

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 _{fus} = 121°C)
<u>Varie:</u>	■ Tappo forato ■ Filo di cotone ■ Becco Bunsen

• Procedimento:

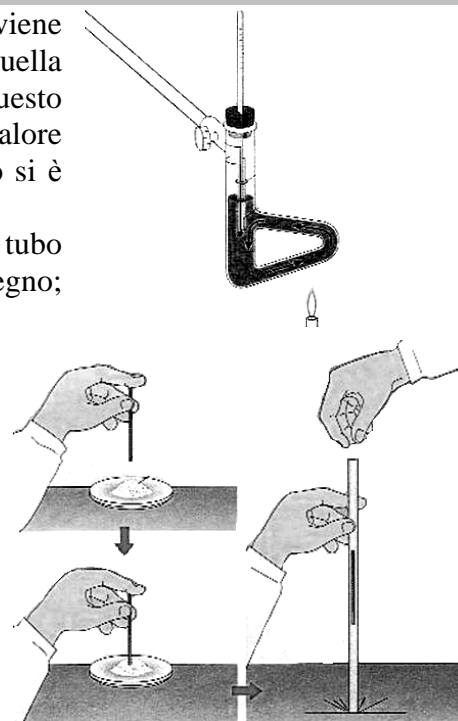
La determinazione del punto di fusione di un composto avviene ricreando, nel cosiddetto tubo di Thiele, le condizioni in cui quella sostanza passa dallo stato solido a quello liquido. A questo proposito è necessario scegliere un liquido scambiatore di calore adatto da inserire nel tubo. Per la prova 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 [^] 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

Fraresi 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.