

PRÁTICA 04

DETERMINAÇÃO DO PONTO DE FUSÃO

Objetivos: Determinação do ponto de fusão da amostra recristalizada e impura.

Materiais: Tubos de Thiele, termômetro, tubos capilares, bico de Bunsen, suporte, tripé, garra e mufa.

Reagentes: Glicerina e amostra da substância recristalizada e impura.

Aspectos teóricos:

- ✓ A maioria dos compostos orgânicos utilizados em laboratórios de química é sólida ou líquida;
- ✓ O grau de pureza química desses compostos pode ser avaliado pela determinação das constantes físicas, pois as substâncias puras possuem propriedades físicas específicas e bem definidas;
- ✓ Impurezas produzem, geralmente, **um alargamento no intervalo de fusão, além de abaixarem essa temperatura;**
- ✓ Uma substância orgânica e cristalina é **considerada pura se a temperatura de fusão compreender uma variação de 0,5 a 1,0°C;**
- ✓ Se a substância for impura, a temperatura de fusão varia de 3°C a 5°C;
- ✓ Se for uma mistura, a temperatura de fusão sofre uma variação maior do que 5°C;
- ✓ A medida de temperatura de fusão pode ser feita em aparelhagem apropriada (aparelhos para a determinação de temperatura de fusão – fusômetro analógico) ou por meio de montagens e adaptações realizadas em laboratórios. A fonte de aquecimento dependerá do tipo de aparelhagem utilizada, que pode ser um banho de aquecimento (óleo mineral ou glicerina) ou aquecimento elétrico.

O ponto de fusão é usado como critério para avaliar o grau de pureza de um composto, ou ajudar na sua identificação por meio de comparações com tabelas de pontos de fusão.



Figura 1. Montagem para determinação de temperatura de fusão.

Para determinar corretamente a temperatura de fusão de um sólido devem ser observadas todas as suas mudanças, conforme apresentado na Figura 2.

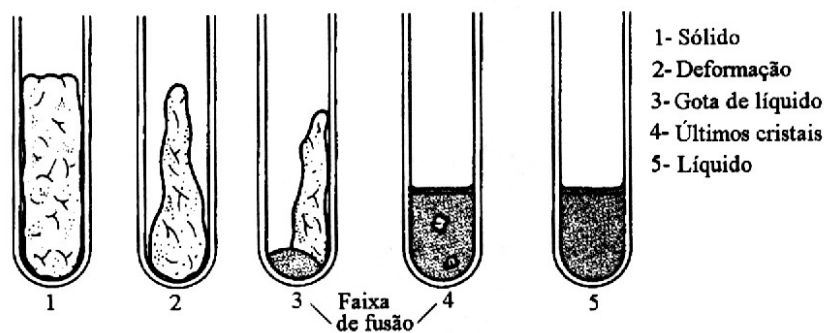


Figura 2. Transformações ocorridas no intervalo de fusão.

Procedimentos:

Determinação do ponto de fusão da amostra

Utilizando um sistema apropriado, determine as faixas de fusão (valores de temperatura de início e término da fusão) para a **amostra recristalizada e impura**. Para isso, feche uma das extremidades de um capilar de fusão girando-o ao leve contato com a chama do bico de gás. Coloque um pouco da amostra num vidro de relógio e introduza a substância no capilar tocando-a com a extremidade aberta do mesmo. Talvez seja necessário pulverizar o sólido. Para tal use um bastão de vidro ou a espátula. Com auxílio de um tubo longo de vidro compacte o sólido no fundo do capilar (deixando o tubo capilar cair até atingir o fundo do tubo de vidro, com a extremidade fechada para baixo e dentro do tubo longo de vidro). Verifique a quantidade de sólido no tubo capilar (cerca de 2 mm de altura no capilar) e codifique o tubo capilar utilizando pincel atômico.

Com o auxílio de uma gominha de látex fixe cuidadosamente o tubo capilar ao termômetro de modo que a substância fique na mesma altura do bulbo do termômetro e a gominha o mais próximo possível da extremidade aberta do capilar.

Prenda o termômetro a uma garra, de modo que o bulbo do termômetro fique totalmente submerso no líquido. Cuide para que a gominha não seja atingida pela glicerina, nem mesmo após o aquecimento.

Este sistema deve ser aquecido gradualmente (**o aquecimento deverá se dar a uma velocidade de 1°C por minuto**, aproximadamente), enquanto o material no capilar é cuidadosamente observado. Devem ser registradas **a temperatura na qual a primeira gota de líquido se forma e aquela em que os últimos cristais de sólido desaparecem**.

Questões:

- 1) Qual a faixa de temperatura que a maioria dos compostos orgânicos se funde?
- 2) Uma determinada substância na mudança de estado (sólido para líquido) possui uma ampla faixa de temperatura de fusão. O que isso indica?
- 3) Explique: Duas amostras puras de um mesmo composto deverão fundir a uma mesma temperatura. Entretanto, duas amostras desconhecidas que se fundem a uma mesma temperatura não são necessariamente o mesmo composto.
- 4) Discuta sobre os valores de faixa de fusão obtidos para sua amostra pura e impura.
- 5) Identifique, a partir dos dados obtidos, a natureza da sua amostra.