

UNIVERSIDAD DE NAVARRA CIENCIAS QUÍMICAS	<u>ADITIVO PARA PLÁSTICOS (C)</u>	
ANÁLISIS DE MATERIALES		
Referencia : unimetod\aditiv2	Edición : 0	Fecha: 2/11/2005 Hoja 1 de 2

<i>CONTROLES</i>	<i>VALOR</i>
Índice de refracción	1.494 - 1.500
Contenido en Bario	4,5 – 5,5 %
Contenido en Zinc	1.5 - 2.1 %

ÍNDICE DE REFRACCIÓN:

Llenar el espacio del refractómetro de Abbé comprendido entre los dos prismas y realizar la lectura transcurridos al menos 5 minutos. La temperatura de lectura no debe sobrepasar en más o menos 2 °C respecto a 20 °C.

Cálculos:

$$n^t = n^{t'} + (t' - t)F$$

Donde:

n^t es el índice de refracción a la temperatura de 20°C

$n^{t'}$ es el índice de refracción a la temperatura de lectura t'

F es el factor de corrección por temperatura: $F = 0,00035$

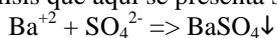
CONTENIDO EN BARIO^{1,2}:

Se pesan 3,00 g de muestra, se añade 30 mL de ácido clorhídrico 1:1 (**Cd2**) en un matraz de redondo de fondo plano y boca esmerilada o en un tubo cilíndrico con refrigerante de aire. Se calienta a reflujo a 190°C en el segundo caso durante 1 hora. Se enfría y se filtra por papel de filtro Whatman rápido. Se lava el filtro con agua destilada.

El filtrado se diluye a unos 200 mL con agua destilada y se neutralizan con Amoniac 25%, (**Cd3**) hasta pH 3,0 – 3,5. Se calienta hasta ebullición y se añade entonces 25 mL de sulfato sódico al 2 % (**Cd1**), despacio y agitando. Se tiene ½ hora precipitando casi a ebullición. Después se filtra por papel rápido. Se lava con unos 150 mL de agua

¹ En la fabricación de un plástico dirigido a uso concreto (juguetes, zapatos, etc.), se añaden al polímero una serie de aditivos cuyo fin es proporcionar a la materia prima las propiedades adecuadas para la aplicación a la que se destina. Entre estos aditivos (que tienen nombres comerciales) algunos tienen como misión proteger al plástico frente a la posible fotooxidación. El aditivo que nos ocupa cumple este cometido para el PVC y está formado fundamentalmente por mezclas de sales de cinc y bario de ácidos grasos. Por consiguiente, una manera (indirecta) de calcular el contenido en sales de ácidos grasos, consiste en determinar la concentración en bario y cinc.

² El análisis que aquí se presenta se basa en la insolubilidad del bario en presencia de sulfato:



En la primera parte se realiza una digestión con HCl a fin de destruir las sales de Ba y Zinc de los ácidos grasos. Después se añade el sulfato sódico a fin de precipitar el Ba (la finalidad del HCl es mantener el medio ácido para evitar la precipitación de hidróxidos de zinc que podrían interferir en el análisis).

UNIVERSIDAD DE NAVARRA CIENCIAS QUÍMICAS ANÁLISIS DE MATERIALES	<u>ADITIVO PARA PLÁSTICOS (C)</u>
Referencia : unimetod\aditiv2	Edición : 0
Fecha: 2/11/2005 Hoja 2 de 2	

destilada en varias veces (**se guarda el filtrado para determinar el Zinc**). El residuo de filtración se introduce en un crisol previamente calcinado y tarado, se calcina a 800°C durante 2 horas. Se enfrían los crisoles en un desecador y se pesan.

Cálculos:

$$\text{Ba (\%)} = \frac{P_r \cdot 58,868}{P_m}$$

Donde:

P_r , es el peso del residuo de calcinación

P_m , es el peso de la muestra

CONTENIDO EN ZINC³:

Se toma el filtrado anterior, se diluye hasta unos 500 mL con agua destilada y se pone a pH 10 mediante la adición de 10 mL de amoníaco 25%. Se añaden 30 mL de tampón $\text{NH}_3\text{-NH}_4^+$ (**Cd6**) y Negro de Eriocromo T como indicador. Se valora con EDTA 0,1 M (**Cd5**) hasta viraje de rojo vinoso a azul intenso.

Cálculos:

$$\text{Zn (\%)} = \frac{V \cdot M \cdot 6,535}{P}$$

Donde:

V, es el volumen (mL) consumido en la valoración

M, es la molaridad *exacta* del EDTA

P, es el peso (g) de la muestra tomada.

³ Una vez eliminada la interferencia del Bario, la valoración en Zinc se realiza a un pH entre 8 y 10, y con tampón de amoníaco. La función del amoníaco es aquí vital, puesto que actúa como complejante auxiliar evitando la precipitación de los hidróxidos de cinc (que a este pH son insolubles). Sin embargo, el pH no puede alcanzar valores más altos o más bajos, ya que la constante de formación condicional para el complejo Indicador-Zn no es suficientemente alta. (A pH bajo se protona el Indicador, mientras que a pH altos aparecen los hidroxocomplejos de Zn).