

Determinación de puntos de fusión

Identificación de sustancias. Efecto de las impurezas.

Aspectos teóricos sobre el punto de fusión. Procedimiento experimental. Determinación de rangos de fusión. Punto de fusión mixto.

INTRODUCCION:

El sujeto de la Investigación química es la especie química o sustancia pura, la cual se define como porción material que presenta aspecto homogéneo, composición constante, y una serie de propiedades físicas (dureza, elasticidad, conductividad eléctrica, índice de refracción, etc.) determinadas y constantes, y unas propiedades químicas (reactividad, solubilidad...) también definidas. Puede afirmarse, que el primer objetivo de la Química será la obtención de estas sustancias puras, la determinación de su composición y estructura, y la caracterización de todas sus propiedades físicas y químicas.

En esta práctica nos referiremos a una de estas propiedades físicas: **El punto de fusión**. El punto de fusión es la temperatura a la cual el material cambia de estado sólido a líquido. Dicho punto de fusión puede ser determinado utilizando una pequeña cantidad de producto introducida en el interior de un tubo capilar.

Puesto que el Punto de Fusión es una característica propia de las sustancias puras, la determinación de éste nos permitirá la identificación del producto estudiado. Como por otra parte la presencia de impurezas rebaja el punto de fusión, nos puede servir también como indicativo en cuanto al grado de pureza de una sustancia de naturaleza conocida.

MANERA DE OPERAR:

Se toman unos cristales de la sustancia y se pulverizan lo mejor posible con ayuda de un vidrio de reloj y la base de un tubo de ensayo. En un tubo capilar, a continuación, se introduce el polvo con la máxima limpieza para que no se impurifique la sustancia, hasta que se llene unos 5 a 10 mm. A fin de que el producto se compacte adecuadamente eliminando el aire, se deja caer el capilar por el interior de una varilla hueca con una longitud aproximada de 1 metro. Esta operación se repite sucesivamente hasta la total compactación de la muestra objeto de estudio. (Figura-1)

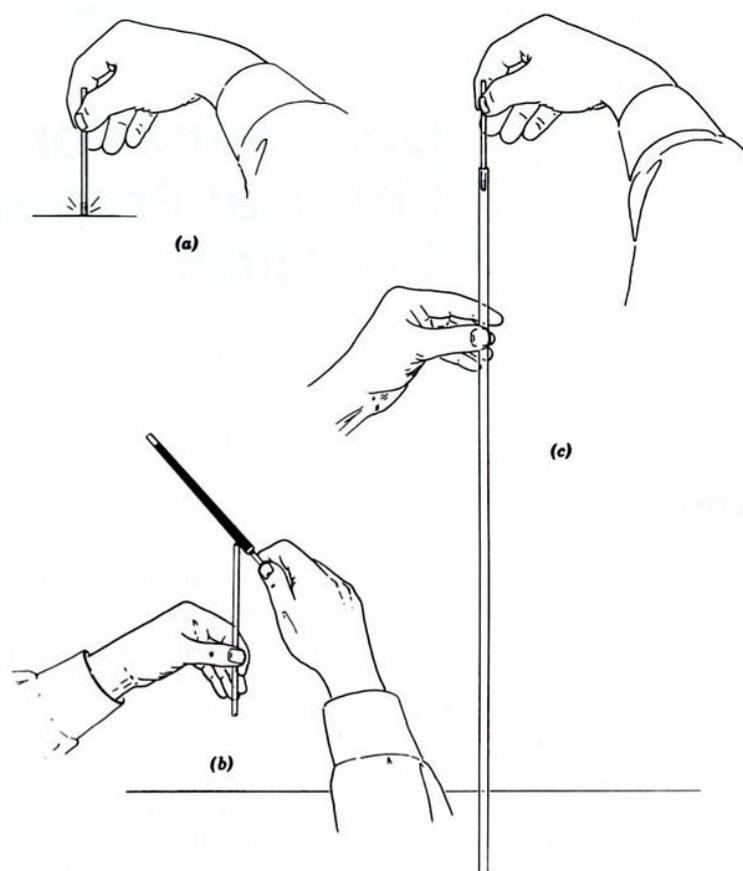


Figura 1

La determinación de la temperatura de fusión de la sustancia se lleva a cabo de la siguiente forma: En un tubo Thiele (Figura 2a), lleno en sus dos tercios de aceite de silicona (que tolera los 200 °C sin hervir) se introduce un termómetro unido al capilar, de modo que la muestra a investigar quede a nivel con el bulbo del termómetro. Esto se consigue fácilmente mediante un hilo de cobre o una pequeña goma elástica, a fin de mantener la unión capilar-termómetro, evitando así el desprendimiento del capilar y la consecuente contaminación del aceite de silicona. Los detalles del montaje se exponen en la Figura 2b.

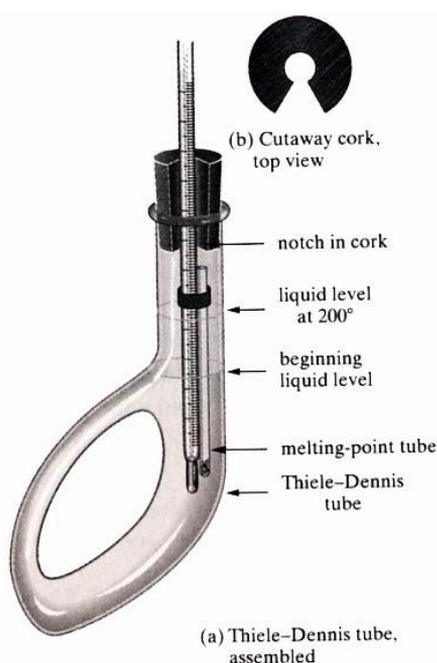


Figura 2a

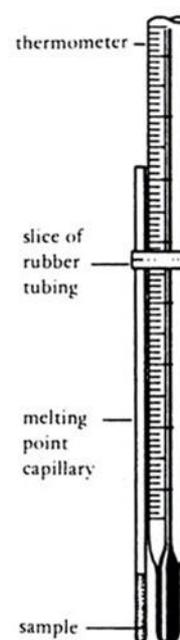


Figura 2b

El conjunto termómetro-capilar se introduce en el Thiele hasta situar el bulbo del termómetro y el capilar nivelados a la altura del ramal superior del codo del Thiele, y con las debidas precauciones para que ninguno de los dos (termómetro y capilar) esté en contacto con el vidrio del propio Thiele (lo que podría falsear los resultados obtenidos), obteniendo como resultado un conjunto con una disposición similar a la mostrada en la Figura 3.

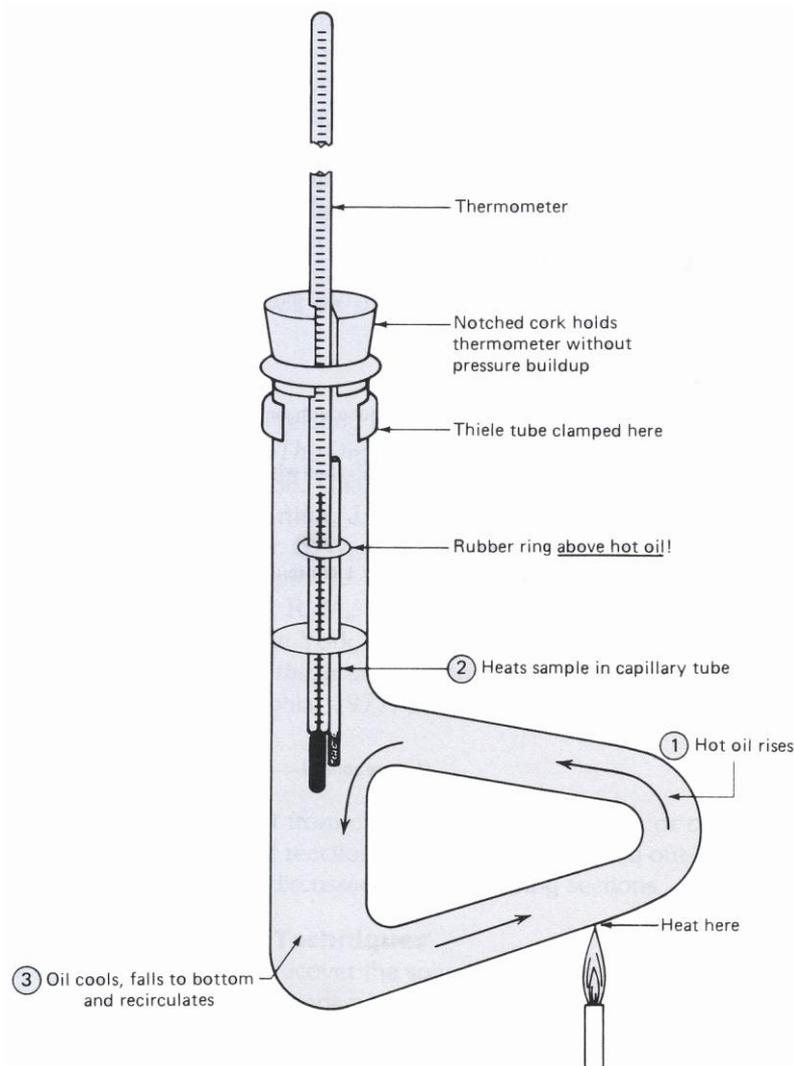
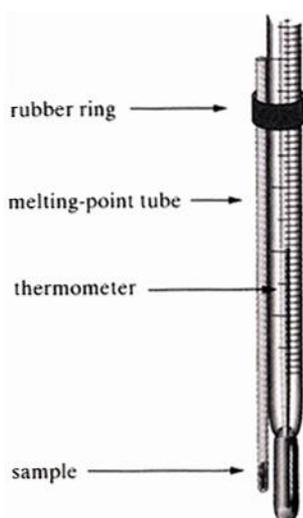


Figura 3



A continuación se inicia el calentamiento sujetando el mechero con la mano y dirigiendo la llama no luminosa al codo del Thiele. Deberá calentarse poco a poco para que el aumento de temperatura sea gradual, y más lentamente cuando la temperatura se acerque al punto de fusión. Al producirse la fusión la sustancia contenida en el capilar, originariamente opaca, se torna transparente; en este momento se lee la temperatura, y éste es el punto de fusión. Para que la apreciación sea más correcta, conviene anotar el intervalo de temperatura desde que, al reblandecerse, se separa de las paredes, hasta que se hace líquido transparente. Este intervalo de fusión para una sustancia pura es inferior a 2 °C; las impurezas rebajan el punto de fusión para cada sustancia estudiada, y alargan el intervalo de fusión de la misma. Del mismo modo, un calentamiento excesivamente rápido del aceite de silicona puede alargar o falsear el “aparente” punto de fusión.

Normalmente deberá hacerse tres determinaciones del punto de fusión para cada producto particular, tomándose la media de las tres medidas como resultado final.

Debe realizarse un “*punto de fusión mixto*” a fin de poner en evidencia la influencia que las impurezas tienen en el punto de fusión. En este caso una pequeña cantidad de *sustancia problema* pura conocida se mezclará íntimamente con una cantidad menor de otra sustancia que actuará como *impureza*. Al realizar el punto de fusión se aprecia una disminución del mismo con respecto al esperado para la sustancia problema, como consecuencia de su contaminación con impurezas.

Suponiendo que se ha caracterizado–identificado previamente una sustancia por su punto de fusión, dicha identificación se confirmará haciendo un “*punto de fusión mixto*”. En este caso una pequeña cantidad de sustancia problema se mezcla íntimamente con una parte menor de muestra del producto puro conocido. Si los productos mezclados son idénticos, no se aprecia variación del punto de fusión en esta determinación. Si se produce disminución en la temperatura de fusión observada, el alumno debe interpretar el resultado obtenido.

MATERIALES Y REACTIVOS:

Mechero, soporte y pinza con nuez.

Tubo de Thiele, termómetro (0 - 200 °C), tubos capilares, vidrio de reloj.

Sustancia problema y aceite de silicona.

El Alumno deberá determinar el punto de fusión de compuestos puros y un punto de fusión mixto.

Naftaleno	80,5 °C
Bencilo (Ph–CO–CO–Ph)	95 °C
Acetanilida (N-fenil acetamida)	114,3 °C
Acido Benzoico (Ph–COOH)	122 °C
Acido Pírico (2,4,6–Trinitrofenol)	122-123 °C
Anhídrido Ftálico	131,6 °C
Urea (NH ₂ –CO–NH ₂)	135 °C
Acido Cinámico (Ph–CH=CH–COOH)	135-136 °C
Benzamida (Ph–CO–NH ₂)	132-133 °C
Fenacetina (N–(4–Etoxyfenil)acetamida)	135 °C

Una alternativa es hacer lo mismo con un producto que tenga un punto de fusión próximo a los 40 grados, para que al hacer el punto de fusión mixto les funda a temperatura ambiente.

Adicionalmente pueden hacer el punto de fusión del HgI₂. Primero ven que es **termocrómico**, con una coloración roja o naranja rojiza en frío pero que al calentar se torna amarilla, siendo un proceso totalmente reversible en ciclos repetidos frío calor frío calor. Opcionalmente puede hacerse luego el punto de fusión o bien hacerlo con los anteriormente indicados.

Temperatura de transición 127 °C

Temperatura de Fusión 259 °C