

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:**TARQ-677**
DETERMINACION DE PUNTO DE FUSION CON DSC**TARQ:****DEFINICIÓN**

Determina la temperatura a la cual un material sólido pasa al estado líquido y viceversa; es útil para verificar la pureza de los materiales.

APARATOS y REACTIVOS

1. Calorímetro Diferencial de Barrido (DSC) marca Perkin Elmer o equipo similar
2. Balanza con precisión de 0.0001 gr.
3. Espátula.
4. Porta muestras de aluminio (Pans & Covers) de 40 uL (# de parte PE 0219-0041)
5. Pinzas de punta y accesorios para manejo de porta muestras.
6. Nitrógeno grado industrial.
7. Oxígeno extra seco.

PROCEDIMIENTO**Condiciones del instrumento:**

1. Encender el switch del DSC el cual está colocado en la parte posterior del lado izquierdo.
2. Encender la computadora.
3. Abrir el programa Pyris.
4. Cargar el método con las condiciones de calentamiento y rampas que se requieran.
5. Abrir el tanque de N₂:
 - a) verificar que el manómetro de salida hacia la tubería marque 60 psi; ajustar si es necesario.
 - b) verificar que el manómetro hacia la entrada del instrumento marque 6 psi; ajustar si es necesario.
6. Abrir la tapa del instrumento y con ayuda de las pinzas de punta colocar un porta muestras y tapa en la celda del lado derecho (ésta será la celda de referencia).
7. Encender el Intracooler con el switch colocado en la parte posterior del lado izquierdo (queda "en "stand by"). Cuando se quiera hacer funcionar se presiona el switch "Power" de la parte frontal.

Análisis de muestra:

1. Con ayuda de las pinzas de punta, tarar un porta muestra de aluminio con su tapa.
2. Pesar de 1 - 10 mg de muestra.
3. Colocar la tapa del porta muestras.
4. Colocar el porta muestras dentro del equipo DSC, en la celda del lado izquierdo (ésta será celda de muestra).
5. Cerrar la tapa del instrumento.
6. Realizar análisis de acuerdo a las condiciones de método requeridas.

Condiciones del método:

1. Si no se conoce el punto de fusión teórico de la muestra, realizar una corrida preliminar de acuerdo a:
 - a) **Rampa** de 30°C -> hasta 1-5°C después del punto de fusión, a una velocidad de 10°C/minuto.
2. Obtener el punto de fusión de la gráfica obtenida (temperatura del pico máximo).
3. Enfriar el instrumento hasta temperatura ambiente.
4. Retirar el porta muestras usado del instrumento.
5. Realizar el pesado de una nueva muestra.
6. Introducir las nuevas condiciones de calentamiento:

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:**TARQ-677**
DETERMINACION DE PUNTO DE FUSION CON DSC**TARQ:**

- a) **Rampa** de 30°C -> hasta una temperatura 10-15°C menor a la temperatura obtenida en el punto 2, a una velocidad de 10°C/minuto.
- b) **Sostenido** de 2-3 minutos.
- c) **Rampa** de temperatura inicial -> hasta 1-5°C después del punto de fusión, a una velocidad de 1°C/minuto.
7. Obtener el punto de fusión de la gráfica obtenida (temperatura del pico máximo).
8. Enfriar el instrumento hasta temperatura ambiente.
9. Retirar el porta muestras usado del instrumento.
10. Registrar según [ES-AS-08](#) "Registros de Resultados del Manual de Técnicas de Análisis"
11. FIN.