

**MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:****TARQ-673
DETERMINACION DE PESO MOLECULAR****TARQ:****DEFINICIÓN.**

Establece el método para determinar los valores de peso molecular (M_w , M_n , M_w/M_n , M_z) en resinas.

APARATOS y REACTIVOS.

- 1.- Cromatógrafo de líquidos con detector de índice de refracción.
- 2.- Columna (s) para GPC.
- 3.- Microjeringa de 50 o 100 μ l
- 4.- Tetrahidrofurano grado GPC
- 5.- Helio grado cromatográfico
- 6.- Matraces de aforación de 10 ml
- 7.- Balanza con precisión de 1 mg
- 8.- Estándares de poliestireno EasyCal PS-1
- 9.- Viales de vidrio de 10 ml
- 10.- Sistema de filtración por vacío.
- 11.- Membrana de filtración de PTFE de 0.5 μ (47 mm diámetro).

PROCEDIMIENTO.**Preparación del equipo:**

- 1.- Cerciorarse que hay suficiente THF en el reservorio de solvente del equipo; en caso contrario, armar el sistema de filtración por vacío y filtrar a través de una membrana de PTFE de 0.5 μ .
- 2.- Vaciar el THF filtrado en el reservorio.
- 3.- Abrir ligeramente la válvula del tanque de Helio, de tal manera que empiece a burbujear el THF del reservorio, desgasificar durante 15 minutos.
- 4.- Transcurridos los 15 minutos, cerrar la válvula del tanque del Helio.
- 5.- Encender el horno de la columna; seleccionar 30°C
- 6.- Encender la bomba del cromatógrafo; seleccionar 100% de solvente "B" o el que corresponda al THF
- 7.- Empezar el flujo con 0.2 ml/min. e ir aumentando hasta llegar a 1 ml/min.
- 8.- Dejar con flujo de 1 ml/min. hasta que la lectura del detector de índice de refracción esté constante.
- 9.- Si es necesario calibrar el equipo, continuar en 10; en caso contrario pasar a "Analizar muestra".
- 10.- Vaciar 2 ml. de THF (filtrado y desgasificado) en cada uno de dos viales de vidrio de 10 ml.
- 11.- Colocar una espátula de mezcla de estándares "MixA" en un vial y una espátula de mezcla de estándares "MixB" en el otro.
- 12.- Dejar reposar durante 25 - 30 minutos, agitar suavemente de vez en cuando.
- 13.- Encender las interfases y entrar al software del cromatógrafo.
- 14.- Identificar el método como "Calibración" y la muestra como "MixA"
- 15.- Con la microjeringa de 50 o 100 μ l, medir aprox. 30 μ l de la solución de estándares "MixA"
- 16.- Introducir la mezcla "MixA" a la válvula del inyector verificando que esté en posición "Load"
- 17.- Pasar la válvula a posición "Inject" y simultáneamente dar "Start Run" en la pantalla del software.
- 18.- Dejar que la corrida finalice (se graba automáticamente), registrar el nombre del archivo creado.
- 19.- Repetir los pasos 14 al 18 para la mezcla de estándares "MixB"
- 20.- Registrar los tiempos de retención de cada pico (estándar).
- 21.- Entrar al software de GPC; construir la curva de calibración con los valores de tiempo de retención

**MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:****TARQ-673
DETERMINACION DE PESO MOLECULAR**

y peso molecular de cada estándar.

22.- Grabar y registrar el nombre del archivo de calibración

Analizar muestra:

1.- En un matraz de aforación de 10 ml, pesar la cantidad de muestra de acuerdo a la siguiente fórmula

$$\text{peso de muestra} = 10 / \% \text{ de sólidos}$$

- 2.- Aforar a 10 ml. con THF (filtrado y desgasificado).
- 3.- Disolver suavemente la muestra con el THF.
- 4.- Entrar al software del cromatógrafo.
- 5.- Identificar el método como "Distribución de PM" y la muestra con la clave y lote particular.
- 6.- Con la microjeringa de 50 o 100 µl, medir aprox. 30 µl de la solución de la muestra.
- 7.- Introducir la solución de la muestra a la válvula del inyector verificando que esté en posición "Load"
- 8.- Pasar la válvula a posición "Inject" y simultáneamente dar "Start Run" en la pantalla del software.
- 9.- Dejar que la corrida finalice (se graba automáticamente y dura aproximadamente 7 minutos).
- 10.- Registrar el nombre del archivo creado.
- 11.- Entrar al software de GPC
- 12.- Teclear el nombre del archivo que corresponde a la muestra.
- 13.- Teclear el nombre del archivo de calibración.
- 14.- Ir a la sección de editar gráfica.
- 15.- Seleccionar el inicio y final de la curva de distribución.
- 16.- Ir a la sección de reportes.
- 17.- Registrar los valores de Mw, Mn, Mw/Mn y Mz (si se requiere, se puede imprimir el reporte).
- 18.- Si ya no hay muestras por analizar, enjuagar el sistema con varias inyecciones de THF limpio.
- 19.- Dejar que fluya el THF limpio hasta que la lectura del detector permanezca estable.
- 20.- Disminuir gradualmente el flujo de la bomba hasta 0.2 ml/min.
- 21.- Cerrar el software; apagar el horno de la columna y la bomba del cromatógrafo.
- 22.- Registrar según [ES-AS-08](#) "Registros de Resultados del Manual de Técnicas de Análisis"
- 23.- FIN.