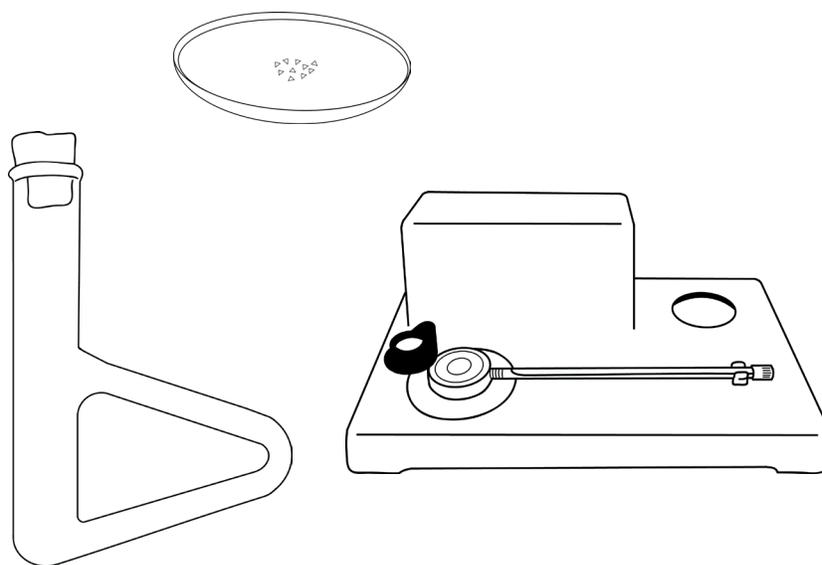


# DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE FUSIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

1



## INTRODUCCIÓN

La fusión es el proceso por el cual un sólido pasa a líquido por la acción del calor; el punto de fusión de una sustancia sólida a una presión dada, se define como la temperatura a la cual ocurre la transición de las fases. Sin embargo, este proceso puede ir acompañado por descomposición del producto (Shriner, R.L., 2013).

El punto de fusión suele ser la primera propiedad física que se determina para caracterizar una

sustancia sólida, por ser un criterio importante de identificación y además informa de la pureza del compuesto.

Los compuestos orgánicos puros, en general, tienen puntos de fusión definidos, pero cuando presentan impurezas, la temperatura de fusión disminuye y el intervalo de fusión se amplía.

Como criterio único de identificación el punto de fusión por sí mismo no es determinante, sin embargo, al ser una propiedad característica de cada sustancia, se podrán buscar en la literatura los posibles compuestos,

considerando preferentemente un intervalo de  $\pm 5$  °C del valor obtenido, que coincidan con las otras propiedades a determinar, así como los elementos presentes en el compuesto.

La determinación es sencilla y rápida y no representa mayor problema, sin embargo, se debe observar cuidadosamente la transición de sólido a líquido para diferenciar cuando se trata de una fusión o de una descomposición del compuesto (Mohring, J., et al, 2014).

# MÉTODOS PARA DETERMINAR EL PUNTO DE FUSIÓN

Los puntos de fusión de las sustancias se pueden determinar de varias formas, las más comunes son utilizando el aparato Fisher Johns, o bien el tubo de Thiele.

## MÉTODO DE FISHER JOHNS

El aparato Fisher Johns consta de una placa metálica calentada eléctricamente y acoplada a un termómetro con una escala que generalmente va de 0 a 300 °C. La muestra se coloca en un cubreobjetos en la depresión de la placa metálica. La temperatura se regula por medio de un regulador de potencia y la fusión del compuesto se observa con la ayuda de una lente de aumento (lupa) iluminada, Fig. 1. El termómetro del equipo requiere de una calibración utilizando compuestos de referencia, más adelante, se explica el procedimiento.

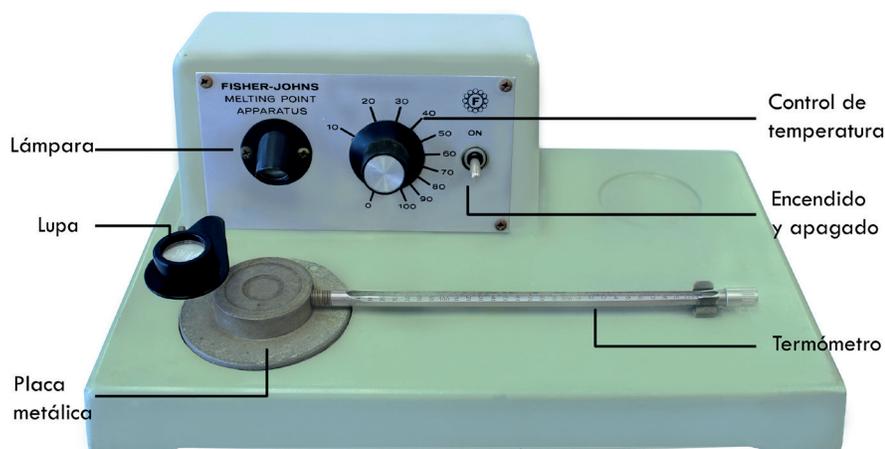


Fig. 1. Aparato Fisher Johns  
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

- En un cubreobjetos circular limpio y seco, colocar una pequeña cantidad de muestra sólida, Fig. 2. y protegerla con otro cubreobjetos.
- Colocar en la placa metálica del aparato Fisher Johns los cubreobjetos con la muestra, verificando que se encuentre frío antes de la determinación, Fig. 3.
- Encender el equipo y regular la velocidad de calentamiento.
- Observar a través de la lupa los cambios en la muestra y registrar la temperatura (o el intervalo de temperaturas) del termómetro a la cual el sólido funde (cuando el sólido se encuentre completamente líquido).

### MATERIALES

2 Cubreobjetos circulares  
1 Microespátula  
1 Pinza de disección  
1 Termómetro Fisher Johns de 0 a 300 °C

### EQUIPO

Aparato Fisher-Johns

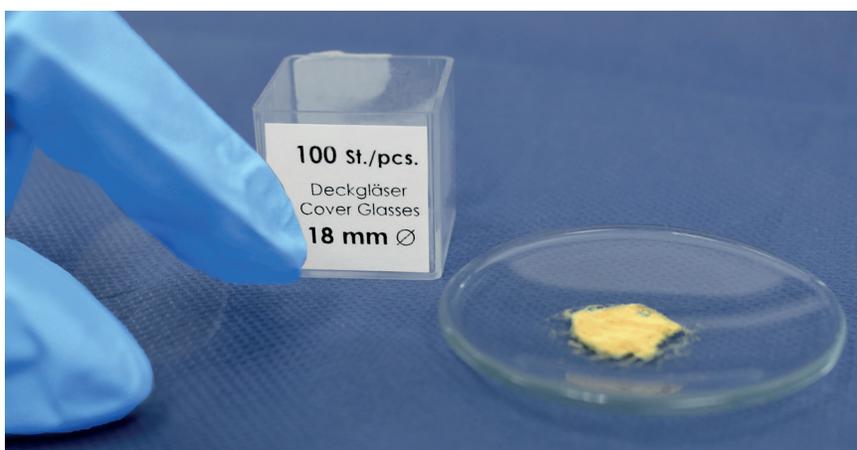


Fig. 2. Cubreobjetos y muestra.  
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

- Después de efectuada la determinación colocar el par de cubreobjetos en un frasco con disolvente, para limpiarlos y volverlos a usar.

## RECOMENDACIONES

Para realizar la determinación, se recomienda lo siguiente:

- Hacer una primera medición de la temperatura de fusión del compuesto con un calentamiento rápido, para conocer el punto de fusión aproximado, y realizar una segunda medición con un calentamiento lento, cuando se esté aproximando al punto de fusión determinado (en el caso de que el punto de fusión sea elevado).
- Reportar todas las observaciones que se aprecien durante la determinación, si cambia de color, si se descompone, si funde en un intervalo de temperaturas, etc.
- Asegurarse de que la muestra esté completamente seca.

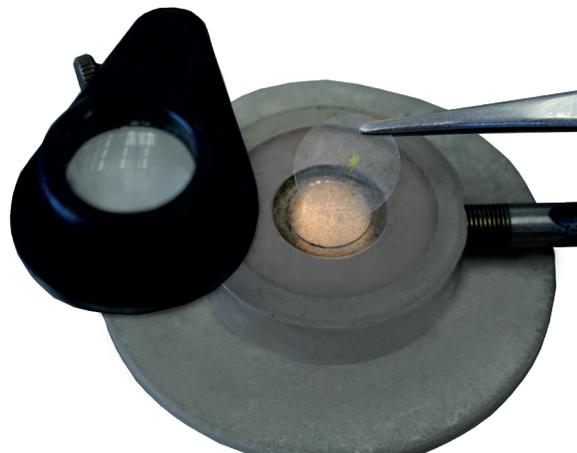


Fig. 3. Colocación de la muestra  
Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

## CALIBRACIÓN DEL TERMÓMETRO

Para calibrar el termómetro se determinan los puntos de fusión de varios compuestos orgánicos de punto de fusión conocido, los cuales servirán para realizar una curva de calibración entre el punto de fusión reportado y el punto de fusión determinado experimentalmente. En la Tabla 1, se presentan diferentes compuestos orgánicos, con su respectivo punto de fusión reportado en la literatura, que pueden utilizarse para realizar la calibración del termómetro del aparato Fisher Johns.

# TABLA 1

## PUNTOS DE FUSIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS SUGERIDOS PARA ELABORAR LA CURVA DE CALIBRACIÓN

	NOMBRE	FÓRMULA	PUNTO DE FUSIÓN °C
1	<i>p</i> -Diclorobenceno	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub>	53
2	Anhídrido maleico	C <sub>4</sub> H <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	54
3	Ácido esteárico	C <sub>18</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	69
4	Acetamida	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NO	81
5	<i>m</i> -Dinitrobenceno	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	90
6	1-Naftol	C <sub>10</sub> H <sub>8</sub> O	95
7	Acetanilida	C <sub>8</sub> H <sub>9</sub> NO	114
8	Ácido benzoico	C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	121
9	Urea	CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O	132
10	Salicilamida	C <sub>7</sub> H <sub>7</sub> NO <sub>2</sub>	132
11	Ácido cinámico	C <sub>9</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	133
12	Fenacetina	C <sub>10</sub> H <sub>13</sub> NO <sub>2</sub>	135
13	Benzoína	C <sub>14</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>	137
14	Ácido maleico	C <sub>4</sub> H <sub>4</sub> O <sub>4</sub>	138
15	Ácido adípico	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>	152
16	Ácido cítrico	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub>	153
17	Ácido salicílico	C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O <sub>3</sub>	157
18	Benzanilida	C <sub>11</sub> H <sub>11</sub> NO	160
19	Ácido tartárico	C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>6</sub>	172
20	Ácido 4-metilbenzoico	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	179
21	Ácido succínico	C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>4</sub>	188
22	Ácido ascórbico	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>6</sub>	190
23	2,4-Dinitrofenilhidrazina	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> N <sub>4</sub> O <sub>4</sub>	198
24	Ácido 3,5-dinitrobenzoico	C <sub>7</sub> H <sub>4</sub> O <sub>6</sub> N <sub>2</sub>	204
25	Antraceno	C <sub>14</sub> H <sub>10</sub>	215
26	Ácido nicotínico	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> NO <sub>2</sub>	236
27	1,3-Difenilurea	C <sub>13</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> O	238
28	Ácido 4-nitrobenzoico	C <sub>7</sub> H <sub>5</sub> NO <sub>4</sub>	241
29	Antraquinona	C <sub>14</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	286
30	<i>N,N</i> -Diacetilbencidina	C <sub>16</sub> H <sub>16</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	332

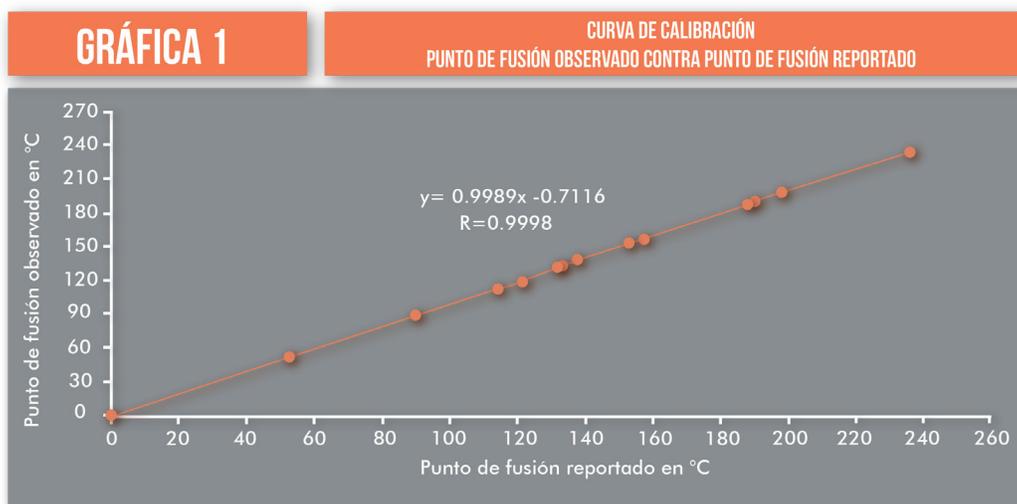
\*Shriner, R. L. (2013), p. 29., Eaton, D.C. (1989), p. 77. Mohan, J., (2003), p. 93-184.

**Ejemplo de la realización de una curva de calibración del termómetro del equipo Fisher Johns.**

Para cada compuesto, al menos 6 de la Tabla 1, se anotan los puntos de fusión reportados en la literatura; se hace la determinación experimental por triplicado y se anota el promedio en la columna de punto de fusión observado, en la Tabla 2.

Una vez obtenidos los datos, se grafican (se sugiere en EXCEL) y se hace el manejo estadístico para obtener la curva de regresión lineal, la ecuación de la recta y el coeficiente de correlación Fig. 4. (Para ver el tratamiento de datos experimentales ir a: [Guía de EXCEL](#) para análisis estadístico básico de datos experimentales).

TABLA 2		
DATOS EXPERIMENTALES Y REPORTADOS DE PUNTO DE FUSIÓN		
SUSTANCIA	X P. FUSIÓN REPORTADO °C	Y P. FUSIÓN OBSERVADO °C
p-Diclorobenceno	53	52
m-Dinitrobenceno	90	89
Acetanilida	114	112
Ácido benzoico	121	118
Urea	132	131
Ácido cinámico	133	133
Ácido maleico	138	138
Ácido cítrico	153	153
Ácido salicílico	157	156
Ácido succínico	188	187
Ácido ascórbico	190	190



Una vez calibrado el termómetro, para determinar el punto de fusión corregido de algún compuesto, se determina su punto de fusión experimental y para corregirlo por el método gráfico, se lee en el eje de punto de fusión observado se sigue la línea hasta el corte con la recta, se baja al eje de punto de fusión reportado y se anota ese dato. También, se puede calcular a partir de la ecuación de regresión. Se despeja x de la ecuación (que se presenta en la gráfica 1, obtenida de la regresión lineal) y para cada valor observado experimentalmente, se sustituye en la ecuación 1 y se obtiene el valor corregido:

$$x = \frac{y + 0.7116}{0.9989} \quad \text{Ec. 1}$$

**Ejemplo:**

Valor promedio obtenido de las tres determinaciones experimentales = 125 °C

$$x = (125 + 0.7116) / 0.9989 = 125.7116 / 0.9989 = 125.85$$

Valor corregido = 125.85 °C

# MÉTODO DEL TUBO DE THIELE

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

- Se prepara un tubo capilar sellado por un extremo, que contenga la muestra; éste se fija con una banda de hule a un termómetro, Fig. 4.
- Se coloca el tubo de Thiele sostenido por una pinza de tres dedos en un soporte universal, se llena de un líquido con un punto de ebullición elevado. La Tabla 3. muestra ejemplos de líquidos que se pueden utilizar. El tubo capilar con la muestra y el termómetro se ponen dentro del tubo de Thiele y se calienta el líquido con un mechero, colocado en la parte angular del tubo, Fig. 4.

### MATERIALES

1 Tubo de Thiele  
1 Termómetro  
3 Capilares  
1 Banda de goma  
1 Tapón horadado  
1 Mechero Bunsen  
1 Soporte universal  
1 Pinza de 3 dedos,  
con nuez

### REACTIVOS

Líquido con punto de ebullición elevado.

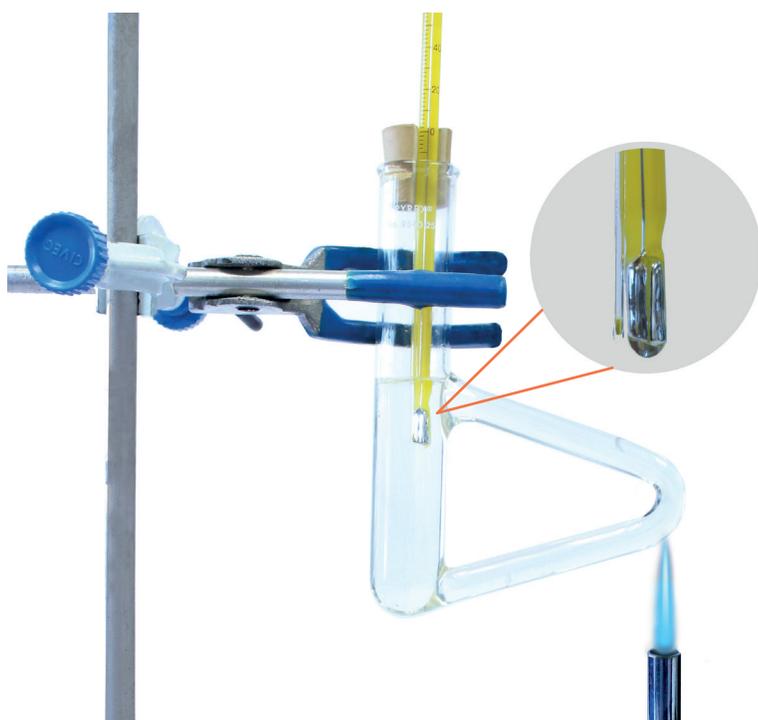


Fig. 4. Montaje del tubo de Thiele y acercamiento del tubo capilar.

Fotografía de Mayte Castro y Carla Miranda

## RECOMENDACIONES:

- La banda de hule se debe mantener por encima del nivel del aceite caliente o se podría fundir el caucho y romper.
- Para lecturas precisas, el compuesto de muestra en el tubo capilar se mantiene cerca y al nivel del bulbo del termómetro, que está completamente sumergido y centrado en el aceite, como se muestra en la Figura 4.
- El corcho o tapón que mantiene el termómetro en su lugar, debe cortarse en un lado para permitir la visión de la región del nivel del mercurio en el termómetro.

**TABLA 3****LÍQUIDOS ESTABLES PARA USAR EN EL TUBO DE THIELE**

LÍQUIDO	PUNTO DE EBULLICIÓN °C
Aceite de algodón	216
Aceite de silicón	290
Ftalato de dibutilo	340
Aceite de parafina	370

- Se inicia el calentamiento lentamente, permitiendo que la temperatura se eleve, se registra la temperatura en la que la muestra empieza a fundir y la temperatura en que la fusión sea completa. Se realiza la determinación por triplicado.
- En este caso, también se debe realizar la calibración del termómetro a utilizar, de la misma forma en que se explicó para el caso del método de Fisher Johns, pero usando para la determinación el mismo método del tubo de Thiele y haciendo la curva de calibración correspondiente.

#### REFERENCIAS

- Eaton, D.C. (1989). *Laboratory investigations in organic chemistry*. United States of America: McGraw-Hill. Inc.
- Mohan, J. (2003). *Organic analytical chemistry: Theory and practice*. Pangbourne, England: Alpha Science International Ltd.
- Mohring, J., Alberg, D., Hofmeister, G., Schatz, P., Hammond, C. (2014). *Laboratory techniques in organic chemistry: Supporting inquiry-driven experiments*. (4<sup>o</sup> ed.). New York: W.H. Freeman and Company.
- Shriner, R.L. (2013). *Identificación sistemática de compuestos orgánicos*. (2<sup>o</sup> ed.). México: Limusa Wiley.

**Fotografía:** Castro, M. y Miranda, C. (2017). UNAM, FES Cuautitlán.



Atribución-NoComercial-CompartirIgual  
CC BY-NC-SA