

MÉTODO ALTERNATIVO PARA LA DETERMINACIÓN DE ADITIVOS ANTIOXIDANTES EN POLIETILENO Y EN MASTERBATCH POR FTIR – LÍQUIDA

Mónica Arias^{1*}, Ana Valbuena², Ignacio Penichet¹, Betsy Martínez¹, Irama Piña²

1: Investigación y Desarrollo C. A. (INDESCA). Complejo Petroquímico Ana María Campos. Venezuela.

2: Departamento de Química. Facultad Experimental de Ciencias. La Universidad del Zulia (LUZ). Venezuela.

* E-mail: marias@indesca.com

Trabajo presentado en el XIII COLOQUIO VENEZOLANO DE POLÍMEROS, 11 al 14 de Mayo de 2009 (Naiguatá, Venezuela).

Selección de trabajos a cargo de los organizadores del evento.

Disponible en: www.polimeros.labb.usb.ve/RLMM/home.html

Abstract

In this work is proposed an alternative method for the quantitative determination of antioxidants additives (Irganox 1010, Irganox 1076 and 168 Irgafos) present in commercial samples of polyethylene (PE) and masterbatch (MB) using infrared with transformed of Fourier (FTIR) after extraction. The extraction of additives present in commercial PE and MB samples was carried out using techniques of extraction widely reported in the literature such as supercritical fluids (SPA), conventional reflux (HR) or Soxtec. From the proposed method was achieved determine the contents of additives in a period of 50 to 65 min, reducing analysis times more than 60 % and getting results with an error % < 6 %.

Keywords: Antioxidants additive, FTIR, Polyethylene, Masterbatch.

Palabras Claves: Aditivos antioxidantes, FTIR, Polietileno, Masterbatch.

1. INTRODUCCIÓN

El estudio de los aditivos empleados en las formulaciones poliméricas constituye una parte esencial en la industria de los plásticos, especialmente en el área de control de calidad y desarrollos científico-tecnológicos de poliolefinas, ya que de ello depende considerablemente las aplicaciones y propiedades que estos materiales puedan llegar a alcanzar [1]. Uno de los principales inconvenientes que presentan los métodos planteados en la literatura para la determinación de aditivos son los prolongados tiempos de análisis requeridos para las determinaciones. Por otra parte, generalmente los métodos empleados para la determinación de estos compuestos están basados en técnicas cromatográficas, principalmente por cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) [2,3]. Sin embargo el principal inconveniente de la HPLC es el elevado consumo de solventes y el alto costo de los insumos y equipos requeridos.

En el presente trabajo se propone el empleo de la técnica espectroscópica de FTIR para la rápida determinación cuantitativa de los aditivos antioxidantes I1010, I1076 e I168 en muestras de PE venezolanas y en muestras de MB.

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1.1 Materiales y Equipos

Se emplearon aditivos de referencia (I1010, I1076 e I168) proporcionados por CIBA (Brasil). Los solventes empleados en este trabajo (cloroformo, diclorometano, acetonitrilo y metanol) fueron grado HPLC. Muestras de PE de alta densidad (PEAD) y de baja densidad (PEBD) proporcionadas por POLINTER. Muestras desconocidas de MB. Sistema de extracción Soxtec marca Velp científica. Sistema de SFE marca Jasco. Espectrofotómetro FTIR modelo Spectrum 100 marca Perkin Elmer.

2.1.2 Procedimiento

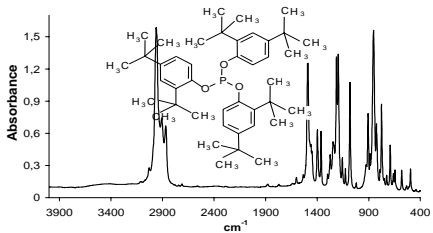
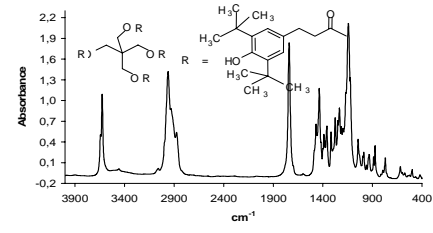
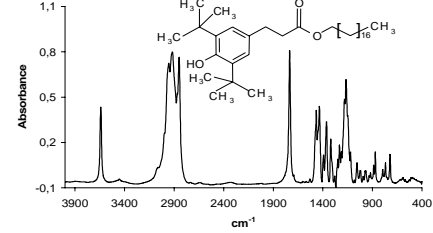
Inicialmente, se realizaron pruebas de solubilidad de los aditivos a estudiar a fin de establecer el solvente adecuado para el estudio. Luego se procedió a optimizar y seleccionar la técnica de extracción (RC, SFE y Soxtec) más adecuada para el análisis.

Se elaboraron curvas de calibración de cada uno de los aditivos estudiados en cloroformo, en un rango de concentración de 100 a 2000 mg/L. Para la cuantificación, se establecieron las bandas de interés para cada aditivo y luego se establecieron las líneas bases a emplear (Tabla 1).

Los aditivos extraídos de las muestras de PE y de

MB fueron disueltos en cloroformo para luego realizar su determinación por FTIR. Finalmente se estableció comparación entre los resultados obtenidos, a través del empleo de FTIR-líquida y de métodos tradicionales por HPLC.

Tabla 1. Espectros FTIR y condiciones espectroscópicas establecidas para el análisis de aditivos.

Espectro / Estructura Química	Aditivo/Banda/ Línea base (cm^{-1})
	Irgafos168 / 1081 / 1110–975
	Irganox 1010 / 1744 / 1780–1690
	Irganox 1076 / 1736 / 1880–1670

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los aditivos fueron extraídos de las muestras de PE y MB mediante el empleo de RC, SFE y Soxtec. La máxima recuperación (>95%) y el menor tiempo de extracción (45 min) se obtuvo al emplear la SFE [4].

A través del empleo de la FTIR se logró la rápida identificación (Tabla 1) y cuantificación (Tabla 2) de los aditivos estudiados. Este método permite la determinación de concentraciones de 0,01 a 1 % en 60 min aproximadamente. Los resultados obtenidos por FTIR son equivalentes con los obtenidos por HPLC. El límite de detección del método es de 0,01 % para los aditivos estudiados. El % de error determinado en todos los casos es similar al establecido por HPLC para este tipo de análisis <6% (Tabla 2). Con el empleo de la FTIR se logra disminuir notablemente los consumos de tiempo en

≈ 60% menos (FTIR ≈ 60 min, HPLC ≈ 210 min) y de solvente en ≈ 80 % menos.

Tabla 2. Determinación cuantitativa de los aditivos estudiados.

Muestras	Concentración $X \pm DS$ (% RSD) ^a		
	Irganox 1010 ^b	Irganox 1076	Irgafos 168
PEAD ^b	299,5 ± 11,3 mg/L (3,8)	---	635,8 ± 19,3 mg/L (3,0)
PEBD ^b	---	288,8 ± 15,3 % (5,3)	768,2 ± 17,2 mg/L (2,2)
MB ^c	33,1 ± 1,3 % (3,9)	---	67,9 ± 3,3 % (4,9)

^a % RSD = Porcentaje de Desviación Estándar Relativa (n= 6). ^b Concentración esperada en mg/L de I1010 o I1076 ≈ 333 y de I168 ≈ 666. ^c Concentración esperada en % de I1010 ≈ 33 y de I168 ≈ 67.

4. CONCLUSIONES

El método propuesto permite la rápida determinación cuantitativa de los aditivos antioxidantes I1010, I1076 e I168 presentes en muestras de PE y MB mediante el empleo de FTIR previa extracción con SFE, con un % de error < 6%.

5. AGRADECIMIENTOS

Al personal de la UCLM en España, a INDESCA, a LUZ y al FONACIT en Venezuela.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Zweifel H., *Plastics additives handbook*; Academic Press: Hanser Pub., Munich, 2001.
- [2] Gugumus F., *Inhibition of oxidation processes in organic materials*, Academic Press: Boca Raton (ed), Florida (USA), 1989.
- [3] Método 706, *Investigación y Desarrollo C.A.*, Segunda Edición, 2007.
- [4] Arias M., Penichet I., Martínez B., Ysambertt F., Bauza R., Ríos A., *Comparison of extraction techniques reflux, supercritical fluid, and soxtec for additives antioxidants from polyethylene*, artículo enviado para su arbitraje y posterior publicación, 2008.