



REPORTE 322/2014

DIFICONSA, S.A. DE C.V.

**“DETERMINACIÓN DE PESO MOLECULAR POR GPC EN
RESINAY FIBRA DE POLIPROPILENO**

Responsable: M.C. María Teresa Rodríguez Hdz.

SALTILLO, COAHUILA 31 DE OCTUBRE DE 2014



31 de Octubre de 2014

DIFICONSA, S.A. DE C.V.

Atención: Ing. Elvira Escobar G.

ANTECEDENTES

La empresa **DIFICONSA, S.A. DE C.V.** solicitó al CIQA la caracterización de distribución de pesos moleculares por la técnica de Cromatografía de Permeación en Gel (GPC) en una resina y una fibra de Polipropileno (PP) identificadas como:

Muestra	Registro CIQA
Resina PP	LC14-406-1
Fibras PP	LC14-406-2

Para llevar a cabo los análisis se empleó la siguiente metodología experimental:



PARTE EXPERIMENTAL

I. Peso molecular (GPC).

La técnica de Cromatografía de permeación en Gel (GPC) o Cromatografía por exclusión por tamaño (SEC) es normalmente utilizada como un procedimiento analítico para separar moléculas por sus diferencias en tamaño y se pueden obtener pesos moleculares promedio (M_n , M_w) o información sobre su distribución de pesos moleculares (DPM). La técnica consiste en analizar soluciones de polímeros diluidas que son inyectadas por el equipo a la corriente de disolvente (fase móvil) que fluye en una columna empacada con un gel poroso entrecruzado (fase estacionaria) que es donde se realiza una separación por tamaños.

Preparación de las muestras. Se pesaron 15 mg de las muestras y se disolvieron en 10 ml. de 1,2,4-Triclorobenceno por 2 horas a 140 °C. Después la solución se filtró en filtros de acero inoxidable (0.5 μ) para eliminar material insoluble.

Condiciones de la determinación. Las soluciones de la muestra fueron inyectadas a un equipo de cromatografía de permeación en gel Alliance GPCV-2000 bajo las siguientes condiciones:

Temperatura: 140° C
Fase móvil: 1,2,4-Triclorobenceno
Volumen de inyección: 219.5 μ L
Columnas: 3 lineales.
Detectores: Índice de refracción (I.R.) y viscosimétrico

Curva de calibración. La curva de calibración fue construida con base en 10 estándares de poliestireno (PS), cuyos pesos moleculares varían desde 1950 hasta 3,250,000 los cuales fueron preparados bajo las mismas condiciones que las muestras.

La determinación de los diferentes promedios de peso molecular fue en base a la curva de calibración universal, las constantes de calibración utilizadas para poliestireno (PS) y polipropileno (PP) en 1,2,4-Triclorobenceno a 140°C



RESULTADOS

Se presentan los cromatogramas y curvas de distribución de peso molecular obtenidos por Cromatografía de permeación en Gel (GPC) en las figuras 1-2. En la Tabla 1 se presentan los resultados de peso molecular de las muestras. No se observaron diferencias significativas que pudieran indicar degradación entre la resina y las fibras. Lo anterior indica que durante el proceso el material no presenta degradación. Se recomienda realizar índice de fluidez a la resina y fibra y comparar los resultados con la hoja de especificación.

Tabla 1. Promedios de peso molecular de las muestras determinada por GPC.

Muestra	Mw	Mn	I.P.
Resina PP LC14-406-1	231 438	50 020	4.6
Fibras PP LC14-406-2	218 394	48 114	4.5

Mw = Peso molecular promedio en peso

Mn= Peso molecular promedio en número

I.P = índice de polidispersidad

Atentamente

Dra. Silvia Solís Rosales

Coordinadora del Laboratorio Central
de Instrumentación Analítica

M.C. Ma Teresa Rodríguez Hdz

L. C. de Instrumentación Analítica

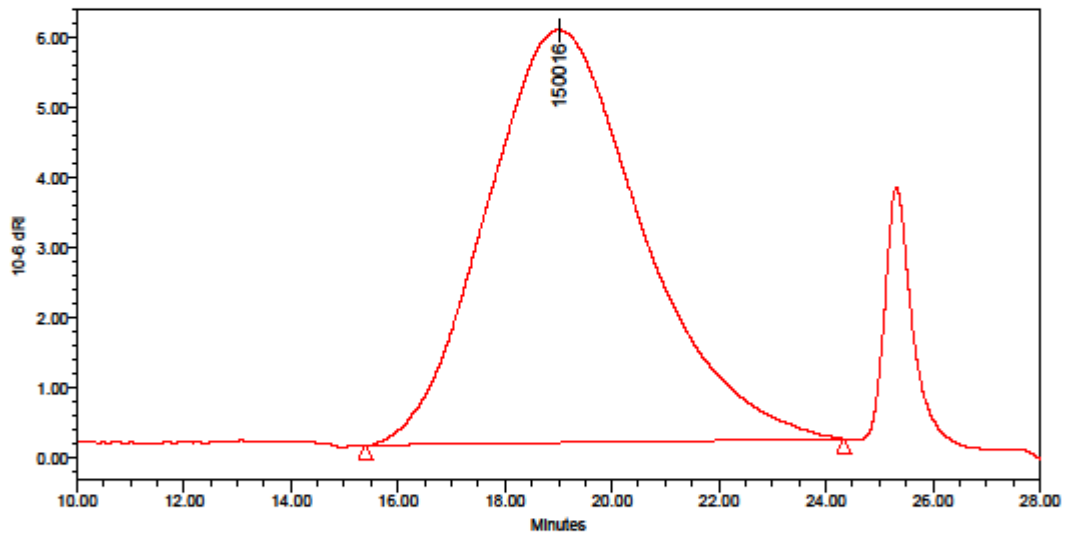
Nota: el presente informe se refiere única y exclusivamente a las muestras de material proporcionado por la empresa DIFICONSA, S.A. DE C.V



CENTRO DE INVESTIGACION EN QUIMICA APLICADA

SAMPLE INFORMATION

Sample Name:	LC14 406 1	Acquired By:	system
Sample Type:	Broad Unknown	Date Acquired:	10/31/2014 2:04:57 PM
Vial:	2	Acq. Method Set:	
Injection #:	1	Date Processed:	10/31/2014 4:52:14 PM
Injection Volume:	219.50 ul	Processing Method:	CURVA NOV 2014
Run Time:	55.0 Minutes	Channel Name:	Ch1
Sample Set Name:	311014 2	Proc. Chnl. Descr.:	Refractive Index



RESULTADOS

Dist Name	Mn	Mw	Mv	MP	Mz	Mz+1	Polydispersity	K	alpha
1	50020	231438	195631	150016	585505	1008086	4.626919	0.000242000	0.707000

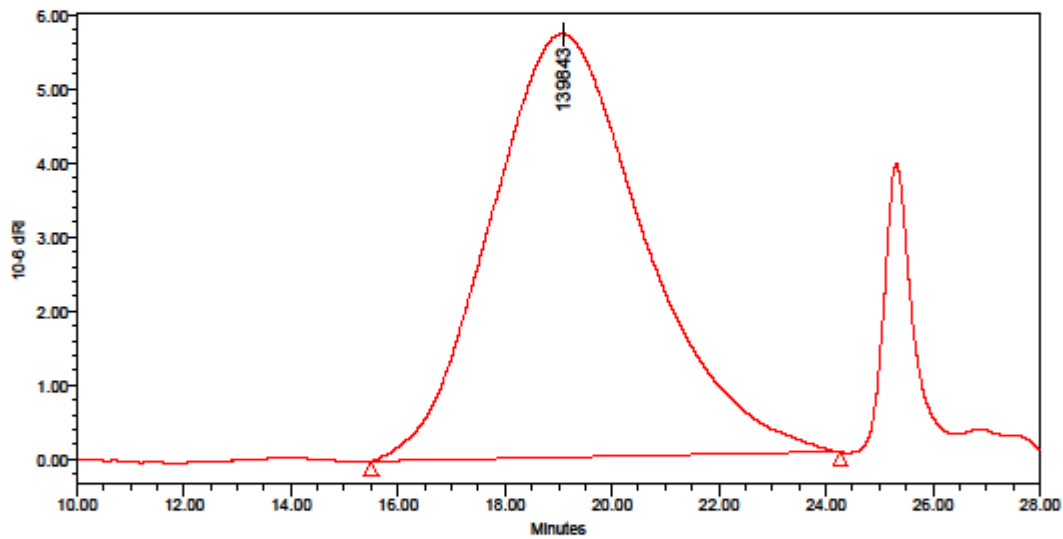
FIGURA 1



CENTRO DE INVESTIGACION EN QUIMICA APLICADA

SAMPLE INFORMATION

Sample Name:	LC14 406 2	Acquired By:	system
Sample Type:	Broad Unknown	Date Acquired:	10/31/2014 3:06:35 PM
Vial:	3	Acq. Method Set:	
Injection #:	1	Date Processed:	10/31/2014 4:51:58 PM
Injection Volume:	219.50 ul	Processing Method:	CURVA NOV 2014
Run Time:	55.0 Minutes	Channel Name:	Ch1
Sample Set Name:	311014 2	Proc. Chnl. Descr.:	Refractive Index



RESULTADOS

	Dist Name	Mn	Mw	Mv	MP	Mz	Mz+1	Polydispersity	K	alpha
1		48114	218398	184622	139843	558202	981298	4.539152	0.000242000	0.707000

FIGURA 2