

# **PUNTO DE FUSIÓN EN TUBO ABIERTO**

Autor: María Virtudes Fernández Lorencio

Licenciada en Química por la Universidad de Barcelona

Autor: María Virtudes Fernández Lorencio

Cuando queremos determinar la temperatura a la que funde un sólido, podemos utilizar aparatos electrónicos de medida, pero es un sistema caro. También podemos emplear el clásico sistema de colocar la muestra pulverizada en un tubo capilar cerrado por un extremo y calentar hasta observar visualmente el derrumbamiento de la estructura cristalina y su conversión en líquido.

Pero hay muestras especialmente complicadas de observar de esta manera, como son las ceras y las sustancias pastosas, como la lanolina y sus derivados, todas ellas muy utilizadas en cosmética.

Para estos casos, un sistema fácil, rápido y, sobre todo, económico, es la determinación del punto de fusión en tubo abierto (*slip point*, en inglés).

Este método requiere la fusión previa de la muestra, de modo que sólo sirve para sustancias que no se descompongan con el calor, al menos no cerca de su temperatura de fusión.

Se deben utilizar tubos capilares abiertos. Para sustancias viscosas son ideales los tubos, algo más anchos, que se usan para determinar el micro-hematocrito (por supuesto sin aditivos).

1 – Tomar dos o más tubos capilares abiertos por ambos extremos, de unos 70 mm de longitud

2 - Marcar una señal a una distancia concreta de la base, unos 6 mm.

3 - Calentar la muestra lentamente hasta que empiece a fundir y mantener un calentamiento mínimo para evitar que hierva o se descomponga

4 – Introducir el tubo capilar en la muestra fundida por el extremo marcado y dejar que suba hasta la marca y no más. Realizar el proceso por duplicado

5 – Dejar enfriar los tubos manteniéndolos en posición vertical, para evitar el desplazamiento de la muestra por el tubo

6 – Colocar en el congelador al menos 15 minutos para que la sustancia pueda recuperar su estructura

7 – Dejar reposar de nuevo a temperatura ambiente mínimo otros 15 minutos para que el cambio de temperatura no sea muy brusco

8 – Colocar los tubos capilares junto al bulbo de un termómetro

9 – Sumergir el termómetro con los capilares en un baño de silicona, cuya altura de líquido supere a la de la muestra unos 40 o 50 mm

10 – Subir la temperatura del baño muy lentamente hasta alcanzar el punto de fusión esperado de la sustancia de ensayo

11 – Cuando la sustancia se vuelve de nuevo líquida, se encuentra libre para moverse dentro del tubo capilar y es empujada por la silicona del baño hacia la superficie para igualar la presión (teoría de vasos comunicantes)

12 - La temperatura a la cual eso sucede se puede considerar el punto de fusión de la sustancia.

## PUNTO DE FUSIÓN EN TUBO ABIERTO

Autor: María Virtudes Fernández Lorencio

El método funciona bien para substancias tanto pastosas como cristalinas, pero debe validarse para cada substancia.

En el caso de los conservantes utilizados en cosmética: p-hidroxi benzoato de metilo y p-hidroxi benzoato de propilo se da una buena concordancia entre el punto de fusión clásico en tubo cerrado por un extremo y el punto de fusión en tubo abierto.

<b>Substancia</b>	<b>Punto de fusión en tubo cerrado</b>	<b>Punto de fusión en tubo abierto</b>
p-hidroxi benzoato de metilo	125 – 128 °C	126 – 129 °C
p-hidroxi benzoato de propilo	96 – 99 °C	96 – 100 °C

En el caso de ceras y otros ingredientes no pulverulentos se consigue una buena aproximación a los datos recogidos en otros ensayos.

<b>Substancia</b>	<b>Punto de fusión según ASTM (datos del proveedor)</b>	<b>Punto de fusión en tubo abierto (datos experimentales)</b>
Cera Carnauba	81 - 86 °C	81 - 88 °C

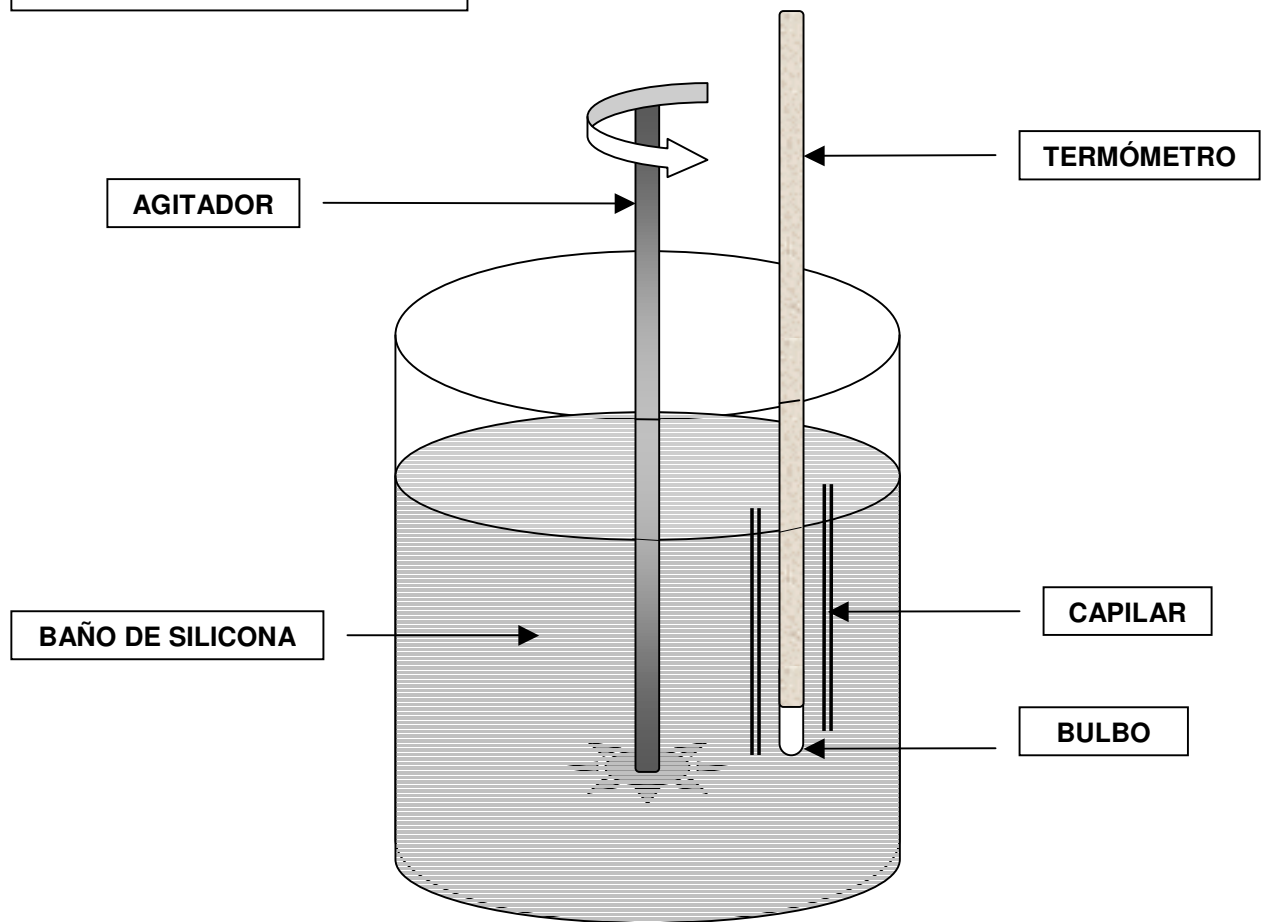
<b>Substancia</b>	<b>Punto de fusión (datos del proveedor)</b>	<b>Punto de fusión en tubo abierto (datos experimentales)</b>
Cera de abejas	61 – 66 °C	62 – 68 °C
Lanolina	38 - 44 °C	41 - 45 °C

En la página siguiente se muestra el esquema del montaje de laboratorio y la manera como la muestra, una vez fundida, se desplaza dentro del capilar, impulsada por la silicona.

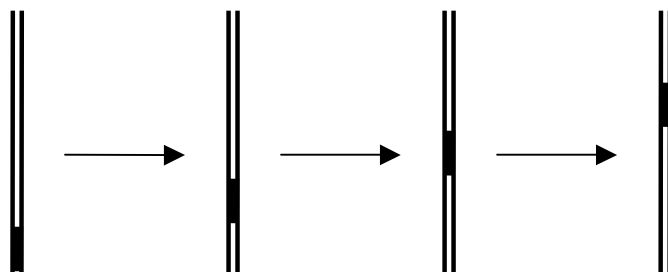
# PUNTO DE FUSIÓN EN TUBO ABIERTO

Autor: María Virtudes Fernández Lorencio

## ESQUEMA DEL APARATO



## EFEECTO DEL AUMENTO DE TEMPERATURA



## REFERENCIAS

### Artículos en Wikipedia:

Slip melting point

[http://en.wikipedia.org/wiki/Slip\\_melting\\_point](http://en.wikipedia.org/wiki/Slip_melting_point)

Buoyancy

<http://en.wikipedia.org/wiki/Buoyancy>

Melting-point determination of fat products

<http://www.springerlink.com/content/g231n137v65477lr/>

### Otros artículos relacionados (casos particulares):

Factors affecting slip melting point of palm oil products

<http://www.springerlink.com/content/h89n3588174n6776/>

Slip melting point estimation of fat blends before and after interesterification based on their fatty acid compositions

<http://www3.interscience.wiley.com/journal/119924963/abstract?CRETRY=1&SRETRY=0>

Determination of slip melting point in palm oil blends by partial least squares and principal component regression modeling of FTIR spectroscopic data

<http://cat.inist.fr/?aModele=afficheN&cpsidt=14023752>