

## Determinazione del punto di fusione

### • Obiettivo:

Determinare il punto di fusione una sostanza

### • Prerequisiti:

Temperatura di fusione

### • Materiali e attrezzature:

<u>Strumenti di misura:</u>	■ Termometro (s = 1°C, p = 250°C)
<u>Vetreteria:</u>	■ Tubo di Thiele ■ Capillare
<u>Materiale di consumo:</u>	■ Olio di vaselina ■ Pochi mg di sostanza da analizzare (nell'esempio acido benzoico T <sub>fus</sub> = 121°C)
<u>Varie:</u>	■ Tappo forato ■ Filo di cotone ■ Becco Bunsen

### • Procedimento:

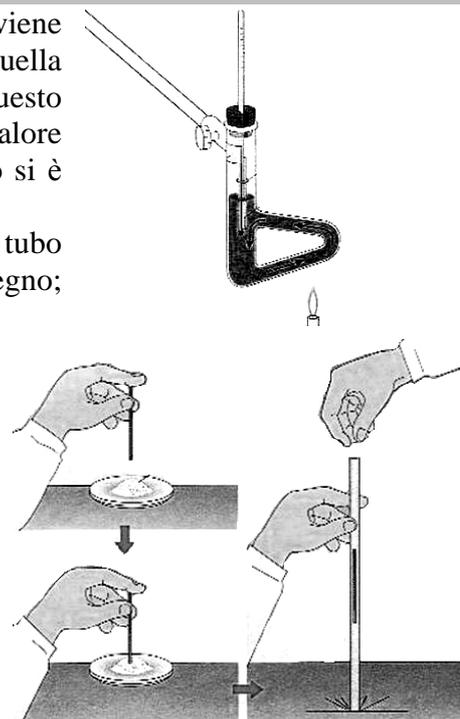
La determinazione del punto di fusione di un composto avviene ricreando, nel cosiddetto tubo di Thiele, le condizioni in cui quella sostanza passa dallo stato solido a quello liquido. A questo proposito è necessario scegliere un liquido scambiatore di calore adatto da inserire nel tubo. Per la prova svolta in laboratorio si è scelto l'olio di vaselina.

Il montaggio del tubo di Thiele è avvenuto come da figura: il tubo vuoto e pulito è stato fissato mediante una pinza al sostegno; quindi è stato riempito di olio di vaselina.

Il capillare è stato chiuso ad una delle due estremità mediante fusione con la fiamma del becco Bunsen e è stato riempito con una parte del campione, picchiettandolo sopra una porzione di sostanza e quindi facendolo rimbalzare per permettere alla sostanza di scendere bene fino in fondo. Il capillare così preparato è stato fissato al termometro mediante un filo di cotone: da notare che la sostanza nel capillare deve essere all'altezza del bulbo del termometro, in modo da misurare con precisione la temperatura del campione.

La fase successiva è stata quella di fissare il tutto al tubo, mediante un tappo di gomma forato. Fissati gli elementi fra di loro, si è provveduto ad iniziare la prova.

Il riscaldamento è stato eseguito scaldando molto lentamente la parte inferiore della curva del tubo con un becco Bunsen: il calore a questo punto genera moti convettivi all'interno del fluido, che pian piano portano alla fusione del campione presente nel capillare. Mentre si procede con il



ISII Marconi	Classe 3 <sup>^</sup> chimici ITIS	Esperienze di chimica organica: Determinazione del punto di fusione	
			<i>Pagina 2 di 3</i>

riscaldamento è molto importante tenere bene d'occhio il termometro e la sostanza per evitare di perdere il momento in cui la sostanza fonde. Di norma, se il campione è incognito, si eseguono due determinazioni: la prima, più rapida e approssimata, serve per determinare l'ordine di grandezza della temperatura da determinare. Nella seconda prova invece si scalda con rapidità fino a circa 20° meno della temperatura supposta, poi si continua a riscaldare con un incremento di circa 2° al minuto, rilevando con attenzione la temperatura a cui inizia la fusione e quella a cui ha termine: se la sostanza organica è pura, tale intervallo risulta non superiore a 1 °C.

Sono state effettuate varie prove per verificare l'esattezza del dato sperimentale.

Da questo dato sperimentale è possibile determinare

- se il campione analizzato è puro oppure è costituito da una miscela.
- Per confronto con dati presenti in tabelle è possibile confermare o escludere ipotesi sulla sostanza in esame.

### • Osservazioni

Il liquido scambiatore va scelto in modo che non passi di stato o si decomponga nell'ambito di fusione della sostanza da analizzare.

È necessario procedere lentamente durante il riscaldamento altrimenti è facile perdere il momento in cui la sostanza passa di stato.

Da notare che nel caso una sostanza non sia pura il suo punto di fusione diminuisce.

# Valutazione del rischio chimico

**Reattivo: Acido Benzoico**

**Classificazione di pericolosità: Xi Irritante**

**Valore di rischio = 8**

**Classificato come rischio moderato**

Fraasi di rischio: 36/38

Indice di pericolosità intrinseca (P): 2.75

Vie di assorbimento: cutanea

Si tratta di una sostanza organica  
allo stato solido

con T°ebollizione = 249.2 °C

T°operativa = 20 °C

presenta quindi bassa volatilità

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è medio/alta poiché D = 3

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: ventilazione generale

Il livello di tipologia di controllo è alto poiché C = 3

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è medio/alta poiché I = 7

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 7

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 19

Rischio cute = 8

Rischio cumulativo = 21

## **Norme generali protettive e di igiene del lavoro**

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Evitare il contatto e l'inalazione delle polveri.

Consigliati occhiali di protezione e guanti monouso.