

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:
TARQ-681
Cuantificación de TBC en monómeros vinílicos

TARQ:

DEFINICIÓN.

Establece la técnica para la determinación del contenido de inhibidor tert-butilcatecol (TBC) en estireno, viniltolueno, alfa metil estireno o materiales similares.

APARATOS y REACTIVOS.

- 1.- Matraces de aforación de 50ml y 100ml
- 2.- Pipetas graduadas de 5ml y 10 ml.
- 3.- Balanza analítica (resolución 0.1mg)
- 4.- Balanza de precisión (resolución 1mg)
- 5.- Frascos de vidrio de 150 ó 250ml
- 6.- Celda de vidrio de 10mm paso óptico x 50mm ancho x 50mm alto
- 7.- Espectrofotómetro (Datacolor 850 o equipo similar)
- 8.- Apertura MAV (20 mm)
- 9.- Agua destilada
- 10.- Tert-butilcatecol (TBC)
- 11.- Tolueno grado reactivo
- 12.- Metanol grado reactivo
- 13.- n-octanol grado reactivo
- 14.- Hidróxido de sodio (NaOH) grado reactivo
- 15.- Solución alcohólica de hidróxido de sodio (aprox 0.15N).- disolver 0.3gr de NaOH en 25ml de Metanol; agregar 25ml de n-octanol y 100µl de agua destilada. Permitir a esta solución madurar por 2 días antes de usar. Una vez preparada permanece estable durante 2 semanas.
- 16.- Solución Patrón de TBC (1000ppm).- en un matraz de aforación de 500ml, pesar 0.5 ± 0.0002 gr de TBC , (en balanza analítica), disolver y aforar a 500ml con Tolueno. Se recomienda almacenar en frasco ambar

PROCEDIMIENTO.

Preparar el instrumento para leer por transmisión (Puede usar las imágenes anexas como guía).

Si no requiere calibración pasar directo a “Análisis de muestra”

Conc. TBC (ppm)	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Soln. Patrón TBC (ml)	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5	5.0
Tolueno (ml)	49.5	49.0	48.5	48.0	47.5	47.0	46.5	46.0	45.5	45.0

Preparación de la Curva de Calibración:

1. De la tabla anterior, seleccionar la concentración teórica (o esperada) de la muestra; preparar ese estándar.
2. Preparar además dos estándares antes y dos estándares después de la concentración teórica de la muestra.
3. Identificar cada uno de cinco matraces de aforación de 50ml con las ppm que le corresponde a cada uno.
4. Agregar a cada uno de los matraces, los ml de Soln. Patrón de TBC y ml de Tolueno indicados en la tabla.
5. Mezclar.
6. Llenar la celda de vidrio con el material de prueba (colocar pegado frente a la esfera del equipo).
7. Colocar la apertura MAV en el frente del equipo.
8. Checar la Absorvancia (*Abs*) a 490nm; registrar como Absorvancia del Blanco “*Abs Bco*”.
9. Retirar la celda del equipo, vaciar el material, enjuagar con acetona y secar.
10. Agitar la solución alcohólica de NaOH
11. Agregar 1000µL de la solución alcohólica de NaOH al matraz de la primer dilución y agitar vigorosamente durante 30 seg
12. Agregarle 2000µl de Metanol y agitar vigorosamente durante 15 seg

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:
TARQ-681
Cuantificación de TBC en monómeros vinílicos

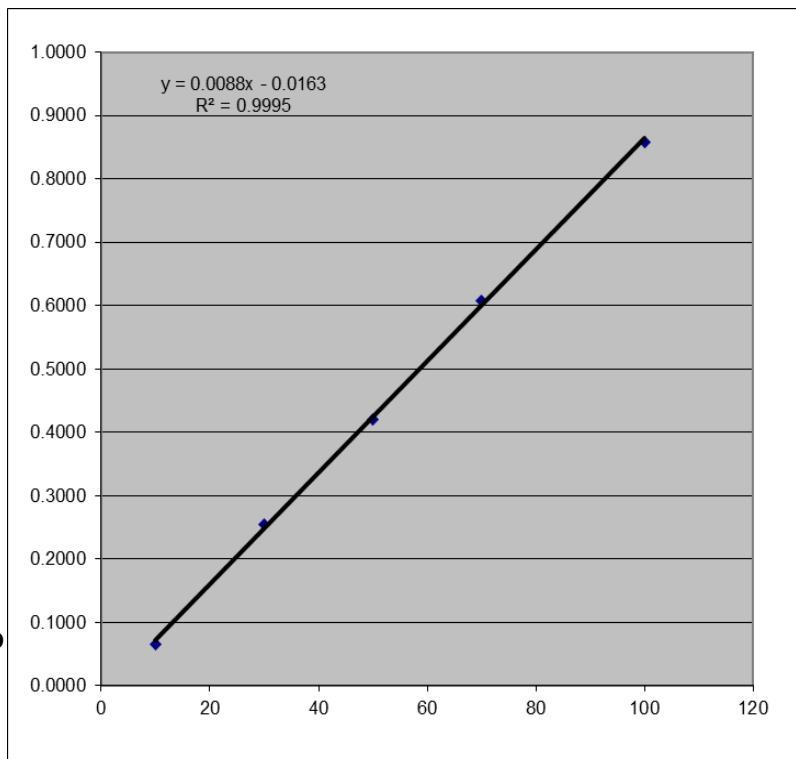
13. Checar la Absorvancia (*Abs*) a 490nm; registrar como Absorvancia del Standard "*Abs Std*"
14. Al valor de "*Abs Std*" restar el valor de "*Abs Bco*"; ésto es la "*Abs Corr*"
15. Repetir a partir del paso 11 para las otras 4 diluciones.
16. Vaciar los datos obtenidos en una hoja de cálculo de Excel
17. Graficar "*Abs Corr*" / ppm TBC
18. Hacer análisis de regresión para calcular la pendiente y la ordenada.
19. Guardar hoja de cálculo como "*Cálculo Conc de TBC*"

Análisis de muestra:

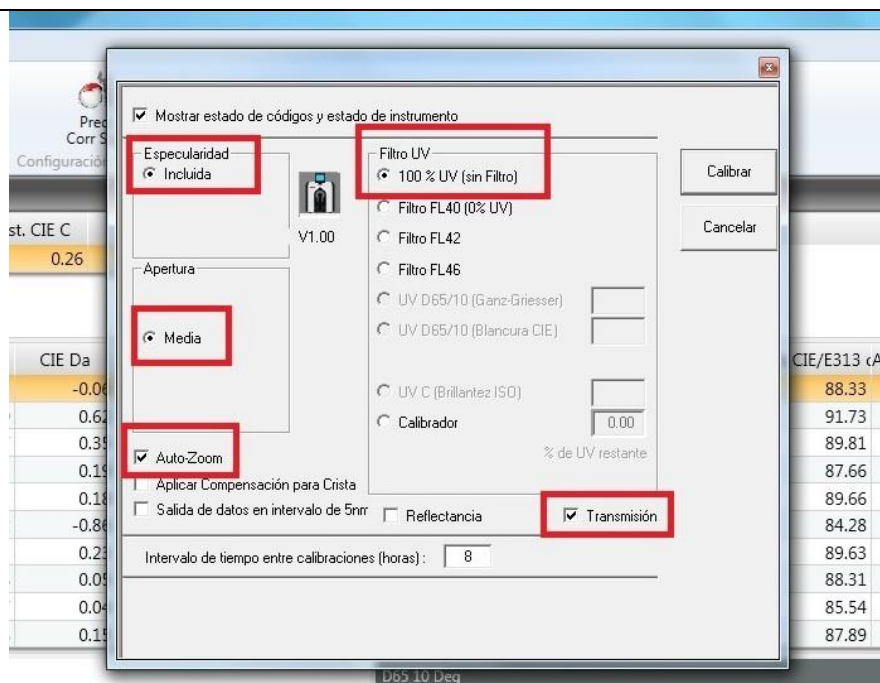
1. Llenar la celda de vidrio con el material de prueba (colocar pegado frente a la esfera del equipo).
2. Colocar la apertura MAV en el frente del equipo.
3. Checar la Absorvancia (*Abs*) a 490nm; registrar como Absorvancia del Blanco "*Abs Bco*".
4. Retirar la celda del equipo, vaciar el material, enjuagar con acetona y secar.
5. En un matraz de aforación de 50ml, aforar a la marca con el material de prueba.
6. Agregar 1000µl de la solución alcohólica de NaOH y agitar vigorosamente durante 30 seg.
7. Agregar 2000µl de Metanol y agitar vigorosamente durante 15 seg.
8. Checar la Absorvancia (*Abs*) a 490nm; registrar como Absorvancia de la muestra (*Abs Mta*).
9. Al valor de "*Abs Mta*" restar el valor de "*Abs Bco*"; ésto es la "*Abs Mta Corr*"
10. Teclear el valor obtenido de "*Abs Mta Corr*" en la hoja de cálculo de Excel "*Cálculo Conc de TBC*"
11. Registrar el valor obtenido como *conc de TBC* de la muestra.
12. Vaciar la muestra y limpiar la celda.
13. FIN

Ejemplo de curva de calibración y cálculo de resultados:

STD	<i>Abs Corr</i>
10	0.0661
30	0.2543
50	0.4200
70	0.6074
100	0.8588
pendiente	0.0088
ordenada	-0.0163
conc TBC (ppm)	30
<i>Abs Mta Corr</i>	0.2500


Guía para preparar el instrumento

MÉTODO: TARQ-681
DESCRIPCIÓN: Cuantificación de TBC en monómeros vinílicos



**Imagen 1 (seleccionar “Transmisión”; asegurar que las casillas señaladas esten marcadas).
Colocar apertura MAV (20 mm)**

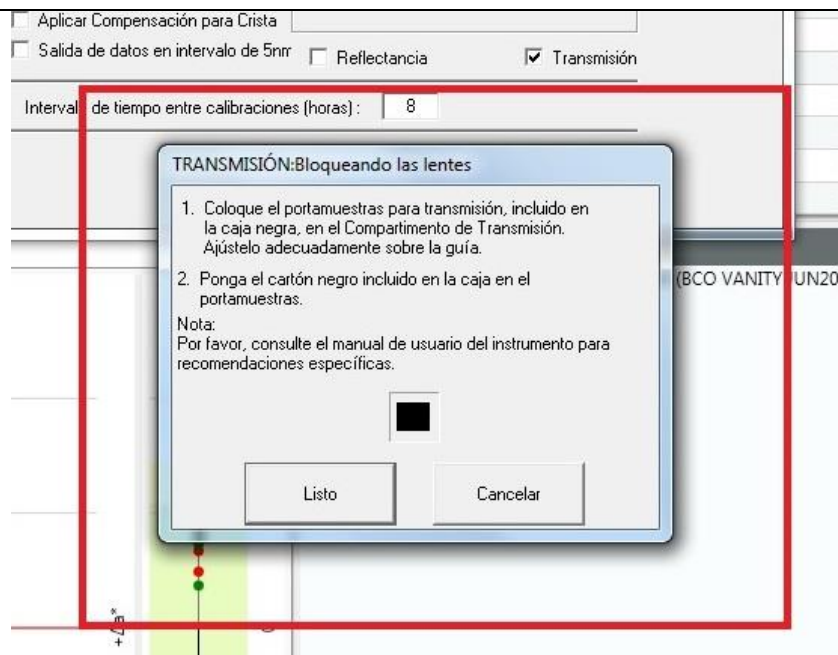


Imagen 2 (Seguir las indicaciones y presionar “Listo”)

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-681
Cuantificación de TBC en monómeros vinílicos

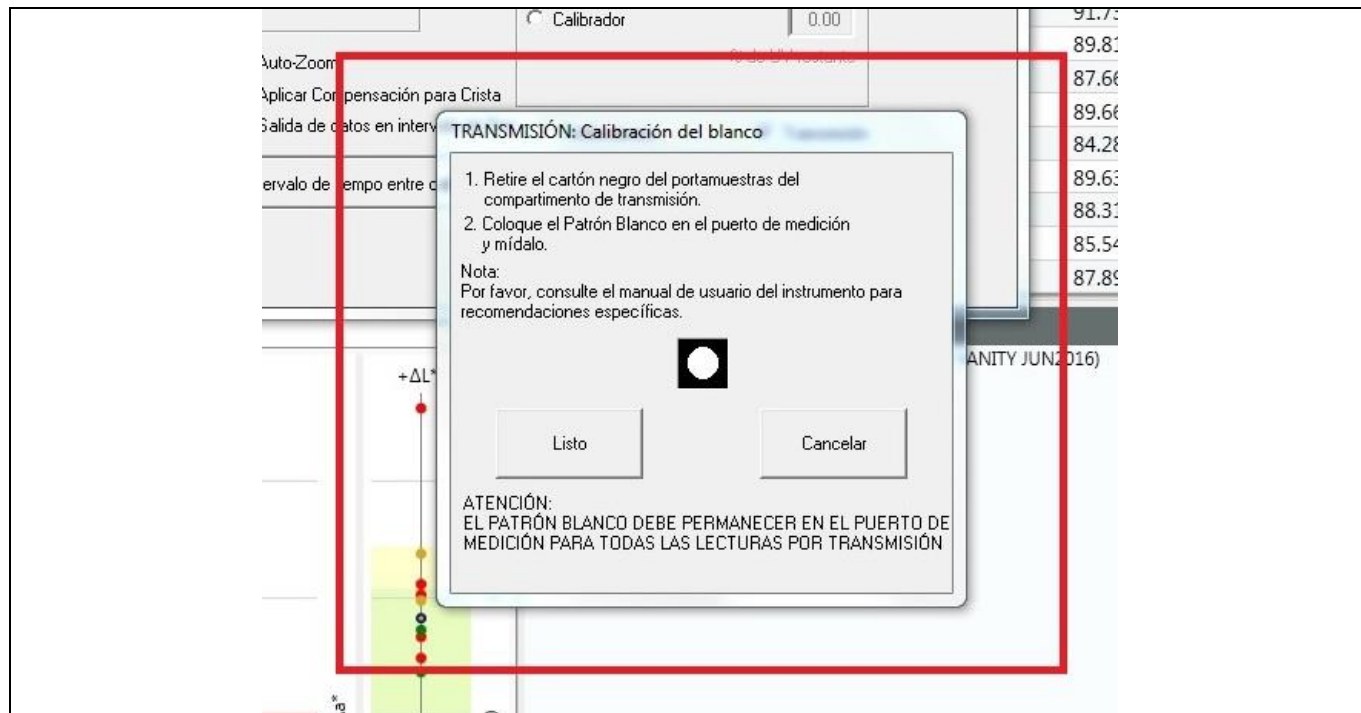


Imagen 3 (Seguir las indicaciones y presionar “Listo”)

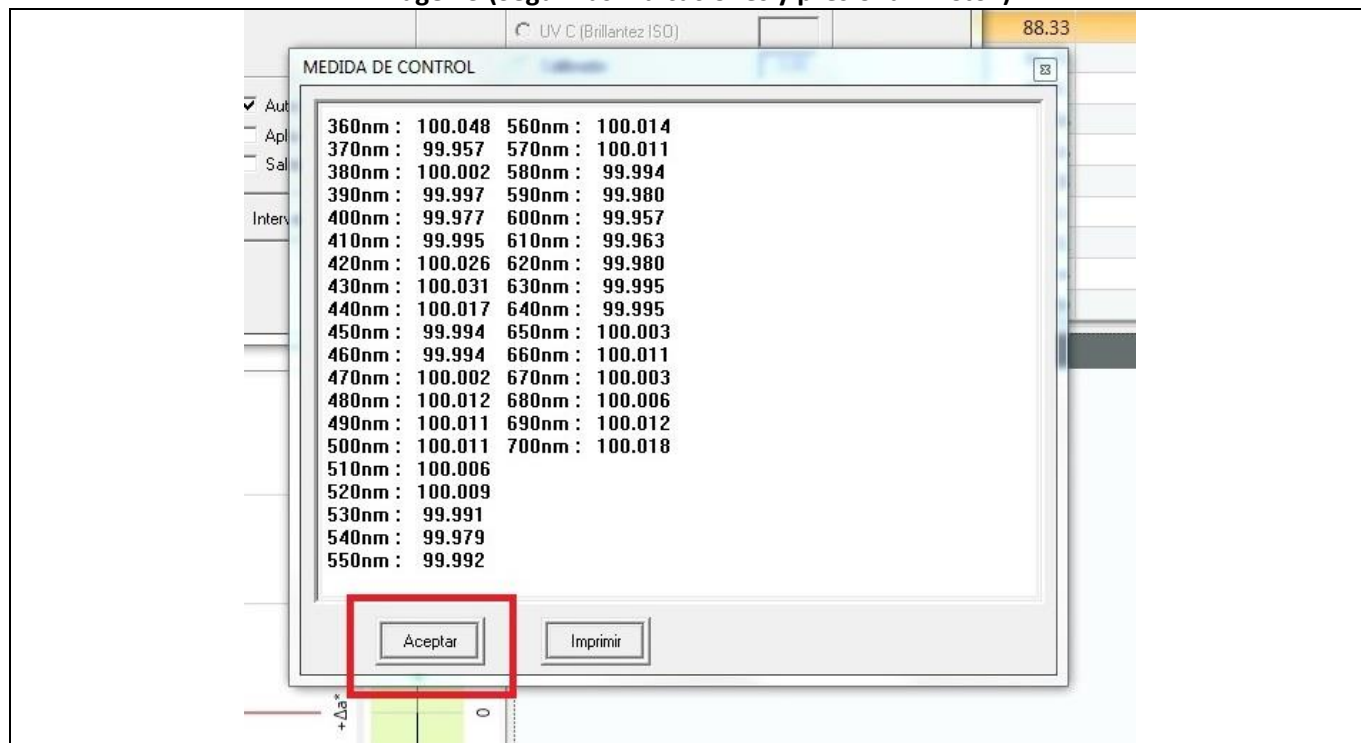


Imagen 4 (Presionar “Aceptar”)

MÉTODO: TARQ-681
DESCRIPCIÓN: Cuantificación de TBC en monómeros vinílicos

Guía para leer estándares y/o muestras:

- 1 - Colocar la celda con la muestra dentro del instrumento.
- 2 - Seguir las indicaciones a partir del punto 4 en la Imagen 7.
- 3 - Presionar **"Entrada Lote"**
- 4 - Teclear el nombre de la muestra -> Presionar OK
- 5 - Ir a Formularios de pantalla.
- 6 - Seleccionar **"%R 10 nm Hor. – 360-750" (%RH31X2.FRM)** -> Presionar OK
- 7 - Registrar el valor indicado en **Lote -> 490 nm**
- 8 - Calcular la concentración de TBC (usar hoja de cálculo de Excel **"Cálculo Conc de TBC"**)

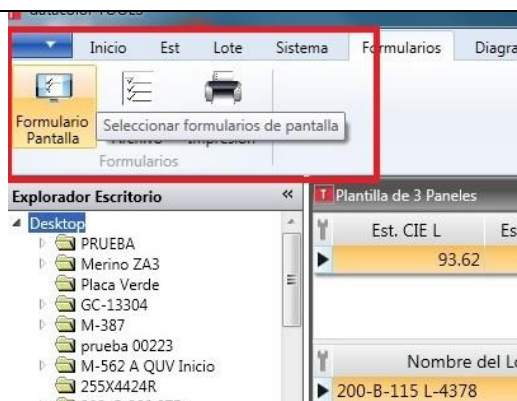


Imagen 5 (Seleccionar "Formularios de pantalla")

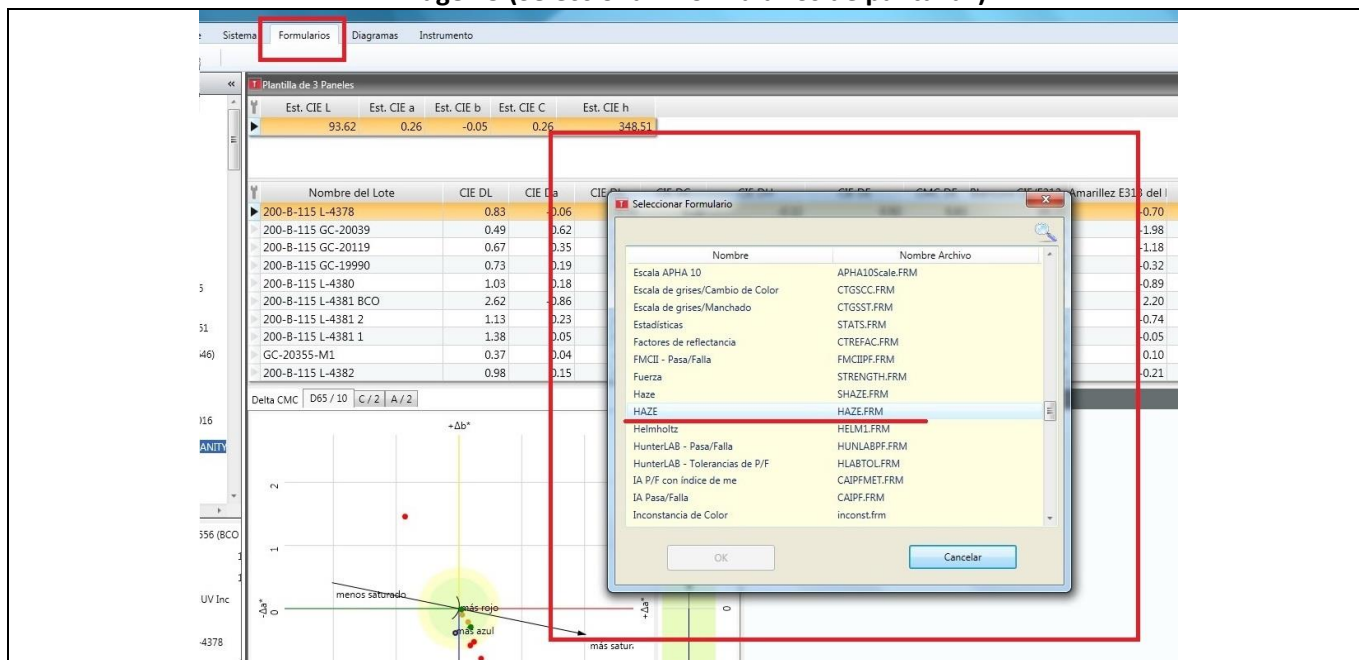


Imagen 6 (Seleccionar "HAZE.FRM" y presionar "OK")

MÉTODO: TARQ-681
DESCRIPCIÓN: Cuantificación de TBC en monómeros vinílicos

Cálculos de Haze

1. Disponga el instrumento para mediciones por transmitancia y calibre
 Condición actual del instrumento %T MAV SCI UV Inc NONE CORRELATED
2. Mida el estándar con la placa blanca en el instrumento
 Est. nuevo Agua Destilada tipo II celda grande 12-Ago-16 HAZE Haze del estándar
3. Mida el estándar con la trampa negra en el instrumento
 Translucidez Haze del lote
4. Mida el lote con la placa blanca en el instrumento
 Lote nuevo AH-05 prueba
5. Mida el lote con la trampa negra en el instrumento

Diferencia en Haze:

Nombre Lote
 Introduzca Nombre Nuevo:
 RR-392
 OK Cancelar

Imagen 7 (Pantalla para medición de STD y/o muestras)

Selecionar Formulario

Nombre	Nombre Archivo
% IR 10nm - 380- 1100 nm	IR_horiz.FRM
% IR Plot	IR_Plot.FRM
% IR Vertical 380-1100 nm	IR_vert.FRM
% Reflectance 10nm Hor	%RH31L.FRM
%R - IR Range	IR %R.FRM
%R 10 nm Hor - 360-750	%RH31X2.FRM
%R 10nm Hor - 360-700nm	%RH31X.FRM
About...	About.FRM
Adición 1 de fuerza	STRADD1.FRM
Adición de fuerza	STRADD.FRM
Aprendizaje IA P/F	DATTRAIN.FRM
Blancura CIE	CIEWHT.FRM
Blancura Stensby	STENSBY.FRM
Brightness CIE whiteness +/- UV	iso_cie_uv.FRM
Brillantez D65/R457	R457.FRM

OK Cancelar

Imagen 8 (Pantalla para leer resultados)

MÉTODO: TARQ-681
 DESCRIPCIÓN: Cuantificación de TBC en monómeros vinílicos

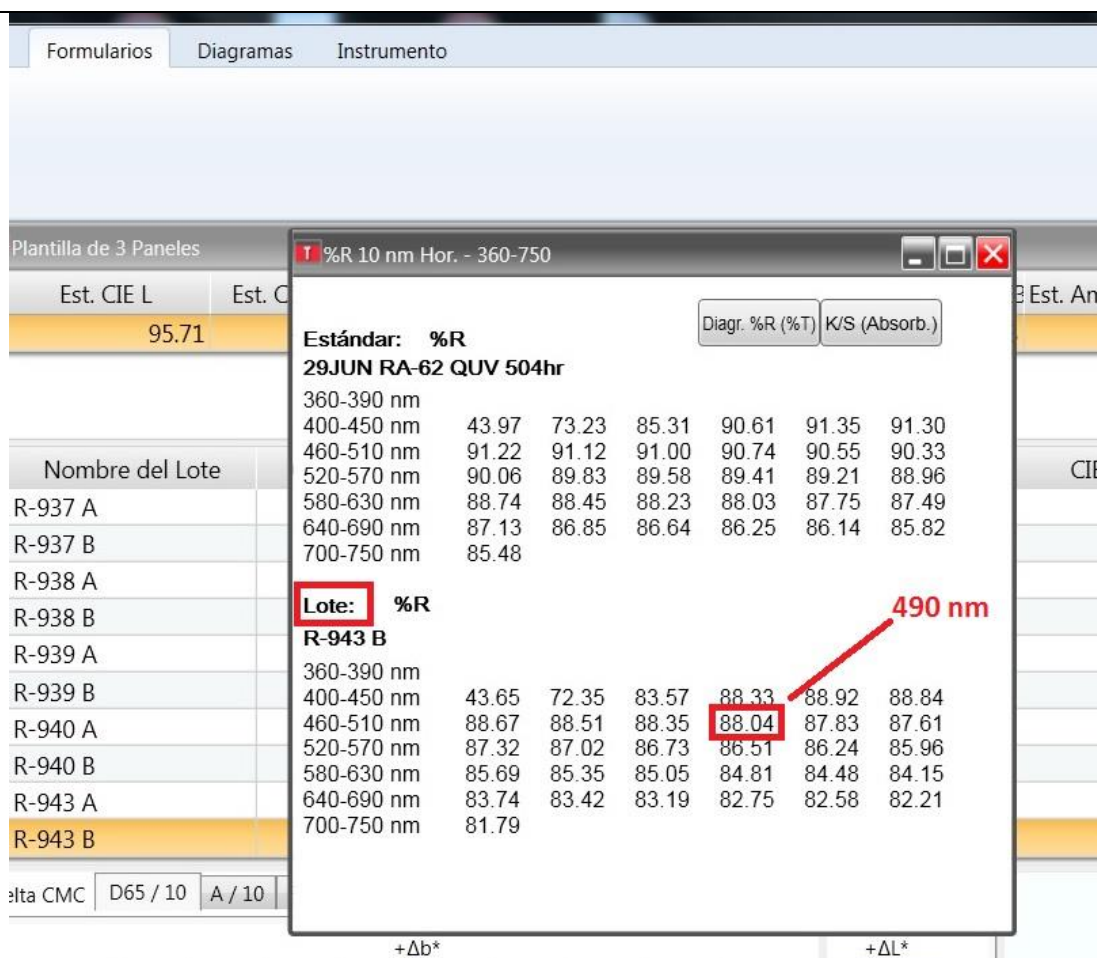


Imagen 9 (Registrar el valor a 490nm)