

Experiência 2 : TEMPERATURA DE FUSÃO DE UMA SUBSTÂNCIA

1. Objetivos

Ao final desta atividade experimental espera-se que os alunos sejam capazes de:

- Identificar compostos e determinar suas purezas usando pontos de fusão.
- Determinar pontos de fusões usando o método gráfico da curva de resfriamento.
- Verificar as possíveis diferenças no ponto de fusão de uma mesma substância através de procedimentos experimentais diferentes.

2. Questões de estudo

- Como determinar a temperatura de fusão de uma substância?
- A temperatura de fusão de um sólido é suficiente para afirmar se este sólido é uma substância pura?
- Podemos caracterizar a real identidade de um sólido desconhecido utilizando apenas a temperatura de fusão?

3. Introdução

A química é a ciência da matéria e das mudanças que ela sofre. Lembrando que a matéria pode ser líquida, sólida ou gasosa, e é tudo o que tem massa e ocupa espaço.

Analizada qualitativamente, a matéria é chamada de substância, possuindo uma composição característica que é determinada por um conjunto definido de propriedades. As substâncias podem ser simples (formadas por um elemento químico) ou compostas (formadas por vários elementos químicos), e dentre as suas propriedades destacam-se as propriedades físicas, que são propriedades intrínsecas a mesma quando esta é pura e são características que podemos observar e medir sem mudar a identidade desta substância.

Entre as propriedades físicas de uma substância, pode-se destacar a dureza, a cor, o estado da matéria, a densidade e a temperatura de fusão (ponto de fusão), por exemplo.

A temperatura de fusão, também denominada de ponto de fusão, é uma propriedade física que designa a temperatura na qual uma substância passa do estado sólido ao estado líquido. Nesta temperatura a substância sólida está em equilíbrio com a substância que dela se obtém por fusão. Para substâncias puras, quando se atinge o ponto de fusão, a temperatura da substância deixa de aumentar até que toda a amostra sob aquecimento tiver sofrido a mudança de estado (**Figura 1A**). A presença de impurezas, além de diminuir o ponto de fusão, faz com que a temperatura varie durante a fusão (**Figura 1B**).

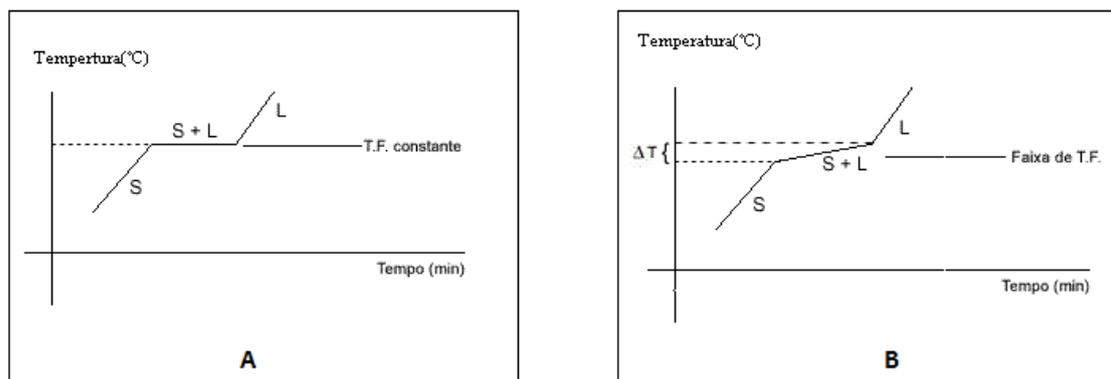


Figura 1. Curva de aquecimento de uma substancia pura (A) e de uma impura (B). [S: sólido; L: líquido; T.F.: temperatura de fusão]

A temperatura de fusão está relacionada com a pureza da substância sólida e uma variação de $\pm 0,50$ °C na temperatura de fusão em relação ao valor aceito na literatura indica que se trata de uma substância “pura”. A adição de impurezas aumenta o intervalo de ponto de fusão e reduz a temperatura na qual se inicia a fusão, logo, quanto mais estreito for o intervalo de ponto de fusão, mais puro será o material.

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 de uma determinada substância pura é bem definida, porém é importante ressaltar que a temperatura de fusão não é um parâmetro suficiente para caracterizar uma determinada substância. Por exemplo, dois compostos diferentes como o p-terc-butil fenol ($C_{10}H_{14}O$) e fenantreno ($C_{14}H_{10}$) apresentam o mesmo valor da temperatura de fusão (101°C). Assim, outras análises devem ser realizadas para a caracterização de uma substância pura.

Considerando que cada 1% de impureza diminui aproximadamente o ponto de fusão de 1 °C, e de posse do conhecimento de que um composto A possui temperatura de fusão de 86 °C, mas foi observado experimentalmente que durante o aquecimento ele fundiu no intervalo entre 79 e 86 °C, pode-se afirmar que esta amostra apresenta 7% de impurezas e pureza de 93%.

Supondo que no laboratório há dois frascos com compostos conhecidos e devidamente identificados (A e B) e um terceiro frasco sem identificação todos com temperatura de fusão 86 °C, é possível realizar a identificação da amostra desconhecida apoiado no fato de que as contaminações diminuem a temperatura de fusão. Deve-se misturar uma pequena quantidade do composto desconhecido com A, e depois com B, e determinar a temperatura de fusão de ambas as misturas efetuadas. Se, por exemplo, a mistura do composto desconhecido com A, funde exatamente 86°C enquanto a mistura do composto desconhecido com B funde no intervalo de 79-83°C, temos uma forte indicação de que o frasco sem rótulo contém o composto A.

3. Pré-laboratório

- 1) Considere a seguinte situação: uma substância A e outra substância B possuem mesmo ponto de fusão (69 °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) e com temperatura de fusão igual a 69 °C é a substância A ou B? Considere que amostras puras dos dois produtos estão disponíveis em seu laboratório.
- 2) Como as impurezas geralmente afetam a temperatura de fusão de uma amostra?
- 3) Ao recrystalizar 3,5 g de uma amostra de naftaleno (intervalo de fusão 74-77 °C) são obtidos 2,8 g de material purificado (ponto de fusão 80 °C). Qual o rendimento dessa purificação? Qual era aproximadamente a pureza da amostra de naftaleno?
- 4) Ácido cinâmico e uréia fundem a 135 °C. O ponto de fusão de uma substância desconhecida X, foi determinado e o valor encontrado foi 135°C. Quando X é misturada com uréia, a fusão ocorre no intervalo de 123-128 °C. É possível identificar a amostra x com essa informação? Se não, quais testes devem ser feitos?

4. Procedimento experimental

A determinação da temperatura de fusão de uma amostra de naftaleno (C₁₀H₈) será realizada a partir de dois procedimentos experimentais:

- 4.1. 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).
- 4.2. Uma pequena quantidade de amostra, utilizando o aparelho de Ponto de Fusão.

4.1.1. Curva de aquecimento

1- Coloque uma chapa de aquecimento sobre a base de um suporte universal, de modo que fique firme. Sobre a chapa de aquecimento coloque um béquer de 600 mL com a água. Dentro do béquer coloque o tubo de ensaio com naftaleno e o termômetro, fixado com uma garra ao suporte universal de modo a ficar submerso totalmente na água e sem encostar no fundo do béquer (**Figura 2**).

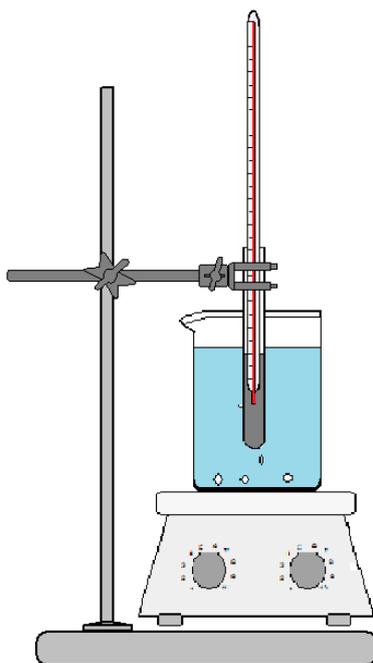


Figura 2. Montagem experimental para determinação do ponto de fusão no tubo de ensaio.

Obs.1: "No início do aquecimento, não tente mexer o termômetro que está preso ao naftaleno sólido, pois poderá quebrá-lo".

2- Ligue a chapa de aquecimento e inicie o aquecimento lentamente. Quando a temperatura do sistema atingir 60 °C comece a anotar o seu valor a cada 0,5 minutos na folha de dados até 90 °C. A partir do momento que o termômetro ficar solto, use-o para agitar levemente a massa em fusão. Quando a temperatura atingir 90 °C desligue a chapa de aquecimento, mas mantenha o conjunto fixo ao suporte universal, pois em seguida será acompanhado o resfriamento do naftaleno.

Obs.2: Lembre-se de anotar a temperatura em que se inicia a fusão do sólido.

4.1.2. 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 °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.

4.2. Determinação da temperatura de fusão do naftaleno utilizando o aparelho de ponto de fusão

OBS.: ANTES DE OPERAR O EQUIPAMENTO, AGUARDE AS INSTRUÇÕES DE SEU PROFESSOR!

Para determinar a temperatura de fusão pelo aparelho de fusão é necessário separar duas lamínulas de vidro adequadas ao aparelho de ponto de fusão.

1- Com uma espátula coloque uma pequena quantidade de amostra de naftaleno sobre uma lamínula de vidro. Cubra a amostra com outra lamínula e com o auxílio de uma pinça metálica transfira sobre a placa aquecedora do aparelho.

2- Ligue o aparelho, ajuste o visor da lente de aumento de modo a conseguir observar a amostra corretamente e programe a taxa de aquecimento adequada no controlador.

3- Acompanhe a temperatura durante o aquecimento pelo visor digital e anote a temperatura (ou faixa) que a amostra funde.

4- Desligue o aquecimento e ligue o resfriamento.

5- Aguarde a temperatura atingir aproximadamente 30 °C e desligue o aparelho.

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	17,0		0,0	90	17,0	
0,5		17,5		0,5		17,5	
1,0		18,0		1,0		18,0	
1,5		18,5		1,5		18,5	
2,0		19,0		2,0		19,0	
2,5		19,5		2,5		19,5	
3,0		20,0		3,0		20,0	
3,5		20,5		3,5		20,5	
4,0		21,0		4,0		21,0	
4,5		21,5		4,5		21,5	
5,0		22,0		5,0		22,0	
5,5		22,5		5,5		22,5	
6,0		23,0		6,0		23,0	
6,5		23,5		6,5		23,5	
7,0		24,0		7,0		24,0	
7,5		24,5		7,5		24,5	
8,0		25,0		8,0		25,0	
8,5		25,5		8,5		25,5	
9,0		26,0		9,0		26,0	
9,5		26,5		9,5		26,5	
10,0		27,0		10,0		27,0	
10,5		27,5		10,5		27,5	
11,0		28,0		11,0		28,0	
11,5		28,5		11,5		28,5	
12,0		29,0		12,0		29,0	
12,5		29,5		12,5		29,5	
13,0		30,0		13,0		30,0	
13,5		30,5		13,5		30,5	
14,0		31,0		14,0		31,0	
14,5		31,5		14,5		31,5	
15,0		32,0		15,0		32,0	
15,5		32,5		15,5		32,5	
16,0		33,0		16,0		33,0	
16,5		33,5		16,5		33,5	

→ 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 una 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.