

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:**TARQ-684**
DETERMINACION DE COMPONENTES DE BAJO PESO MOLECULAR**TARQ:****DEFINICIÓN:**

Establece el método para determinar los componentes de bajo peso molecular en resinas y materiales varios, por medio de cromatografía de líquidos con columna de GPC. Los componentes de bajo peso molecular pueden ser oligómeros, monoglicéridos, diglicéridos, triglicéridos, etc.

APARATOS y REACTIVOS:

1. Cromatógrafo de líquidos con detector de índice de refracción.
2. Columna de 5µm, 100A, 300 mm x 7.5 mm (puede ser el código PL1110-6520 o su equivalente)
3. Guarda columna de 5µm, 50 mm x 7.5 mm (puede ser el código PL1110-1520 o su equivalente)
4. Microjeringa de 50 o 100 µl
5. Tetrahidrofurano grado GPC
6. Helio grado cromatográfico
7. Matraces de aforación de 10 ml
8. Viales de vidrio de 2 ml
9. Balanza con precisión de 1 mg
10. Estándares de poliestireno (pueden ser los códigos PSS-pskith, PSS-ps162, PSS-ps4.5k, o sus equivalentes)
11. Viales de vidrio de 10 ml
12. Sistema de filtración por vacío.
13. 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" ó 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. Pesar aprox 1-2 mg de los estándares seleccionados en viales de vidrio.
11. Vaciar 2 ml. de THF (filtrado y desgasificado) en cada uno de los viales de vidrio con los estándares.
12. Dejar reposar durante 25 - 30 minutos, agitar suavemente de vez en cuando.
13. Encender las interfases y entrar al software del cromatógrafo.
14. Con la microjeringa de 50 o 100 µl, medir aprox. 30 µl del primer estándar.
15. Introducir la aguja por la válvula del inyector, verificando que esté en posición "Load"
16. Mover la válvula a posición "Inject" y simultáneamente presionar "Start Run" en la pantalla del software.
17. Dejar que la corrida finalice (se graba automáticamente), registrar el nombre del archivo creado.
18. Repetir los pasos 14 al 17 para los demás estándares.
19. Registrar los tiempos de retención de cada pico de los estándares.
20. Construir curva de calibración con los valores de tiempo de retención y peso molecular de cada estándar.

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:
TARQ-684
DETERMINACION DE COMPONENTES DE BAJO PESO MOLECULAR
ANALIZAR MUESTRA:

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

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

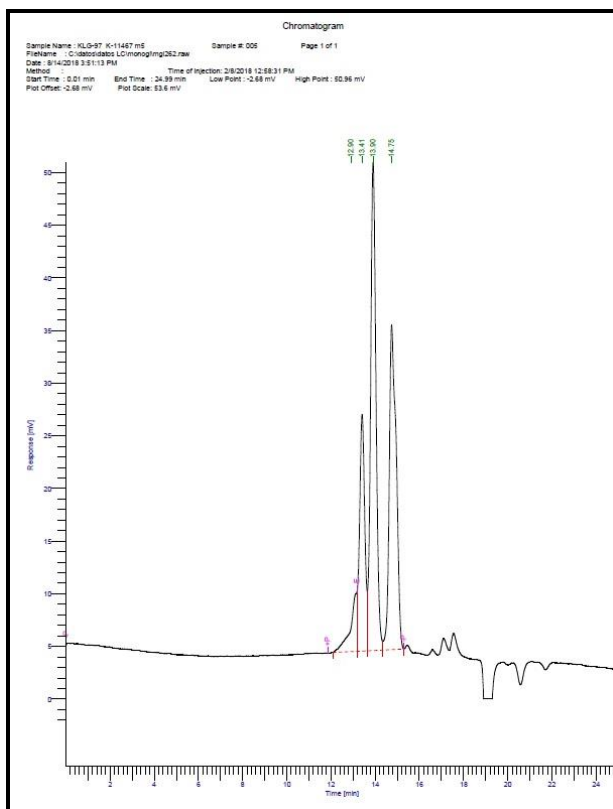
2. Aforar a 10 ml. con THF (filtrado y desgasificado).
3. Disolver suavemente la muestra con el THF.
4. Entrar al software del cromatógrafo.
5. Registrar la muestra con clave y lote.
6. Con la microjeringa de 50 o 100 µl, medir aprox. 30 µl de la solución de la muestra.
7. Introducir la aguja por la válvula del inyector, verificando que esté en posición "Load"
8. Mover la válvula a posición "Inject" y simultáneamente presionar "Start Run" en la pantalla del software.
9. Dejar que la corrida finalice (se graba automáticamente), registrar el nombre del archivo creado.
10. En la pantalla de resultados, abrir el archivo que corresponde a la muestra requerida.
11. Revisar el cromatograma, para verificar los tiempos de retención y áreas de los picos encontrados.
12. Ir a la tabla de resultados y registrar los valores de % de área para cada uno de los picos encontrados.
13. Si ya no hay muestras por analizar, enjuagar el sistema con varias inyecciones de THF limpio.
14. Dejar que fluya el THF limpio hasta que la lectura del detector permanezca estable.
15. Disminuir gradualmente el flujo de la bomba hasta 0.2 ml/min.
16. Cerrar el software; apagar el horno de la columna y la bomba del cromatógrafo.
17. Registrar según **ES-AS-08** "Registros de resultados del manual de técnicas de análisis"
18. FIN.

Raw Data File : C:\datos\datos LC\monogl\mgl262.raw Result File : C:\datos\datos LC\monogl\mgl262.rst [Editing in Progress] Inst Method : C:\metodos\metodos LC\monogl from C:\datos\datos LC\monogl\mgl262.raw Proc Method : C:\metodos\metodos LC\monogl from C:\datos\datos LC\monogl\mgl262.rst [Editing in Progress] Calib Method : C:\metodos\metodos LC\monogl from C:\datos\datos LC\monogl\mgl262.rst [Editing in Progress] Report Format File : C:\metodos\metodos LC\monogl.rpt Sequence File : C:\secuencias\Secuencias LC\monogl.seq							
DEFAULT REPORT							
Peak #	Time [min]	Area [µV·s]	Height [µV]	Area [%]	Norm. Area [%]	BL	Area/Height [s]
1	12.905	110841.52	2225.45	5.68	5.68	*BV	49.8064
2	13.407	375673.66	22475.23	19.25	19.25	*VV	16.7150
3	13.904	792777.09	46357.55	40.63	40.63	VV	17.1014
4	14.746	671907.05	30860.36	34.44	34.44	*VB	21.7725
		1951199.33	101918.59	100.00	100.00		

Ejemplo de reporte

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-684
DETERMINACION DE COMPONENTES DE BAJO PESO MOLECULAR



Ejemplo de gráfica