

Tecniche generali laboratorio

01 – Determinazione del punto di fusione

La temperatura di fusione è una grandezza fisica che permette, in maniera semplice e rapida, l'identificazione di una sostanza o la determinazione del suo grado di purezza e quindi ha largo utilizzo in un laboratorio di chimica organica.

Tranne rare eccezioni, tutti i materiali solidi, se riscaldati, fondono cioè passano dallo stato solido allo stato liquido però, **solo per le sostanze pure**, durante questa trasformazione si verifica una sosta termica che permette di determinare una temperatura di fusione. La temperatura non sale durante la fusione perché il calore viene assorbito per vincere le forze di coesione tra le particelle del solido e trasformarlo in liquido (calore di fusione). Maggiori sono le forze di attrazione tra le particelle presenti nel reticolo cristallino del solido, maggiore è l'energia necessaria a vincerle e quindi la temperatura di fusione.

La temperatura di fusione di una sostanza pura è la temperatura alla quale coesistono solido e liquido alla pressione di 101,325 KPa (1 atm) ed è una proprietà intensiva caratteristica per ogni sostanza.

La maggior parte dei composti organici cristallini presenta un punto di fusione relativamente basso (50 – 300 °C) tale da essere determinabile con un'apparecchiatura piuttosto semplice. Un altro vantaggio è legato al fatto che la temperatura di fusione, al contrario di quella di ebollizione, non è influenzata dalla pressione e quindi non è necessario apportare fattori di correzione.

Se l'intervallo di fusione – la differenza tra la temperatura alla quale il campione inizia a fondere e la temperatura alla quale il campione è completamente fuso – è piccolo (0,5 – 1 °C), la sostanza è pura. La presenza di impurezze, anche in minime quantità, generalmente abbassa la temperatura di fusione e allarga l'intervallo di tempo in cui avviene il passaggio di stato.

Dal punto di vista operativo, la **determinazione del punto di fusione** si esegue introducendo una piccola quantità del materiale, finemente polverizzato, in un tubo capillare che deve avere pareti sottili, piccolo diametro e una estremità chiusa.

Il capillare si riempie introducendo più volte l'estremità aperta del capillare nella polvere che, se necessario, deve essere preventivamente polverizzata in un mortaio ed essiccata ^[1]. Per portare il solido verso il fondo del capillare, si batte l'estremità chiusa sul bancone o si fa cadere sul piano del bancone il capillare, con l'estremità saldata rivolta verso il basso, all'interno di un tubo di vetro o plastica del diametro di 8 mm, lungo circa 45 cm.

Questa procedura va ripetuta fino a quando il capillare non contiene una colonna di 1 – 2 mm di polvere densamente impaccata sul fondo. L'altezza di 1 – 2 mm è necessaria per poter vedere con chiarezza il passaggio di stato da solido a liquido.

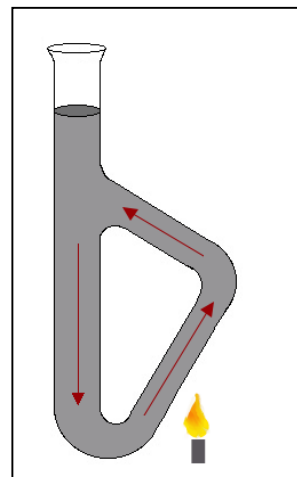
Si inserisce il capillare nell'apparato per la determinazione del punto di fusione o, più semplicemente, lo si lega con un elastico ad un termometro ^[2] e si introduce il tutto in una beuta contenente un opportuno liquido (acqua per temperature di fusione inferiori a 100 °C, paraffina liquida o olio di vaselina per temperature superiori fino a 300 °C).

[1] – L'intervallo di fusione può essere influenzato, oltre che dalla purezza del materiale, dalle dimensioni dei cristalli, dalla densità di impaccamento nel capillare e dalla velocità del riscaldamento.

[2] – Il capillare deve essere fatto il più possibile aderire al bulbo del termometro

Per riscaldare il sistema si utilizza una piastra riscaldante dotata di agitatore magnetico per rendere omogenea la temperatura del bagno. Nella fase iniziale è possibile aumentare la temperatura abbastanza rapidamente fino a quando non si raggiungono 15 – 20 °C al di sotto del punto di fusione che ci si aspetta di trovare, mentre, nell'intervallo di fusione, l'aumento di temperatura non deve superare 1 – 2 °C / minuto e il riscaldamento deve essere uniforme.

È possibile individuare la temperatura di fusione di un composto anche utilizzando il **tubo di Thiele**, inventato dal chimico tedesco Karl Johannes Thiele (1865 – 1918). L'apparecchio è costituito da una provetta con un canale laterale, contenente olio.



Durante l'uso si scalda il canale laterale con una piccola fiamma o altro mezzo di riscaldamento. La forma particolare del tubo di Thiele permette una efficace circolazione dell'olio per convezione, creando un bagno di temperatura molto uniforme.

Un capillare, preparato con le regole viste in precedenza, viene attaccato ad un termometro con un elastico ed immerso nell'olio del tubo. Si scalda progressivamente e si osserva l'intervallo di temperatura in cui fonde il campione.

Questa apparecchiatura permette anche di determinare la **temperatura di ebollizione**. In questo caso il campione è posto in una piccola provetta, legata al termometro con un elastico e il tutto è immerso nel tubo di Thiele. Nella provetta si inserisce un tubicino specifico per la determinazione del punto di ebollizione con l'estremità aperta rivolta verso il basso e si inizia a riscaldare. Quando il campione inizia a bollire, si interrompe il riscaldamento e la temperatura inizia a calare. La temperatura a cui il campione liquido è risucchiato nel tubo capillare fornisce il punto di ebollizione sperimentale del campione. Questo valore va poi corretto in base alla pressione atmosferica presente in laboratorio.

Per identificare una sostanza grazie ai punti di fusione si può operare nella seguente maniera:

- si esegue la misura della temperatura di fusione del campione incognito;
- si controlla nella letteratura le eventuali sostanze che fondono a quella temperatura;
- si determina il punto di fusione di una miscela tra il campione incognito e una delle sostanze che in letteratura presentano quel valore. Se la miscela ha una temperatura di fusione più bassa ed un intervallo di fusione più allargato di quello osservato prima, le due sostanze sono differenti (ogni sostanza ha agito da impurezza per l'altra). Se la miscela fonde alla stessa temperatura del campione preso singolarmente, questo e la sostanza utilizzata sono identici e l'identificazione è certa.