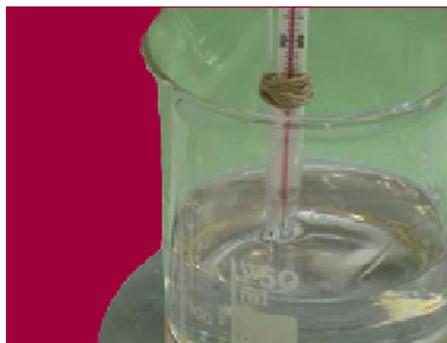


Determinação do ponto de fusão 🧪🔥🧑‍🔬



Medição em aparelho automático



Medição pelo método tradicional



Enchimento dos tubos capilares

Objectivos

Determinação do ponto de fusão de uma substância com aparelho automático e pelo método tradicional. Avaliação do seu grau de pureza por comparação com valores tabelados.

Introdução

A temperatura de fusão de uma substância pura, a uma determinada pressão, é um valor característico dessa substância, pelo que constitui um método de avaliação do seu grau de pureza.

Na determinação do ponto de fusão de uma substância pura, durante a fusão não se deve observar variações de temperatura superiores a 1°C. No caso de uma amostra ser impura a amplitude de variação de temperatura será maior, dependendo do número de componentes da amostra e dos seus pontos de fusão.

Material	Produtos/Reagentes
- Almofariz - Aparelho automático - Tubos capilares (D= 1-2 mm) - Bico de Bunsen	- Ácido salicílico - Ácido acetilsalicílico - Enxofre

Procedimento experimental

Preparação da amostra a ensaiar

1- Preparar 3 capilares, fechando uma das extremidades por acção de uma chama.

2- Pulverizar a mostra a analisar num almofariz.

3- Inserir a amostra dentro de cada um dos tubos capilares, pressionando a extremidade aberta contra o pó da amostra. Bater com a extremidade fechada no tampo da mesa afim de empurrar a amostra a ensaiar para a extremidade oposta. A quantidade deve corresponder no máximo a 1 mm de altura no capilar.

Medição no aparelho automático

1- Ajustar as lentes por rotação até focagem da amostra.

2- Acomodar os três capilares no "tubo guia". É recomendável, colocar sempre os três tubos capilares nos "guias", mesmo que nem todos contenham amostra.

3- Depois do aparelho ligado à corrente, vai-se fixar uma temperatura inferior 5°C ao valor esperado, permitindo desta forma que a temperatura suba rapidamente. Assim, pressionar o botão "Enter", seguido do botão com o símbolo Δ , o número de vezes necessária para se atingir a temperatura desejada, se se pretender 100°C, pressiona-se 10 vezes. O valor da temperatura seleccionado aparece no visor do

aparelho.

4- Pressionar novamente a tecla "Enter". A temperatura vai atingir rapidamente o valor fixado.

5- Após atingida a temperatura, o aparelho emite três vezes um sinal sonoro. Pressionar de novo a tecla "Enter", que permite agora uma subida lenta da temperatura, 1°C/ minuto.

6- Observar através do visor o sólido no tubo capilar e registrar o intervalo de temperatura a que funde.

7- Consultar tabelas de ponto de fusão e comparar com a temperatura encontrada.

Medição pelo método tradicional

1- Colocar um gobelé com parafina líquida sobre uma placa de aquecimento com agitação magnética.

Material	Produtos/Reagentes
- Gobelé de 250 ml - Termómetro - Tubo capilar - Almofariz - Parafina líquida - Elástico - Agitador magnético - Suporte e garra - Placa de aquecimento - Parafina líquida - Bico de Bunsen	- Ácido acetilsalicílico - Ácido salicílico - Enxofre

2- Prender, com a ajuda de um elástico, o tubo capilar com a amostra a ensaiar ao termómetro de forma a que a extremidade inferior do tubo capilar fique o mais próximo possível do bolbo do termómetro.

3- Mergulhar o conjunto tubo capilar/termómetro na parafina líquida.

4- Ligar a placa de aquecimento e o agitador magnético de forma a conseguir-se uma temperatura homogénea.

5- Observar o sólido no tubo capilar e registrar o intervalo de temperatura a que se dá a fusão.

6- Retirar o gobelé da placa de aquecimento. Depois de arrefecer, repetir o ensaio para mais duas amostras.

7- Consultar tabelas de ponto de fusão e comparar com a temperatura encontrada.

Substâncias	Ponto de Fusão (C)
Ácido Salicílico	159
Ácido acetilsalicílico	135,6
Enxofre	112,8