

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:
TARQ-113
DETERMINACIÓN DEL PESO EQUIVALENTE EPOXI

TARQ:

DEFINICIÓN

La muestra es disuelta en una mezcla 4:1 de diclorometano y ácido acético, y un exceso estequiométrico de un donante halógeno es añadido. La solución es titulada con ácido perclórico acetosa, que con los efectos de protonación de los grupos epoxy y subsiguiente adición del ion haluro forman halohaluros. La cantidad de ácido perclórico acetosa consumido es una medida del contenido del grupo epoxy.

APARATOS y REACTIVOS

1. Bureta de 50 ml
 2. Agitador y barras magnéticas.
 3. Matraz de aforación de 1L y 2L.
 4. Probetas de 50 ml y 250 ml
 5. Diclorometano, grado reactivo (contenido de humedad no mayor a 0.02%)
 6. Bromuro de hexadeciltrimetilamonio, grado reactivo.
 7. Ácido acético glacial, grado reactivo.
 8. Ácido perclórico concentrado.
 9. Carbonato de sodio, grado estándar primario. Secar a 120°C durante 1 hora antes de usar.
 10. Solución de indicador cristal violeta: disolver 100 mg de cristal violeta en 100 ml de ácido acético glacial.
 11. Mezcla de diclorometano-ácido acético: en un matraz de aforación de 1L vaciar 200 ml de ácido acético glacial y completar a 1 L con diclorometano.
 12. Solución de ácido perclórico acetosa: en un matraz de aforación de 2L vaciar 250 ml de ácido acético glacial, agregar 20 ml de ácido perclórico y mezclar; aforar a 2L con ácido acético glacial.
- Nota: Las soluciones 10, 11 y 12, se deben guardar en frascos ámbar de boca pequeña y deben cerrarse firmemente después de usarse

ESTANDARIZACIÓN

1. Disolver 0.2 gr de carbonato de sodio en 25 ml de ácido acético glacial.
2. Añadir 1 gota de indicador cristal violeta.
3. Titular con la solución de ácido perclórico-acetosa.
4. Calcular la normalidad de la solución de ácido perclórico-acetosa como sigue:

$$N = \frac{\text{gramos de Na}_2\text{CO}_3}{(\text{ml Ácido}) (0.053)}$$

PROCEDIMIENTO

1. Calcular los gramos de muestra, de acuerdo a la fórmula: $\text{gr. muestra} = \frac{\text{PEE esperado} *}{600}$

Número Acido	PEE esperado *
90	850 - 950
45	1,000 - 1,300
46	1,300 - 1,700
27	2,000 - 2,200
20	2,400 - 3,100
16	3,000 - 4,100
12	4,100 - 4,500
8	5,500 - 7,000

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-113
DETERMINACIÓN DEL PESO EQUIVALENTE EPOXI

6.5	7,000 – 8,000
5	7,200 – 9,000

- En un matraz Erlenmeyer de 250 ml, pesar con una exactitud de 1 mg la cantidad de muestra obtenida en el paso anterior.
- Agregar 25 ml de la mezcla de diclorometano-ácido acético y disolver con la ayuda del agitador y barra magnética.
- Mientras se está agitando, agregar 2.0 gr $\pm$ 0.1 gr de bromuro de hexadeciltrimetilamonio y continuar la agitación hasta que todo el material esté disuelto.
- Agregar 4 gotas de solución de indicador cristal violeta.
- Titular con la solución de ácido perclórico-acetosa, hasta el vire del indicador de azul a verde esmeralda; registrar los ml gastados de solución.
- Llevar a cabo la valoración del blanco bajo las mismas condiciones del paso 3 al 6 (sin la muestra); registrar los ml gastados de solución.
- Calcular el PEE como sigue:

$$PEE = \frac{M}{(V1-V2) \times N} \times 1000$$

Dónde:

M = gramos de muestra

V1 = ml de solución ácido perclórico-acetosa gastados en la muestra

V2 = ml de solución ácido perclórico-acetosa gastados en el blanco

N = normalidad de la solución ácido perclórico-acetosa

Nota: la valoración del blanco consume aprox. 0.1 ml

- Registrar según [ES-AS-08](#) "Registros de Resultados del Manual de Técnicas de Análisis"