

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:**TARQ-683**
DETERMINACIÓN DE GLICOLES EN RESINAS POR CROMATOGRAFÍA DE GASES**TARQ:****DEFINICIÓN:**

Establece el procedimiento para determinar glicoles en resinas alquidal o poliéster, por cromatografía de gases.

APARATOS y REACTIVOS:

1. Matraces de destilación de 250ml.
2. Equipo de destilación
3. Embudos de separación de 250 ml
4. Soporte universal y pinzas para soporte
5. Plancha de calentamiento
6. Termómetro de 150°C o 260°C
7. Pipetas volumétricas de 1, 2, 5 y 10 ml.
8. Pipetas graduadas de 5 y 10 ml.
9. Probetas de 50 ml
10. Vasos de precipitado de 250 ml
11. Tiras reactivas para medir pH
12. Butilamina grado reactivo (puede ser Fisher # cat B415-500; Sigma # cat 471305-250ML; o similar)
13. Anhídrido acético grado reactivo
14. Cloroformo grado reactivo
15. Agua destilada
16. Isobutil-Isobutirato (IBIB)
17. Balanza analítica
18. Jeringa de vidrio para cromatografía de gases (Hamilton, 10µL, 701SN, 7cm)
19. Columna Elite Wax 30 mts x 0.25 mm diámetro interno (o equivalente)
20. Cromatógrafo de gases marca Perkin Elmer, modelo Clarus 500, detector FID o equipo similar
21. Estufa de calentamiento a 150 ± 2°C
22. Estándar interno de IBIB al 1% (En un matraz de aforación de 100 ml pesar 1 ± 0.001 gr de IBIB y aforar a 100 ml con Cloroformo).

CONDICIONES DEL EQUIPO:

Columna Elite Wax 30mts x 0.25mm diam interno

Detector: FID

Rango: 1

Autozero: ON

Temperatura (detector): 300°C

Atenuación (Attenuation): -5

Gas acarreador: Nitrógeno

Flujo de la columna: 1 ml/min (0 -> 25 min); 5 ml/min (25 -> fin)

Split Flow: 10ml/min.

CONDICIONES DE LA COLUMNA:

a) rampa: 50°C -> 225°C a 8°C/min (flujo de la columna 1 ml/min)

b) sostenido: 14 min @ 225°C (flujo de la columna 5 ml/min)

CONDICIONES DEL INYECTOR:

Temperatura de inyector: 330°C

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:**TARQ-683**
DETERMINACIÓN DE GLICOLES EN RESINAS POR CROMATOGRAFÍA DE GASES**PARÁMETROS DE PROCESO:**

Bunch Factor 1 points

Noise Threshold: 1 V

Area Threshold: 100.00 V

PROCEDIMIENTO:

1. Secar en estufa aprox 1 gr de muestra de resina (puede usar TARQ-200 o TARQ-210)
2. En un matraz de destilación de 250 ml pesar aprox 0.250 gr de sólidos de resina de prueba.
3. Agregar 10 ml de Butilamina
4. Preparar el equipo de destilación para trabajar por reflujo.
5. Reflujar durante 60 ± 5 minutos
6. Enfriar a temperatura ambiente
7. Agregar 25 ml de Anhídrido Acético por el tubo del condensador
8. Reflujar durante 90 ± 5 minutos
9. Enfriar a temperatura ambiente
10. Agregar 35 ml de Agua Destilada por el tubo del condensador
11. Reflujar durante 5 ± 1 minutos
12. Enfriar a temperatura ambiente
13. Transferir a un embudo de separación de 250 ml
14. Agregar 20 ml de Cloroformo
15. Tapar el embudo y mezclar vigorosamente
16. Colocar en el soporte y esperar a la separación de fases
17. Vaciar la fase orgánica (fase inferior) en un vaso de precipitado de 250 ml
18. Agregar 20 ml de Cloroformo a la fase acuosa que quedó en el embudo de separación
19. Tapar el embudo y mezclar vigorosamente.
20. Colocar en el soporte y esperar a la separación de fases
21. Vaciar la fase orgánica (fase inferior) al vaso de precipitado de 250 ml (del paso 17)
22. Transferir el contenido del vaso de precipitado (aprox 40 ml) a un embudo de separación de 250 ml limpio.
23. Agregar 200 ml de Agua Destilada
24. Tapar el embudo y mezclar vigorosamente.
25. Colocar en el soporte y esperar a la separación de fases
26. Vaciar la fase orgánica (fase inferior) al vaso de precipitado de 250 ml
27. Checar el pH de la fase acuosa con ayuda de una tira reactiva
28. Repetir los lavados con agua destilada (paso 23) hasta que el pH de la fase acuosa sea neutro
29. Vaciar la fase orgánica (fase inferior) a un matraz de aforación de 50 ml
30. Agregar 5 ml de estándar interno (IBIB al 1% en Cloroformo)
31. Aforar a 50 ml con cloroformo
32. Inyectar 1 μ L en el cromatógrafo
33. Determinar los glicoles presentes en la muestra (aunque los valores pueden variar, la Tabla 683-1 es una referencia de tiempos de retención de diferentes glicoles).
34. FIN

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-683
DETERMINACIÓN DE GLICOLES EN RESINAS POR CROMATOGRAFÍA DE GASES

TABLA 683-1

Componente	Tiempo de retención (minutos)
Isobutil-Isobutirato	3.80
Propilenglicol	9.68
Etilenglicol	10.17
Neopentilglicol	11.49
MPDiol	11.86
Dietilenglicol	16.12
Glicerina	17.35
Trimetilolpropano	19.82
Pentaeritritol	24.55