- Dibuje el esquema de su punto de fusión mixto, con sus puntos de fusión con intervalo.
- Explique a qué conclusión llegó (si sus sustancias son iguales o diferentes) y explique por qué.
- Si realizó el Experimento No. 2, dibuje los esquemas de los pf mixtos que haya realizado, con sus valores de pf cada uno (con sus intervalos) y explique cómo logró identificar su muestra problema.

VII. ANTECEDENTES.

- Punto de fusión como constante física.
- Factores que determinan la fusión de un sólido.
- Métodos, aparatos y equipos para determinar punto de fusión: Tubo de Thiele, Fisher-Johns, Kofler, Büchi, etc.
- Puntos de fusión de sustancias puras e impuras. Mezclas eutécticas.
- Punto de fusión mixto.

VIII. BIBLIOGRAFÍA

- Adams R., Johnson J. R. and Wilcox, C. F. Jr. Laboratory Experiments in Organic Chemistry, 7ª ed.. Macmillan, USA., 1979.
- Brewster R.Q., Vanderwerf, C.A.y McEwen, W. E. Curso de Química Orgánica Experimental, Alhambra, Madrid, 1974.
- Campbell B.N. Jr.and McCarthy Ali, M. Organic Chemistry Experiments, microscale and semi-microscale, Brooks/Cole , USA., 1994.

- Fessenden R.J. and Fessenden J.S. Organic Laboratory Techniques. Brooks/Cole , USA., 1993.
- Moore J.A. and Dalrymple D.L. Experimental Methods in Organic Chemistry. W. B. Saunders, (USA), 1976.
- Pasto¹ D.J., Johnson C.R. and Miller M.J. Experiments And Techniques in Organic Chemistry. Prentice Hall, Englewood Cliffs, 1992.
- Pasto² D.J., Johnson C.R. Organic Structure Determination. Prentice Hall, Englewood Cliffs, 1969.
- Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S. Jr., Introduction to Organic Laboratory Techniques, a Contemporary Approach. Saunders, USA., 1976.
- Roberts R.M., Gilbert J.C., Rodewald L.B. and Wingrove A.S. An Introduction to Modern Experimental Organic Chemistry. Holt, Rinehart & Winston, USA., 1969.
- Shriner, R. L., Fuson, R. C., Curtin, D.Y. Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos. Limusa, México, 1995.
- Vogel A.I. Practical Organic Chemistry including Qualitative Organic Analysis, 4^a ed.. Longman, USA, 1978.

