*PRÁCTICA No. 1* **DETERMINACIÓN DE PUNTO DE FUSIÓN**

**OBJETIVOS ACADÉMICOS**

* Realizar la calibración del termómetro del aparato de medición utilizado.
* Determinar los puntos de fusión de sustancias desconocidas.
* Conocer la utilidad del punto de fusión como criterio de identidad y pureza.

**PROBLEMA**

 El alumno determinará la pureza e identificará la muestra problema que se le proporcionará a través de valores de punto de fusión.

**REACTIVOS**

|  |
| --- |
| Se utilizarán sustancias sólidas cuyos puntos de fusión estén comprendidos dentro de la escala del termómetro: * Para curva de calibración: Benzofenona, ácido benzoico, 2,4-dinitrofenilhidracina y ácido succínico.
* Muestras problema: ácido adípico, ácido cinámico, ácido cítrico, benzoina, naftaleno y vainillina, entre otros.
 |
|  |
| Acetona-metanol (1:1) para lavar los cubreobjetos.  |

**EQUIPO**

1 Aparato Fisher-Johns o Stuart

2 Cubreobjetos o 6 tubos capilares, debe traerlos el estudiante

1 Espátula de Cr-Ni de 20 cm

1 Vaso de precipitados de 150 mL

1 Vidrio de reloj

**DESARROLLO EXPERIMENTAL**

1. **CALIBRACIÓN DEL APARATO DE FISHER-JOHNS**

Se proporcionarán tres sustancias patrón con punto de fusión (pf) conocido y se determina el rango de punto de fusión experimental. Con base en el punto de fusión conocido de cada patrón investigado en la literatura, se calcula la velocidad óptima de calentamiento que se debe establecer en el reóstato del Fisher-Johns, a través de la fórmula:

**Velocidad de calentamiento = pf conocido o estimado / 4**

En el caso de emplear el equipo Stuart, se debe establecer el valor del punto de fusión conocido en el aparato e iniciar el calentamiento, observar el rango de fusión como en el caso anterior.

No olvidar que deben colocarse cantidades pequeñas de los sólidos en los cubreobjetos o capilares, según sea el caso, en el equipo a utilizar.

Las determinaciones se comienzan con el patrón de menor punto de fusión y deben tomarse los valores de temperatura en que el sólido empieza a fundir y cuando termina, es decir, el rango de fusión. Los resultados se anotan en la siguiente tabla:

**Tabla 1.** Puntos de fusión de los estándares usados en la calibración.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Patrón** | **Punto de fusión de la literatura****(°C)** | **Rango de pf experimental (°C)** |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |

 Se traza una gráfica de calibración del aparato de medición (Figura 1), colocando en las abscisas los puntos de fusión investigados en la literatura y en las ordenadas los puntos de fusión obtenidos experimentalmente. Esta gráfica se utiliza para corregir los puntos de fusión experimentales que se determinarán posteriormente, localizando primero en las ordenadas el valor experimental determinado e interpolando hacia las abscisas para encontrar el rango de punto de fusión corregido sobre las abscisas.



**Figura 1.** Gráfica para la calibración del termómetro del aparato a utilizar.

1. **PUREZA E IDENTIFICACIÓN:**

Su profesor le dará una muestra de alguno de los sólidos enlistados como “sólidos problema” que se encuentran en la sección “REACTIVOS”, al que le determinará la pureza y se identificará

a) PUREZA:

Determinar el rango de fusión del sólido problema, primero a una velocidad de calentamiento de 50, para conocer su valor aproximado. Con este valor obtenido, calcular la velocidad óptima, con la fórmula anteriormente mencionada, y hacer una segunda determinación del rango de fusión con esta velocidad óptima, determinar la pureza del sólido problema a partir del valor determinado.

b) IDENTIFICACIÓN:

Corregir el valor experimental del rango de punto de fusión del sólido problema obtenido en el punto anterior con ayuda de la gráfica de calibración del aparato de medición usado. Comparar este valor con los investigados de los posibles productos problema y elegir el que se considere más cercano.

Aparato Fisher Johns:

Hacer una mezcla 1:1 del sólido problema y el patrón en un vidrio de reloj y colocar pequeñas cantidades del sólido problema, el patrón y la mezcla en un cubreobjetos sin que éstas se mezclen. Determinar el rango de punto de fusión de los sólidos (Figura 2).

 Sólido Patrón

 problema

 Mezcla

**Figura 2**. Determinación de punto de fusión mixto

Aparato Stuart:

Coloca la mezcla, el sólido problema y el patrón en tubos capilares y determina el punto de fusión de cada uno de ellos.

Analizar los valores determinados e identificar o no al sólido problema.

**REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

* Mayo D., Dike R., Forbes D., *Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses*, 5 ed., USA, Wiley, 2011.
* Brewster R. Q., van der Wert C. A., McEwen W. E., *Curso Práctico de Química Orgánica*, 2 ed., Madrid, Alhambra, 1979.
* Williamson K., Masters K., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 6 ed., USA, Brooks and Cole, 2010.
* Gilbert J. C., Martin S. F., *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*, 5ed, Brooksand Cole, USA, 2010.
* Vogel A. I., *Practical Organic Chemistry*, 5 ed., Longman Scientific & Technical, London, 1989.
* Pavia D. L., Lampam G. M., Kriz G. S. Engel R., *A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2011.
* Pedersen S. F., Myers A. M., *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Brooks and Cole, USA, 2011.

**Apéndice I: Conocimientos previos**

* Concepto de punto de fusión
* Factores que determinan el punto de fusión a nivel molecular.
* Valores de puntos de fusión de sustancias puras e impuras.
* Concepto de mezcla eutéctica y valores de punto de fusión para ellas.
* Técnica de punto de fusión mixto.
* Métodos y equipos para determinar el punto de fusión. Por ejemplo, Tubo de Thiele, Fisher-Johns, Thomas-Hoover, Büchi, etc.
* Técnicas de calibración de un termómetro.
* Estructura, propiedades físicas, propiedades químicas, riesgos a la salud y de inflamabilidad y acciones en caso de emergencia de los productos químicos a utilizar.

**Apéndice II: Cuestionario**

1.- ¿De qué manera puede saber el grado de pureza de un sólido orgánico?

2.- ¿Qué importancia tiene calcular la velocidad de calentamiento en las determinaciones de rango de punto de fusión?

3.- ¿Es correcto afirmar que dos muestras de igual punto de fusión son la misma sustancia? Explique ampliamente.

4.- ¿Cuál es el efecto de la presencia de impurezas en el valor de punto de fusión de una sustancia orgánica?

5.- ¿Por qué debe calibrarse el aparato de medición de punto de fusión?

6.- ¿Puede utilizarse la gráfica de calibración de un aparato de Fisher-Johns para trabajar en otros aparatos similares? Explica ampliamente.

7.- ¿Qué otras técnicas existen para determinar el punto de fusión de un sólido orgánico?

8.- ¿Por qué es necesario hacer una mezcla del patrón y la muestra problema para la identificación de esta última?

9.- ¿Cuál es la característica distintiva de las mezclas eutécticas?

**Apéndice III: Disposición de residuos**

|  |  |
| --- | --- |
|  | **RESIDUOS**  |
| **D1.** Capilares impregnados  |  | **D3.** Sólidos orgánicos  |
| **D2.** Metanol-acetona  |  | **D4.** Cubreobjetos rotos  |

* **D1**, **D3 y D4:** Enviar a incineración.
* **D2:** Guardar los disolventes para recuperar por destilación al final del semestre.