

Prof. Marcos Aires de Brito
Prof. Fábio Peres Gonçalves
Prof. José Carlos Gesser

EXPERIÊNCIA Nº 2: DETERMINAÇÃO DO PONTO DE FUSÃO DE SUBSTÂNCIAS

1. Questões de estudo

- Como determinar a temperatura de fusão de uma substância?
- Qual a temperatura de fusão, determinada experimentalmente, do naftaleno?
- A amostra de naftaleno na qual se realizou a determinação do ponto de fusão pode ser considerada uma substância pura? Justifique.

2. Temperatura de fusão

O processo de mudança de estado físico, do sólido para o líquido (fusão) está associado às alterações nas ligações químicas intermoleculares. A temperatura de fusão, também denominada ponto de fusão, de uma determinada substância pura é bem definida, porém é importante informar que a temperatura de fusão não é um parâmetro suficiente para caracterizar uma substância! Podem existir dois compostos diferentes, por exemplo, p-tert-butil fenol ($C_{10}H_{14}O$) e fenantreno ($C_{14}H_{10}$), com o mesmo valor da temperatura de fusão ($101^{\circ}C$). Assim, outras análises devem ser realizadas para a caracterização de uma substância pura. Geralmente a temperatura de fusão está relacionada com a pureza da substância sólida e uma variação de $\pm 0,5^{\circ}C$ na temperatura de fusão em relação ao valor aceito na literatura, indica que se trata de uma substância “pura”.

3. Pré-laboratório

- 1) Considere a seguinte situação: uma substância A e outra substância B possuem mesmo ponto de fusão ($69^{\circ}C$). Se usássemos a temperatura de fusão como a única técnica de identificação, qual o procedimento experimental que você utilizaria para identificar se o conteúdo de um frasco (sem rótulo), com temperatura de fusão igual a $69^{\circ}C$ é a substância A ou B? Considere que amostras puras dos dois produtos estão disponíveis em seu laboratório.
- 2) Procure na literatura (Handbook of Chemistry and Physics, CRC) o ponto de fusão e a fórmula estrutural do naftaleno.

- 3) Faça uma revisão em seus conceitos (no nível de Química Geral) sobre interações intermoleculares (incluindo forças de van der Waals) e seus reflexos nas propriedades físicas, como temperatura de fusão, de substâncias puras.

4. Procedimento experimental

Você irá utilizar a técnica para a determinação da temperatura de fusão de uma amostra de naftaleno ($C_{10}H_8$), a partir de dois procedimentos experimentais: i) uma grande quantidade de amostra, obtendo curvas de aquecimento e de resfriamento do composto. Tanto o aquecimento como o resfriamento devem ser lentos, para se obter bons resultados; ii) uma pequena quantidade de amostra, utilizando o Tubo de Thiele.

i) Curva de aquecimento

- 1- Fixe o suporte universal com a tela de amianto acima do bico de Bunsen (8 a 12 cm) como indicado na figura ao lado (Figura 1). Com a garra metálica, fixe o tubo de ensaio que contém o naftaleno e o termômetro dentro de um béquer. Coloque água suficiente para que todo o naftaleno fique submerso.

Obs: "No início do aquecimento, não tente mexer o termômetro que está preso ao naftaleno sólido, pois poderá quebrá-lo".

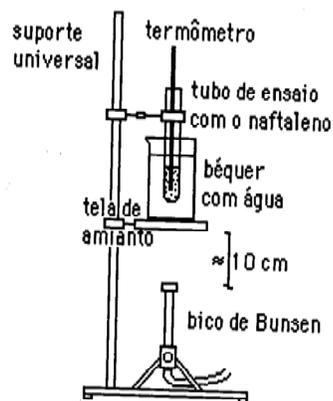


Figura 1: montagem experimental para determinação do ponto de fusão

- 2- Inicie o aquecimento, lentamente. Quando a temperatura atingir $60^{\circ}C$ comece a anotar o seu valor a cada 0,5 minutos na folha de dados, até $90^{\circ}C$. A partir do momento que o termômetro ficar solto, use-o para agitar levemente a massa em fusão. Quando a temperatura atingir aproximadamente $90^{\circ}C$, apague a chama do bico de Bunsen, mas mantenha o conjunto fixo ao suporte universal, pois em seguida você iniciará o experimento para o resfriamento do naftaleno.

i) Curva de resfriamento

- 1- Sem retirar o tubo de ensaio com naftaleno de dentro do béquer, anote a temperatura de resfriamento do naftaleno a cada 0,5 minutos até atingir $60^{\circ}C$. Com o termômetro agite (com cuidado, para não quebrar o termômetro) a massa fundida de naftaleno, até o início da solidificação.

2- Anote a temperatura a cada 0,5 minutos até chegar a 60°C.

Folha de dados

CURVA DE AQUECIMENTO				CURVA DE RESFRIAMENTO			
Tempo (min.)	Temperatura (°C)	Tempo (min.)	Temperatura (°C)	Tempo (min.)	Temperatura (°C)	Tempo (min.)	Temperatura (°C)
0,0	60			0,0	90		
0,5							
1,0							
1,5							
2,0							
2,5							
3,0							
3,5							
4,0							
4,5							
5,0							
5,5							
6,0							
6,5							
7,0							
7,5							
8,0							
8,5							
9,0							
9,5							
10,0							
10,5							
11,0							
11,5							
12,0							
12,5							
13,0							
13,5							
14,0							
14,5							
15,0							
15,5							
16,0							
16,5							

- Em uma mesma folha de papel milimetrado, desenhe a curva de aquecimento e a curva de resfriamento. Coloque no eixo das abscissas o tempo e no eixo das ordenadas os valores das temperaturas obtidas nos experimentos. Faça o gráfico traçando a curva pelos pontos médios dos valores experimentais, ou seja, não uma todos os pontos, mas apenas trace uma curva média. Explique o tipo de comportamento observado (regiões das curvas) para a variação de temperatura com o tempo, na fusão e na solidificação, e apresente no item resultados e discussão do seu relatório. Orientando melhor: nesse item do relatório os resultados são os seus dados e os respectivos gráficos, enquanto que na discussão você deverá explicar as regiões que aparecem nos gráficos.

ii) Determinação da temperatura de fusão do naftaleno utilizando o Tubo de Thiele

Feche, com cuidado, a extremidade de um tubo capilar de vidro, utilizando a chama azul do bico de Bunsen. Com bastante paciência e tranquilidade coloque uma pequena quantidade de naftaleno no interior do capilar, de maneira que fique compactada junto a extremidade fechada. Fixe (utilizando a sua criatividade) o capilar com a amostra próxima ao bulbo do termômetro. Proceda a montagem, conforme a seguinte figura, e inicie o aquecimento de forma lenta e gradual. Anote a temperatura quando observar que o sólido, dentro do tubo capilar está mudando de estado. Observe, na Figura 2, a indicação da posição do bico de Bunsen em relação ao tubo de Thiele. Repita o procedimento mais duas vezes, utilizando novas amostras em novos capilares, para obter o valor médio da temperatura de fusão do naftaleno.

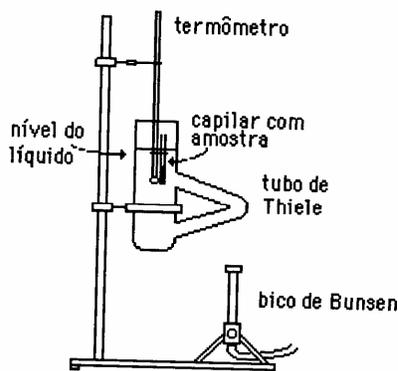


Figura 2: montagem experimental para determinação do ponto de fusão usando tubo de Thiele

- Apresente o valor da temperatura de fusão, obtido a partir da média das 3 análises (utilizando o tubo de Thiele), no item resultados e discussão do seu relatório. Compare esse valor com aquele obtido a partir da faixa de fusão (curva de aquecimento) na análise do naftaleno e interprete os resultados.
- Como conclusão, você deverá indicar qual a técnica (utilização de grande quantidade de amostra ou a utilização de pequena quantidade de amostra?) seria a mais indicada, ou seja, seria a mais precisa, para se determinar a temperatura de fusão de uma substância pura. Outras conclusões seriam a indicação de qual entre as duas técnicas você teria mais informações sobre o acompanhamento do processo de fusão (utilização de grande quantidade de amostra ou a utilização de pequena quantidade de amostra, conforme as técnicas utilizadas?) e a definição da amostra analisada como uma substância pura ou não, justificando tal definição.

Atenção: Você deve anexar as respostas às questões do pré-laboratório da experiência 3 ao relatório desta experiência.