

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:TARQ-1400
DETERMINACIÓN DE DELTA Y NÚMERO DE HIDROXILO**TARQ:****DEFINICIÓN**

Establece el procedimiento para la determinación de delta y numero de hidroxilo en resinas.

APARATOS y REACTIVOS

1. Vasos de precipitado de 50 ml y 250 ml.
2. Balanza con precisión de ± 0.001 gr
3. Pro pipetas.
4. Goteros capilares
5. Planchas de agitación magnética.
6. Barras magnéticas de agitación.
7. Titulador automático modelo Orion 950.
8. Matraces volumétricos (50 ml; 500 ml; 1000 ml y 2000 ml).
9. Solución de KOH al 0.5N en metanol.
10. Tetrahidrofurano (THF) grado reactivo
11. Diclorometano grado reactivo
12. N,N-Dimetilformamida (DMF) grado reactivo
13. 4-Dimetilaminopiridina grado reactivo
14. Anhídrido acético grado reactivo
15. Xileno grado reactivo
16. Agua destilada

Agente para acetilación:

- a) Agregar 50 ml de anhídrido acético a un matraz volumétrico de 50 ml.
- b) Agregar 500 ml de N,N-Dimetilformamida (DMF) a un matraz volumétrico de 500 ml.
- c) Vaciar cuidadosamente el contenido de ambos matraces en un frasco ámbar de 1 L etiquetado previamente como "Agente para acetilación".
- d) Homogeneizar lentamente por medio de un agitador magnético.

Solución de catalizador:

- a) Pesar 10.00 g de 4-Dimetilaminopiridina.
- b) Agregar cuidadosamente el 4-Dimetilaminopiridina en un matraz volumétrico de 1000 ml.
- c) Introducir una barra de agitación magnética en el matraz.
- d) Agregar DMF justo antes del nivel del cuello del matraz; agitar con la plancha de agitación magnética.
- e) Sacar la barra de agitación magnética; agregar lentamente DMF hasta la marca.
- f) Colocar el tapón al matraz e invertirlo tres veces para homogeneizar la solución; agregar el contenido del matraz en un frasco ámbar previamente etiquetado como "Solución de catalizador".

Agente para hidrólisis:

- a) Agregar 250 ml de agua destilada a un matraz volumétrico de 250 ml.
- b) Agregar 1000 ml de DMF a un matraz volumétrico de 1000 ml.
- c) Vaciar lentamente el contenido de ambos matraces a un frasco ámbar previamente etiquetado como "Agente para hidrólisis".
- d) Homogeneizar lentamente por medio de un agitador magnético.

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:TARQ-1400
DETERMINACIÓN DE DELTA Y NÚMERO DE HIDROXILO

Los reactivos agentes para acetilación, solución de catalizador y agente de hidrólisis tienen caducidad de un mes a partir de la fecha de preparación. Los frascos utilizados para almacenar estos reactivos deben ser de boca pequeña para facilitar su manejo y deberán estar bien cerrados mientras no se utilicen.

PROCEDIMIENTO

CALIBRACIÓN DE EQUIPO DE PH:

1. Encender el equipo de pH.
2. Sacar el electrodo de la solución de almacenaje y enjuagar con agua destilada.
3. Secar el electrodo con un pedazo de papel de rollo.
4. Vaciar el buffer de pH 7 en un vaso de precipitado de 50 ml.
5. Introducir el electrodo y agitador dentro del vaso con el buffer de pH 7.
6. Encender el agitador, presionando el botón "stirrer" localizado en "la torre" del titulador.
7. En el equipo de pH, presionar la tecla 2 "CALIBRATE PH".
8. Aparece la leyenda "2 ENTER NO. BUFFERS".
9. Presionar "YES".
10. Aparece "BUFFER 1", esperar hasta que aparezca la leyenda "READY ENTER VALUE".
11. Teclear el valor de 7.00 y luego presionar "YES".
12. Aparece "BUFFER 2".
13. Apagar el agitador, presionando el botón "stirrer".
14. Enjuagar el electrodo y agitador con agua destilada.
15. Secar el electrodo y agitador con un pedazo de papel de rollo.
16. Vaciar el buffer de pH 10 en un vaso de precipitado de 50 ml.
17. Introducir el electrodo y agitador dentro del vaso con el buffer de pH 10.
18. Encender el agitador, presionando el botón "stirrer".
19. Esperar hasta que aparezca la leyenda "READY ENTER VALUE".
20. Teclear el valor de 10.00 y luego presionar "YES".
21. Aparece la leyenda "MEAS PH" y luego "RDY CH1".
22. El equipo está listo para empezar a titular.

TITULACIÓN DEL BLANCO:

Realizar esta operación 1 o 2 horas antes de cualquier determinación. Los blancos se deben analizar el mismo día que las muestras. Durante todo el proceso se debe cuidar de no salpicar las paredes del vaso con material.

1. Limpiar perfectamente 3 vasos de precipitado de 250 ml.
2. Agregar lentamente 10 ml de xileno a cada uno de los vasos.
3. Agregar 25 ml de diclorometano a cada uno de los vasos.
4. Agregar 25 ml de la solución de catalizador a cada uno de los vasos.
5. Colocar uno de los vasos en la balanza analítica y tarar.
6. Agregar 10.30 gr $\pm$ 0.02 gr de agente para acetilación. Es muy importante que se respete éste rango.
7. Repetir esta operación para los otros dos vasos.
8. Colocar en forma cuidadosa una barra de agitación de 1" en cada uno de los vasos.
9. Asegurarse de que cada plancha de agitación esté apagada.
10. Colocar cada uno de los vasos en una plancha por separado.

**MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:**TARQ-1400
DETERMINACIÓN DE DELTA Y NÚMERO DE HIDROXILO

11. Agitar por 5 minutos.
12. Apagar la agitación. Agregar lentamente 20 ml de agente para hidrólisis a cada uno de los vasos.
13. Agitar por 15 minutos.
14. Apagar la agitación. Agregar lentamente 25 ml de THF a cada uno de los vasos.
15. Agitar por 5 minutos.
16. Suspender la agitación de uno de los vasos, mantener los otros dos agitando.
17. Titular con la solución de KOH 0.5N por el procedimiento del titulador automático Orion.
18. Registrar el volumen de la solución de KOH gastada hasta 0.01 ml.
19. Titular los blancos de los otros dos vasos.
20. Sacar el promedio de los ml gastados para neutralizar los blancos.
21. Registrar el promedio de los blancos como "B" en la sección de cálculos.

TITULACIÓN DE LA MUESTRA:

1. En un vaso de precipitado de 250 ml, pesar la cantidad requerida de muestra, de acuerdo a Tabla 1
2. Registrar el peso al menos hasta ± 0.001 gr.
3. Repetir la operación anterior para otras dos muestras adicionales (se hace por triplicado).
4. Agregar 10 ml de xileno a uno de los vasos y disolver la resina; si es necesario calentar ligeramente.
5. Repetir la operación para las otras dos muestras.
6. Agregar 25 ml de diclorometano a cada uno de los vasos.
7. Agregar 25 ml de la solución de catalizador a cada uno de los vasos.
8. Colocar uno de los vasos en la balanza analítica y tarar.
9. Agregar 10.30 gr ± 0.02 gr de agente para acetilación. Es muy importante que se respete éste rango.
10. Repetir esta operación para los otros dos vasos.
11. Colocar en forma cuidadosa una barra de agitación de 1" en cada uno de los vasos.
12. Asegurarse de que cada plancha de agitación esté apagada.
13. Colocar cada uno de los vasos en una plancha por separado.
14. Agitar por 5 minutos.
15. Apagar la agitación. Agregar lentamente 20 ml de agente para hidrólisis a cada uno de los vasos.
16. Agitar por 15 minutos.
17. Apagar la agitación. Agregar lentamente 25 ml de THF a cada uno de los vasos.
18. Agitar por 5 minutos.
19. Suspender la agitación de uno de los vasos, mantener los otros dos agitando.
20. Titular con la solución de KOH 0.5N por el procedimiento del titulador automático Orion.
21. Registrar el volumen de la solución de KOH gastada hasta 0.01 ml.
22. Registrar como "M" en la sección de cálculos.
23. Repetir para los otros dos vasos.

CÁLCULOS

$$\text{Delta} = [(B - M) (56.1) (N)] / W$$

donde:

B = ml de KOH requeridos para titular los blancos (el promedio)
M = ml de KOH requeridos para titular cada muestra
N = Normalidad de la solución de KOH
W = peso de la muestra (gr de muestra x %NV)

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:TARQ-1400
DETERMINACIÓN DE DELTA Y NÚMERO DE HIDROXILO

24. Calcular el Delta individual de cada una de las muestras y luego sacar el promedio.

$$\# \text{ de Hidroxilo} = \text{Delta} + \text{NA}$$

donde:

Delta = Delta promedio

NA = numero acido (base sólidos)

25. Registrar según [ES-AS-08](#) "Registro de resultados del manual de técnicas de análisis"

Tabla 1	
# OH esperado	gr mta (sólidos)
< 15	10
16 - 25	5
25 - 50	3
50 - 100	1.5
100 - 200	1
200 - 400	0.5
> 400	0.1