

**NORMA VENEZOLANA
DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE
FUSIÓN. MÉTODO DE TUBO THIELE**

**COVENIN
1636:2022
(1ra. Revisión)**

1. OBJETO

Esta norma describe el método de ensayo utilizado en las mediciones del punto de fusión mediante el tubo Thiele.

2. ALCANCE

Esta norma se aplica a las sustancias que cambian de estado sólido a líquido, a su temperatura de fusión, sin previa descomposición.

3. REFERENCIAS NORMATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones generales utilizadas para la elaboración de la norma o que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta norma; las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos con base en ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente:

HAYNES, W. M. y CRC handbook of chemistry and physics a ready-reference book of
LINDE, David R chemical and physical data. Miami. 2016.

4. TERMINOS Y DEFINICIONES

A los fines de este documento, se aplican los siguientes términos y definiciones:

4.1. Temperatura

Propiedad que determina si dos o más sustancias están en equilibrio térmico.

4.2. Punto de fusión

Es la temperatura en la cual una sustancia que se encuentra en estado sólido pasa a estado líquido.

4.3. Termómetro

Es un dispositivo que mide la temperatura o un gradiente de temperatura.

4.4. Tubo Thiele

Es un instrumento diseñado para determinar el punto de fusión de una sustancia sólida con gran precisión.

5. EQUIPOS E INSTRUMENTOS

- a) Tubo Thiele.
- b) Termómetro de inmersión parcial o medidor de temperatura con termocupla, con una precisión mínima de 0,1 °C.
- c) Mechero.
- d) Soporte universal.
- e) Pinza de tres dedos con o sin nuez.
- f) Tubo capilar con un extremo cerrado y de diámetro interno entre 0,8 y 1,2 mm.

6. FLUIDOS TÉRMICOS

En la tabla 1 se presentan los líquidos que se utilizan comúnmente para determinar el punto de fusión.

Tabla 1. Fluidos de calentamiento

Fluido	Temperatura máxima (°C)
Agua	60
Glicerina	150
Parafina líquida	250
Aceite siliconado	300

[FUENTE: HAYNES, W. M. y LINDE, David R. 2016. *CRC handbook of chemistry and physics a ready-reference book of chemical and physical data*. 97 ed. Boca Raton [Miami]: CRC Press. ISBN-978-1-4987-5429-3]

7. PROCEDIMIENTO

- 7.1. Tomar una cantidad suficiente de material seco y reducir a polvo fino en un mortero.
- 7.2. Transferir una pequeña cantidad del polvo a un tubo capilar con un extremo sellado y el otro extremo abierto, el cual debe estar limpio y seco. Compactar el polvo en el tubo capilar hasta que el sólido caiga al extremo sellado, formando una columna de aproximadamente 5 mm de altura.
- 7.3. Llenar el tubo Thiele con el líquido adecuado para el intervalo de temperaturas de fusión (ver tabla 1), hasta alcanzar la altura requerida.
- 7.4. Insertar el termómetro a una profundidad adecuada y calentar con el mechero haciendo un movimiento constante de la llama en la parte baja del tubo para obtener un calentamiento uniforme del fluido.
- 7.5. Cuando la temperatura del fluido en el tubo esté unos 20 °C por debajo del punto de

fusión esperado, ajustar la velocidad de calentamiento de manera que el aumento de temperatura sea de 2 °C por minuto.

7.6. A 10 °C por debajo del punto de fusión esperado, fijar el tubo capilar al termómetro manteniendo la muestra próxima al bulbo del termómetro.

7.7. Continuar el calentamiento a la velocidad de 2 °C por minuto.

7.8. Registrar el punto o intervalo de fusión.

7.9. Si el punto de fusión obtenido es menor de 7 °C por encima de la temperatura a la cual la muestra fue colocada, repetir la determinación como se especifica en 7.5.

7.10. Si no se conoce el punto de fusión esperado del compuesto, calentar la muestra a una velocidad media todo el tiempo y determinar un punto de fusión aproximado. Repetir el proceso con una muestra nueva (ver nota), permitiendo que el fluido se enfríe por lo menos 20 °C por debajo del punto de fusión anterior. Realizar los pasos como se especifican en 7.5 para determinar el punto de fusión.

NOTA. Se necesita una muestra nueva para una segunda prueba de punto de fusión; incluso si la primera muestra se solidifica después de enfriar, no debe volver a utilizarse. Las diferencias en la estructura cristalina entre el sólido original y el sólido previamente fundido podrían conducir a diferentes rangos de fusión.

8. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

El analista debe reportar la temperatura registrada directamente por el termómetro.

9. INFORME

El informe debe contener lo siguiente:

- a) Fecha del ensayo.
- b) Identificación completa de la muestra.
- c) Método usado en la determinación.
- d) Punto de fusión.
- e) Observaciones.

BIBLIOGRAFÍA

ASTM International ASTM-E-344-79. *Standard Definitions Of Terms Relating To Temperature Measurement.*

ASTM E324-16 *Standard Test Method For Relative Initial And Final Melting Points And The Melting Range Of Organic Chemicals.*

HAYNES, W. M. y LINDE, David R. 2005. *CRC handbook of chemistry and physics a ready-reference book of chemical and physical data.* 97 ed. Boca Raton [Miami]: CRC Press. ISBN-978-1-4987-5429-3.

PROYECTO DE NORMA