

V.9. Determinarea punctului de topire

Criteriul cel mai simplu de apreciere a purității unei substanțe organice solide este punctul de topire.

Punctul de topire se definește ca temperatura la care substanța solidă se află în echilibru cu topitura ei.

Substanțele pure au temperatura de topire fixă, determinarea ei exactă (cca 0,01°C) fiind posibilă numai prin trasarea curbelor de topire.

Impuritățile, chiar și în cantități foarte mici, coboară temperatura de topire și largesc intervalul de topire (1°C). Acest fenomen se folosește la determinarea identității a două substanțe cu aceeași temperatură de topire. Se amestecă bine cantități identice din cele două substanțe și se topesc. Dacă temperatura de topire a amestecului rămâne neschimbată, înseamnă că este vorba despre aceeași substanță, dacă este mai mică, substanțele sunt diferite.

O serie de substanțe nu au punct de transformare caracteristic și se carbonizează la încălzire puternică.

Deși punctul de topire este o caracteristică a substanțelor pure, nu există reguli generale care să indice mărimea acestei constante în funcție de structura compusului respectiv. Totuși, în urma unor observații îndelungate, s-a ajuns la anumite *corelații* între temperatura de topire și structura moleculară a substanței. Astfel:

- Moleculele simetrice se topesc mai sus decât moleculele mai puțin simetrice (de exemplu alcanii normali au puncte de topire mai mari decât izoalcanii cu același număr de atomi de carbon);

- Unii compuși cu număr par de atomi de carbon se topesc mai sus decât cei cu număr impar (cazul acizilor grași);

- În cazul stereozomerilor, combinațiile *trans*- se topesc, de obicei, mai sus decât cele *cis*- (de ex. acidul maleic – izomer *cis* – p.t. = 130°C; acidul fumaric – izomer *trans* – p.t. = 267°C), iar benzenii *para*-substituiți se topesc mai sus decât cei *orto*- sau *meta*-substituiți;

- Substanțele cu schelet policiclic, rigid (de exemplu adamantanul, diamantul etc.) se topesc foarte sus;

- Temperatura de topire crește odată cu creșterea gradului de asociere a moleculelor (acizii carboxilici se topesc mai sus decât esterii care nu dau legături de hidrogen).

Pentru determinarea punctului de topire a substanțelor organice se pot folosi băi de încălzire cu lichide (H₂SO₄ până la 250°C, ulei de parafină sau ulei silionic).

V.9.a. Determinarea punctului de topire în capilară

Proba de substanță, uscată și fin pulverizată în prealabil prin uscarea cristalelor pe o plăcuță de porțelan poros, se introduce într-o capilară cu diametrul de circa 1 mm închisă la un capăt prin topire în flacăra becului de gaz. Înălțimea stratului de substanță în capilară trebuie să fie de 2-4 mm. Substanța se introduce în capilară prin „ciocăniri” repetate pe o suprafață dură. Dacă substanța sublimă ușor, tubul capilar trebuie să fie închis la ambele capete.

Capilara se fixează de un termometru cu ajutorul unui inel de cauciuc sau prin lipire cu o picătură de ulei din baie, substanța din tub trebuind să fie la înălțimea rezervorului de mercur al termometrului, așa cum este prezentat în *figura 1*.

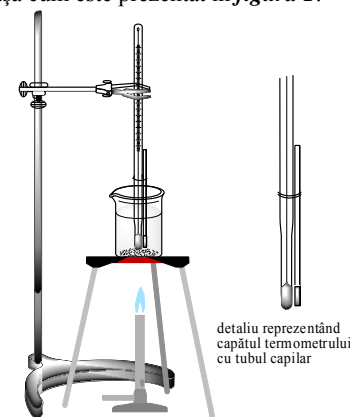


Figura 1. Aparat pentru determinarea punctului de topire

Termometrul purtând capilara cu substanță, se introduce în baie, se încălzește încet (4-6°C/minut, iar în apropierea punctului de topire cu 1-2 °C / minut) până se topește substanța. Observarea meniscului topiturii și citirea temperaturii se pot face, cu mai mare precizie, prin intermediul unei lupe.

Observarea exactă a fenomenului de topire, mai ales la cantități foarte mici de substanță, se poate face cel mai bine în câmpul unui microscop cu o putere de mărire medie (cca. 100 X). Un dispozitiv răspândit, de acest tip este *microscopul Boëtius*. Partea esențială a aparatului o constituie o placă încălzitoare din aluminiu, situată pe masa microscopului, și care încălzește simultan termometrul și proba de substanță situată între două plăcuțe subțiri de sticlă. Placa încălzitoare este prevăzută în zona centrală cu un orificiu de aproximativ 1 mm diametru care permite iluminarea probei. Iluminarea probei este realizată cu ajutorul luminii furnizată de un bec situat sub placa încălzitoare. Un mic periscop glisant, aduce în câmpul vizual, simultan cu imaginea probei și imaginea mărită a termometrului, puternic luminat de un alt bec situat la capătul periscopului.

Pentru a controla viteza de încălzire, placa de încălzire este alimentată cu tensiune electrică prin intermediul unui reostat.

Aparatul Boëtius permite și observarea diferitelor fenomene ce pot însoți topirea: schimbări polimorfe, degajare de gaze (N₂, CO₂, etc.), sublimări, topiri mixte etc.

Pentru substanțe care se topesc la temperaturi mai mari de 350-360°C (limita termometrului de sticlă cu mercur) se pot folosi blocuri metalice prevăzute cu un orificiu în care se introduce un termometru, de 600°C, din cuarț și cu presiune de azot. Încălzirea se realizează direct cu o flăcără situată sub blocul metalic, sau pe cale electrică, iar observarea topirii substanței organice, pulverizată într-un mic locaș, pe blocul preîncălzit, se face direct vizual.