

**UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTONOMA DE MEXICO**

---

FACULTAD DE QUIMICA



**NORMAS DE CALIDAD Y METODOS DE ANALISIS  
DE ALGUNOS MATERIALES DE USO FARMACEUTICO  
PROPUESTA PARA LA FARMACOPEA NACIONAL DE  
LOS ESTADOS UNIDOS MEXICANOS  
(PLASTICOS, HULES Y ALUMINIO)  
(MANCOMUNADO)**

**Tesis**

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE  
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO  
(FARMACIA)  
PRESENTAN

**RAMON ALEJO ALEJO  
MA. ALICIA CUELLAR LARA  
JOAQUIN RUIZ NEGRETE**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

CLAS TESIS 1978  
AÑO M. 17  
FECHA \_\_\_\_\_  
PRDC \_\_\_\_\_  
• \_\_\_\_\_



**JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE SEGUN EL TEMA:**

**PRESIDENTE: ETELVINA MEDRANO DE J.**

**VOCAL: MARIO MIRANDA CASTRO**

**SECRETARIO: RAFAEL ZENDEJAS G.**

**1er. SUPLENTE: ANDRES ZUÑIGA P.**

**2o. SUPLENTE: HECTOR J. JARA F.**

**SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:  
FACULTAD QUIMICA (UNAM)**

**NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DE LOS SUSTENTANTES:**

**RAMON ALEJO ALEJO**

**MA. ALICIA CUELLAR L.**

**JOAQUIN RUIZ NEGRETE**

**NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL ASESOR DEL TEMA:**

**RAFAEL ZENDEJAS GUIZAR**

A Nuestros Padres

y Hermanos

A Nuestros Maestros

Compañeros

y a Ti

Agradecemos la colaboración  
de Alcan. Aluminio, S. A. y  
a los Laboratories Abbot de  
México, S. A., por su ayuda  
a la realización de esta tesis

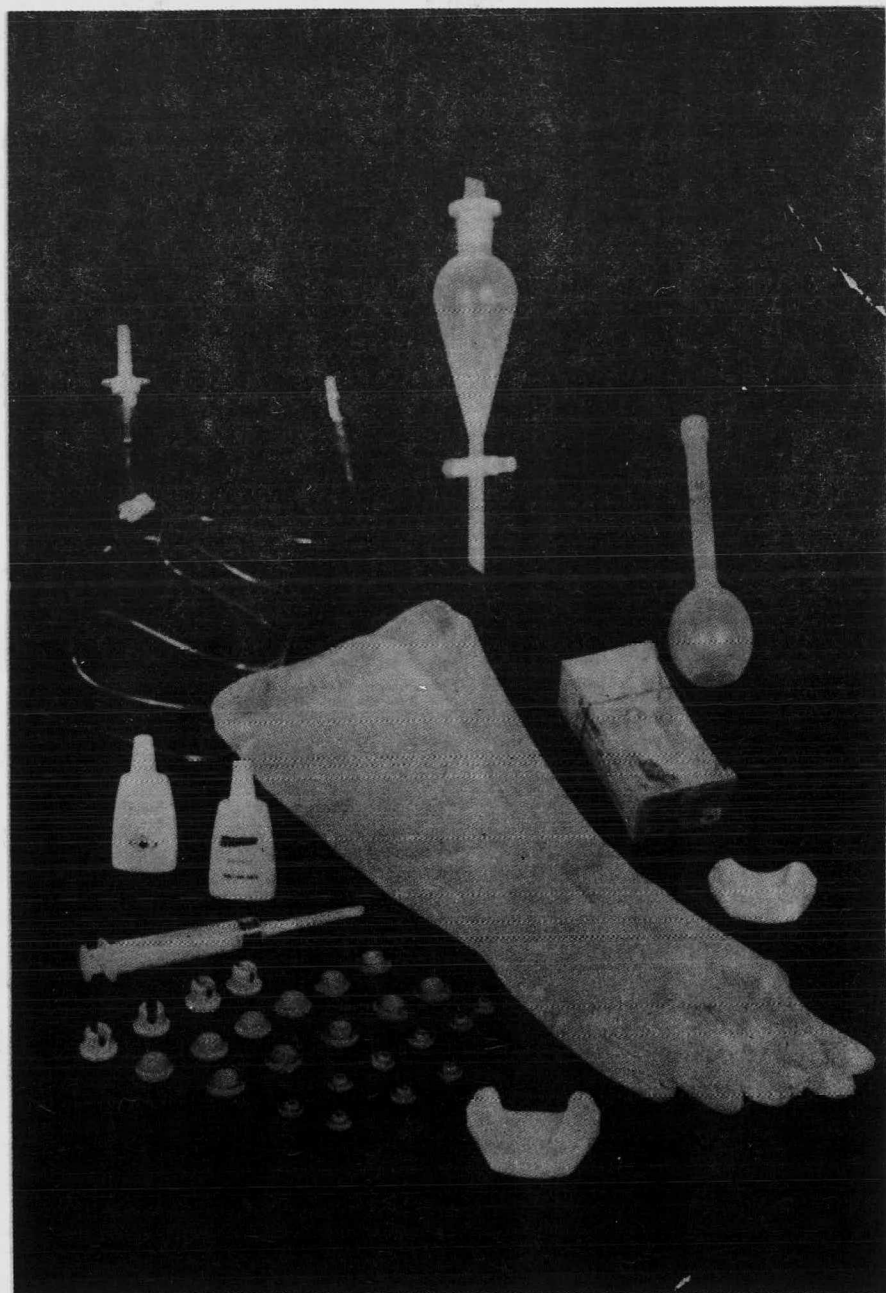
# TEMARIO

INTRODUCCION .....	10
I.—GENERALIDADES .....	12
A) Efectos de la interacción Plástico-Sistema Biológico .....	15
a) Efectos directos .....	15
Respuesta alérgica .....	16
Contacto a largo plazo .....	17
Respuesta Sistémica .....	18
Incompatibilidades Sangre-plástico .....	18
b) Toxicidad resultante del tratamiento del material .....	19
c) Efectos Indirectos .....	21
Permeación .....	21
Lixiviación .....	22
Absorción .....	23
Reacciones Químicas .....	23
Alteración del Material .....	23
II.—BREVE DESCRIPCION DE LOS MATERIALES .....	24
A) Aluminio .....	25
a) Propiedades .....	27
I) Físicas .....	28
II) Mecánicas .....	30
III) Resistencia a la Corrosión .....	33
IV) Propiedades de barrera .....	34
b) Compatibilidades e incompatibilidades del Aluminio .....	35
c) Tablas .....	35
B) ABS (Acrlonitrilo Butadieno Estireno ) .....	47
a) Monómeros .....	47
b) Propiedades de Resistencia Química .....	47
c) Resistencia al Medio Ambiente .....	48
d) Efectos de la Temperatura .....	48
e) Resistencia a la Flama y Fuego .....	48
C) BUTIL HULE .....	48
a) Estructura Química .....	48
b) Propiedades .....	49
D) CAUCHO NATURAL .....	49
a) Estructura Química .....	49
b) Disolventes .....	49
c) Efecto del calor .....	50
d) Reacciones Químicas (Oxidación) .....	50
e) Propiedades Físicas .....	50

E) CELOFAN .....	51
a) Estructura .....	51
b) Propiedades Físicas y Químicas .....	51
F) CLORURO DE POLIVINILO .....	52
a) Estructura Química .....	52
b) Propiedades .....	52
c) Propiedades Químicas .....	54
G) NEOPRENO .....	55
a) Estructura Química .....	55
b) Propiedades .....	55
c) Toxicidad .....	56
d) Usos .....	56
H) POLICARBONATOS .....	56
a) Estructura Química .....	57
b) Propiedades .....	57
c) Estabilidad .....	59
d) Aplicaciones .....	59
I) POLIETILENO .....	59
a) Estructura .....	59
b) Propiedades Físicoquímicas .....	59
c) Resistencia Química .....	60
J) POLIESTIRENO .....	62
a) Estructura Química .....	62
b) Tipos de Poliestireno .....	62
c) Propiedades Físicas .....	63
d) Usos .....	65
K) POLIPROPILENO .....	65
a) Estructura Química .....	65
b) Propiedades Físicas .....	66
c) Propiedades Químicas .....	66
d) Usos .....	67
III.—METODOLOGIA ANALITICA .....	68
1) Pruebas Mecánicas .....	68
2) Pruebas Ópticas .....	75
3) Pruebas de Estabilidad Física .....	76
4) Identificación de Materiales Plásticos .....	79
Preparación de la muestra .....	79
a) Preparación de Películas Usando Planchas de I.R. ....	79
b) Preparación de Películas Usando Solventes .....	79
c) Preparación de la Muestra por Pirólisis Graduada ....	80
5) Densidad .....	80
a) Método I: Método de Picnómetro .....	80
b) Método II: Método de Columna .....	80



6) Residuos de Ignición .....	84
7) Arsénico .....	84
8) Azufre Total .....	87
9) Bario .....	87
10) Carbonatos .....	88
11) Cobre .....	89
12) Cromo .....	90
13) Estaño .....	91
14) Fierro .....	93
15) Mercurio .....	94
16) Metales Pesados .....	95
17) Nitrógeno .....	96
18) Níquel .....	97
19) Sílice .....	98
20) Sulfatos .....	99
21) Titanio (como Dióxido de Titanio) .....	100
22) Zinc .....	102
23) Oxido de Etileno Residual .....	104
24) Absorción U.V. en Isoctano .....	105
25) Sustancias Extractables .....	105
26) Cambio de pH .....	107
27) Sustancias Extractables Totales en Solución .....	107
28) Absorción de Agua .....	110
a) Aparatos .....	110
b) Especimen de Prueba .....	110
c) Acondicionamiento .....	111
d) Procedimiento .....	111
e) Reacondicionamiento .....	113
f) Cálculos y Reporte .....	113
29) Envejecimiento, Resistencia a la luz U.V. ....	114
30) Pruebas Biológicas .....	115
Definiciones .....	115
Medio de Extracción .....	115
Aparatos .....	116
Preparación de Aparatos .....	116
Procedimiento .....	116
a) Prueba de Inyección Sistémica .....	117
b) Prueba Intracutánea .....	118
c) Prueba de Implantación .....	119
IV.—ESPECIFICACIONES Y ESPECTROS I.R. ....	121
V.—APLICACIONES .....	144
VI.—CONCLUSIONES .....	153
BIBLIOGRAFIA .....	154



# INTRODUCCION

El motivo de este trabajo es reunir información acerca de los principales plásticos, hules y aluminio en los artículos médico-farmacéuticos, tales como los recipientes de uso primario, secundario, los equipos especiales para venoclisis, las jeringas, tapones y artículos de ingeniería biomédica.

Una información adecuada y su evaluación puede evitar ciertas incompatibilidades entre el producto y el material, como la inactivación del principio activo, la pérdida de estabilidad química o física, la adsorción o absorción de los componentes del producto, interferencia en el análisis o bien originar toxicidad.

Para evitar esos problemas sugerimos establecer ciertas normas de calidad que deben cumplir los materiales citados; siendo la finalidad del trabajo.

Para poder lograrla dividimos el trabajo en varios capítulos.

En el primer capítulo se dan las generalidades de los materiales, indicando qué son, la importancia de la relación estructura-propiedades y su obtención.

En el segundo capítulo se trata en forma de descripción los materiales elegidos, por considerarlos de mayor uso; mencionando, qué son, su estructura química y sus propiedades características.

El tercer capítulo se refiere a la metodología analítica en detalle, especificando en cada método su fundamento. Se describen de manera general para que puedan ser ensayados en cualquier tipo de artículo. Se incluyen también las pruebas biológicas, las cuales tienen el propósito de determinar la reacción del tejido vivo con porciones de material plástico

o los extractos del mismo, y poder tomar un criterio acerca de los materiales si son adecuados o no para un uso en especial. Se incluyen también las pruebas de implantación, la inyección sistémica y la prueba intracutánea. (Braice).

De esta manera tratamos de reunir la mayor información de los materiales elegidos, para poder sugerir las normas de calidad, que dependerán de la composición del material, de su tecnología de fabricación y del uso que se les desea dar.

Esperamos que el presente sea de utilidad para la Industria Farmacéutica y además para entender la importancia del control de los materiales tratados en este trabajo.

## CAPITULO I

# GENERALIDADES

Un polímero es una molécula de gran tamaño resultante de las uniones covalentes C-C, de unidades químicas más pequeñas llamadas monómeros. Dependiendo de la funcionalidad y de la variedad de monómeros de que se parta, del grado de polimerización (peso molecular) obtenido, así como del tipo y concentración de aditivos que se empleen en la elaboración de un material plástico se obtendrán variaciones en las propiedades de los diferentes materiales obtenidos.

De acuerdo a la repetición de los monómeros y a su acomodo podemos encontrar diferentes estructuras de los polímeros, entre las cuales están la lineal, la ramificada y la entrecruzada.



Asociada a la estructura encontramos los diferentes grados de flexibilidad, los cuales dependerán de las interacciones entre las moléculas, que podrán ser fuerzas débiles de Vander Waals, o fuerzas eléctricas fuertes asociadas con grupos funcionales, si están presentes. Ejemplo, puente de Hidrógeno. También asociada a su estructura encontramos que los plásticos pueden ser termoplásticos y plásticos termoestables, de acuerdo a su comportamiento ante el calor, siendo los **Termoplásticos**; aquéllos materiales que al aplicarles calor pueden ablandarse, y esto es debido

a que se incrementa el movimiento molecular, el cual aumenta al incrementarse la temperatura hasta que las moléculas son libres de deslizarse una sobre otra con el flujo parecido al de un líquido.

Ejemplo: Polietileno, poliestireno, nylon.

Los plásticos **Termoestables** tienen estructura entre-cruzada, donde los segmentos de una cadena individual están químicamente unidos a otra, al aplicarles calor no existe gran movimiento en la cadena y los polímeros no se ablandan.

Ejemplo: Los polímeros de fenol o urea formaldehído y el polietileno entrecruzado.

Las propiedades de los polímeros están relacionadas con la longitud de la cadena por lo que será importante cuantificar esta característica y se hará a través de su peso molecular y de su grado de polimerización (número de monómeros en el polímero y están relacionados como sigue:

$$P.M. (\text{polímero}) = G.P. \times P.M. (\text{monómero})$$

Donde G.P. es el grado de polimerización del polímero.

Mientras mayor sea el grado de polimerización, mayor será el peso y el tamaño del polímero, habiendo una mayor oportunidad de interacciones moleculares.

La metodología para su cuantificación, aún se encuentra en proceso de desarrollo, por lo que no se tiene un método que abarque todos los polímeros. El método más moderno empleado actualmente es el de "Cromatografía Alta Presión", aunque su costo es elevado, y no está al alcance de cualquier laboratorio.

Para proporcionar a los plásticos las propiedades adecuadas en su uso y su tratamiento se suelen adicionar plastificantes, rellenos y colorantes.

**Plastificantes:** Son compuestos químicos o resinas añadidas para mejorar la capacidad de moldeo, aumentar la plasticidad, flexibilidad y la resistencia a la humedad, a los compuestos químicos y a los agentes atmosféricos.

**Rellenos:** Se usan para dar al producto las propiedades mecánicas y eléctricas deseadas, para mejorar la estabilidad interna que también aumenta la resistencia. Se pueden usar: Harina de madera, asbestos,

harina de mármol, aserrín, yute, cáñamo, corcho, molido, barra de algodón, pulpa de madera, harina de cáscara de nuez y creta. Para refuerzo se usan rellenos de fibras de madera, de algodón, de vidrio, de cáñamo, asbestos y pulpa de madera. Para aumentar la dureza se usan carburos metálicos, carborundo, cuarzo y mica.

La función de otros rellenos es comunicar la resistencia al calor, al agua y a los agentes químicos y para ésto se usan asbestos, grafito, polvos metálicos, diatomita, cuarzo, arena, óxidos metálicos y diversos metales pulverizados.

**Colorantes:** Se añaden para obtener colores deseados, pueden ser también materiales de relleno, estas varían mucho por existir gran cantidad de diversos plásticos.

**Estabilizadores:** Se añaden para aumentar la resistencia de alguna fuerza degradante externa como la luz, U.V., y el calor.

Por ejemplo: El dialurato de dibutilestano inhibe la descomposición al plástico "PVC", durante el calentamiento, el sacilato de fenilo retarda la degradación de los plásticos celulósicos por la luz solar.

**Lubricantes:** Son por lo general jabones metálicos insolubles como el estearato de calcio, se añaden para facilitar la operación de sacar la pieza de la matriz después de que se ha moldeado.

La mayoría de los materiales plásticos empleados en el campo médico como recipientes, envases, jeringas, tapones, equipos especiales para venoclisis, deben tener una cantidad relativamente baja de los ingredientes antes mencionados, ya que mientras mayor sean estas cantidades, mayor será el riesgo de toxicidad y reactividad.

El método de fabricación de los recipientes involucra altas temperaturas y altas tensiones sobre el material ocasionando de esta manera disminución del peso molecular y como esto afecta directamente la resistencia del material, podemos encontrar pérdidas en las propiedades esperadas entre las cuales están el grado de cristalinidad, resistencia al impacto, fragilidad, así como sus dimensiones que pueden ser afectadas por contracciones indebidas.

Ciertas preparaciones farmacéuticas deben ser estériles por lo que es importante la elección de métodos adecuados de esterilización y de limpieza de los recipientes.

El método de esterilización elegido no debe alterar las propiedades del recipiente ni dejar residuos indeseables o formar nuevas impurezas inaceptables ya que en concentraciones suficientes, pueden ser peligrosos. Se ha usado con éxito como método de esterilización el calor húmedo, el óxido de etileno y las radiaciones penetrantes.

Con el fin de descubrir cualquier efecto farmacológico perjudicial será necesario hacer ensayos en una o varias especies de animales con extractos acuosos concentrados del material plástico.

#### **A).—Efectos de la Interacción Plástico-Sistema Biológico: ✓**

Al estar en contacto los materiales plásticos con los sistemas biológicos pueden presentarse diferentes efectos farmacológicos que pueden ser causados por el material mismo o el sistema biológico puede alterar el material de tal manera que ya no pueda funcionar más como se había planeado originalmente.

#### **a).—Efectos Directos: ✓**

Contacto a corto plazo: Los aparatos plásticos en contacto con los tejidos corporales pueden liberar un constituyente, el cual provoque una respuesta tisular, generalmente el agente tóxico es un contaminante o un constituyente del plástico el cual migra hacia el tejido adyacente a éste. Para la mayoría la respuesta es localizada y puede considerársele como un irritante primario proveniente no del polímero en sí, sino de otros agentes químicos los cuales son liberados en el tejido.

En estudios realizados se ha encontrado que la mayoría de los plastificantes producen una respuesta tisular si entra en los tejidos una concentración suficiente del compuesto.

En la siguiente tabla se muestran los efectos de los plastificantes de ftaloésteres, todos los ésteres con la excepción del dicaprilftalato producen respuestas tanto moderadas como marcadas, comparables a aquéllas producidas por el control de alcohol etílico 20%.

La cantidad de éstos plastificantes liberada tiende a ser limitada, por lo tanto, en general, se detecta una pequeña respuesta tisular. Sin embargo en cualquier momento, el plastificante puede actuar como acarreador de un aditivo más tóxico del plástico, promoviendo la migración del segundo agente hacia el tejido.

Tabla I, respuesta irritante en conejos hacia inyecciones intradérmicas de ftaloésteres (plastificantes).



## GRADO DE EXTRAVASACION } NO

Ester	10 min.	15 min.	26 min.
Dimetilftalato	++	+++	+++
Dietilftalato	+++	+++	+++
Dibutilftalato	+	+	++
Di-isobutilfitalato	—	—	++
Di-(metoxietil) ftalato	++	++	++
Butilbencilftalato	—	+	++
Di-(2 etoxietil) ftalato	+++	+++	+++
NaCl al 0.85 % (C. negativo)	—	—	—
Et-OH al 20 % (C. positivo)	+++	+++	+++
Dicaprilftalato	+	+	+

Respuesta inflamatoria indicada por el grado de extravación del tinte.

— negativo (no hay color)

+ ligero

++ moderado

+++ marcado

### Respuesta Alérgica: ✓

Las respuestas alérgicas potenciales generalmente provienen de algunos productos químicos usados en la manufactura de plásticos. Ocasionalmente, uno de estos agentes puede permanecer en el plástico terminado y al estar en contacto con los tejidos puede ser liberado para desarrollar una cadena de sucesos que dan como resultado una respuesta alérgica.

Las dentaduras acrílicas han producido respuestas alérgicas en ciertos pacientes, debido con frecuencia a la presencia de un monómero en la dentadura terminada. Generalmente se había pensado que las resinas curadas por calor no conducían a una respuesta alérgica, puesto que no estaba presente el monómero activo. Sin embargo, ha habido reportes de que aún las resinas acrílicas curadas por calor, pueden sensibilizar a los pacientes, probablemente debido a la presencia de cantidades residuales de metilmetacrilato no polimerizado en la resina.

Las resinas autocuradas son empleadas muy frecuentemente en procesos quirúrgicos que requieren materiales parecidos al hueso, o substitutos para la restauración de una porción de tejido duro. La presencia de agentes sensibilizantes en estos materiales puede conducir a respuestas alérgicas en un número muy reducido de pacientes hipersensibles al

agente irritante. Desafortunadamente, a menudo los ingredientes actuales en una formulación no son revelados, de modo que este problema potencial puede no ser evidente hasta después de que ha ocurrido.

### **Contacto a Largo Plazo:** ✓

Cuando son implantados materiales plásticos en animales y humanos por períodos extensos de tiempo, estos materiales pueden degradarse y liberar fragmentos de polímero en el cuerpo dependiendo del material específico y del sitio de la implantación, pueden entonces descubrirse respuestas biológicas.

Experimentos con animales, particularmente en roedores, han demostrado que todos los tipos de materiales pueden llevar a la producción de tumores en los sitios de implantación, cuando estos materiales han estado en contacto con el tejido por un tiempo mayor de seis a nueve meses. A principios de el año 1941, Furmer reportó el desarrollo de tumores en ratas en el sitio de implantación de unos discos fenólicos después de dieciocho meses de implantación. A mitad de los años cuarenta Oppenheimer y asociados notaron que se produjeron tumores después de un prolongado contacto de las ratas con el celofán que cubría los órganos. Desde este tiempo un número de investigadores han reportado que prácticamente todos los tipos de materiales cuando eran implantados en ratones o ratas, mostraban una mayor incidencia de formación de tumores en los sitios de implantación que los animales de control.

Los factores que influirán en el desarrollo de tumores en animales de experimentación pueden enlistarse de la siguiente manera:

1).—Tamaño del implante. A medida que se incremente el tamaño del implante, se incrementa la incidencia de formación de tumores.

2).—Forma del implante. Los materiales tales como filamentos y polvos no causan tumores. El material debe tener la forma de película o lámina. Si la película o lámina son porosos decrecerá la incidencia de tumores.

3).—Superficie del material. Las películas con superficies suaves producirán más tumores que aquellas con superficie rugosa.

4).—Dureza. Los materiales duros a la temperatura del cuerpo, pueden producir más tumores que los materiales blandos.

5).—Grosor. Los materiales más gruesos tienden a producir más tumores que los materiales delgados.

6).—Duración de la implantación. Parece ser que hay un período de latencia durante el cual no se producen tumores. De hecho, si el material es retirado de los animales dentro del período de latencia no habrá tumores en el futuro. Generalmente el período de latencia es de seis a nueve meses, puede ser más largo debido a otros factores tales como el tamaño, la superficie y la dureza del material.

Los dos factores más importantes parecen ser el tamaño crítico y la superficie ininterrumpida. Si se reúnen estas dos condiciones, parece ser que la estructura química del polímero es de menor importancia.

Hasta el presente, no hay evidencia bien comprobada que demuestre que los materiales hechos por el hombre causen cáncer en los humanos o, de hecho en otras especies animales diferentes a los roedores. La respuesta final respecto a los humanos no será conocida hasta que estos materiales no hayan sido implantados por unos veinte a treinta años.

### **Respuesta Sistémica.**

Un material plástico o polímero puede liberar un constituyente en el tejido, el cual puede ser un aditivo o un producto de degradación del polímero. Estos compuestos pueden entrar en el sistema circulatorio y producir respuestas tóxicas si se encuentran en la concentración suficiente.

Problemas potenciales de toxicidad pueden resultar, por ejemplo, cuando dos nuevos materiales adhesivos son usados en una aplicación dental o médica.

### **Incompatibilidades Sangre-Plástico:**

La formación de trombos, generalmente se produce cuando la sangre circulante entra en contacto con la mayoría de los materiales poliméricos. Esta formación de coágulos sanguíneos ha sido atribuida a factores tales como la carga superficial el potencial zeta, fuerzas superficiales de naturaleza no específica, la estructura superficial, adsorción de tipos específicos de proteínas de la sangre circulante y la velocidad del flujo de la sangre. En ciertos casos el problema de la coagulación sangre-plástico ha sido evitada a través de un método desarrollado por Gott y asociados, las cuales emplean un tratamiento secuencial del material con grafito, cloruro de benzalconio y heparina. Este método ha sido experimentado con cierto grado de éxito en aparatos prostáticos de plástico no flexible en el sistema circulatorio.

En el caso de venas artificiales, los cirujanos han reconocido que el potencial de coagulación se reduce si las venas artificiales son unidas o entretrejidas en forma de tubos, proporcionando suficiente porosidad para permitir a cada una de las fibras el ser rodeada con fibrina, produciéndose así, un recubrimiento natural que estará en contacto con la sangre.

Sin embargo, en muchas aplicaciones quirúrgicas sólo pueden usarse materiales no porosos, por lo tanto, todavía hay una gran necesidad de desarrollo de materiales no trombogénicos por los químicos dedicados a los polímeros. Una posible solución a éste problema involucra la incorporación de ciertos grupos funcionales a la cadena del polímero, capaces de unirse con la heparina. Se han concebido nuevos materiales experimentales, los cuales poseen los grupos funcionales del tipo de la heparina.

La incompatibilidad sangre-plástico, es probablemente el más importante impedimento en el desarrollo de un corazón artificial. Estudios experimentados que se han proyectado involucrando animales que reciben un corazón artificial han demostrado en general, que los coágulos sanguíneos se forman durante el tiempo de experimentación.

#### **b).—Toxicidad resultante del tratamiento del material:** ✓

En aplicaciones médicas y dentales siempre es necesario que los artículos específicos o los aparatos diseñados para estar en contacto con el tejido estén estériles y libres de pirógenos. El autoclaveado es el método más apropiado para este propósito, pero desafortunadamente muchos materiales plásticos no resisten la temperatura del autoclave, por lo tanto deben ser empleados otros métodos, y el método alternativo más exitoso emplea óxido de etileno o una combinación de óxido de etileno con gases portadores inertes.

El óxido de etileno es un fuerte agente alquilante en consecuencia no debe ser puesto en contacto con los tejidos.

Ha sido reportada la presencia de óxido de etileno residual en varios tipos de artículos y aparatos esterilizados con este gas. La concentración del residuo depende de:

- 1) El material específico;
- 2) Del tiempo exacto y del método de esterilización;
- 3) El método de eliminación del gas.

Se ha observado un número de respuestas tisulares hacia los residuos de óxido de etileno en plásticos en la práctica clínica y en estudios con animales. Los catéteres cardíacos han producido la muerte debido a la presencia de óxido de etileno, en la concentración suficiente. Los tubos de traqueotomía han revelado intensas respuestas locales en los pacientes.

Los guantes quirúrgicos y máscaras han producido daño tisular a través de las concentraciones residuales de óxido de etileno.

Por lo tanto es necesario asegurar que el material tenga la mínima o ninguna concentración del residuo tóxico. Se ha encontrado que la esterilización con óxido de etileno de aparatos extracorporales, particularmente aquellos que involucran tubos de polivinilo, conducen a una mayor incidencia de hemólisis que en los artículos no esterilizados con óxido de etileno. Trabajos experimentales han demostrado que tratamientos similares de los materiales pueden producir diferentes respuestas biológicas. También se ha encontrado que tubos de cloruro de polivinilo contenían al agente tóxico etilenclorhidrina después de la esterilización con óxido de etileno, después se observó que la clorhidrina resultaba del tratamiento con óxido de etileno de materiales que contenían cloruros en la matriz.

Carson y Oser encontraron que un nivel de "efectos no advertidos" caen por debajo de los 45 mg/Kg., cuando el compuesto es administrado oralmente a perros durante un cierto período de tiempo.

Hay otros métodos para la esterilización de artículos o aparatos médicos en uso actualmente. Estos métodos a menudo incluyen unas de las sales cuaternarias de amonio, tal como el cloruro de benzalconio, aunque ciertas cantidades de uno de estos agentes en un tejido específico pueden ser suficientemente irritantes para que sea necesario retirar el artículo.

Afortunadamente, en la mayoría de los casos, estos compuestos cuaternarios se encuentra en concentración por debajo del nivel que produciría la respuesta irritante.

En general no han ocurrido problemas tóxicos serios después de la aplicación de radiación para la esterilización de aparatos médicos y paramédicos y los problemas que han ocurrido resultan de un tratamiento impropio de los artículos, lo cual conduce a una alteración de las propiedades del material.

En el pasado, pocos efectos tóxicos serios han involucrado tubos de plástico recubiertos de líquidos silicónicos que probablemente se han unido

al polímero, aunque al fluir la sangre por estos tubos, el silicón puede ser liberado y entrar en el paciente dando como resultado una embolia y la muerte.

Pueden ocurrir accidentes de este tipo cuando se emprenden innovaciones para perfeccionar un material, sin el conocimiento de las serias consecuencias que pueden ocurrir.

**c).—Efectos Indirectos:** ✓

Hay una serie de problemas potenciales que pueden considerarse como efectos indirectos del material. Generalmente en tales casos, el material no es implantado en el cuerpo o puesto en contacto con los tejidos. Quizá los efectos indirectos pueden sobrevenir cuando el producto se pone al contacto con el plástico por períodos cortos o largos de tiempo antes de ser administrados al paciente. En este caso, el producto puede alterarse de modo que el paciente no recibe la dosis apropiada del fármaco o puede serle introducido en el producto un contaminante proveniente del material. El mayor empleo de los plásticos para empaquetar fármacos y productos similares aumentando la incidencia de los problemas de "efecto indirecto".

Aulton ha dividido los problemas fármaco-plástico del tipo indirecto en cinco clases: 1) Permeación; 2) Lixiviación; 3) Absorción; 4) Reacciones químicas; 5) Alteraciones de las propiedades del material.

1) **Permeación:** El paso del aire y otros gases del ambiente a través del plástico hacia el producto puede dar como resultado desde efectos menores hasta muy serios sobre el producto. Por ejemplo, si el fármaco es muy sensible a la oxidación, la entrada de aire (oxígeno) puede acelerar la degradación del producto; si el gas es bióxido de carbono, puede ocurrir una reducción química precipitando un compuesto de la solución debido a una baja en el pH. El almacenamiento de recipientes donde la atmósfera contiene ciertas sustancias volátiles puede conducir a una alteración en el sabor del producto. Los insecticidas empleados en aerosoles pueden penetrar en materiales plásticos específicos y entrar en el producto para introducir un agente muy tóxico en el medicamento.

A la inversa pueden infiltrarse ingredientes del producto a través de las paredes plásticas del recipiente, resultando una baja en la concentración del ingrediente activo o algún constituyente. Si el solvente se infiltra en el plástico, puede resultar una mayor concentración del fármaco que la indicada en la etiqueta.

2) **Lixiviación:** Cuando los medicamentos permanecen en contacto con recipientes plásticos por largos períodos de tiempo es posible que un ingrediente o ingredientes puedan migrar del recipiente al medicamento. Generalmente la concentración del ingrediente es pequeña y puede no provocar efectos fisiológicos, sin embargo, éste no puede ser siempre el caso. Un ejemplo de lixiviación involucra un grupo de bolsas de sangre parcialmente llenas con una solución anticoagulante y almacenadas por el período de un año, después del cual se extrajeron los ingredientes "migratorios" y se aprobaron sus efectos biológicos a través del método de cultivo de células.

Muchas bolsas produjeron un efecto citotóxico; una de PVC y una de polietileno no los produjeron.

### EFFECTOS DE LIXIVIACION EN BOLSAS DE SANGRE

Bolsa de sangre	Condición de almacenamiento	Toxicidad celulosa	Embrión de pollo
PVC (X-245)	5°C	*	*
	TA	P	P
	50°	*	*
PVC (X-305)	5°	P	P
	TA	P	P
	50°	P	P
PVC (X-306)	5°	P	P
	TA	P	P
	50°	P	P
PVC (X-307)	5°	P	P
	TA	P	P
	50°	P	P
PVC (X-352)	5°	N	N
	TA	N	N
	50°	N	N
PE (X-364)	5°	N	N
	TA	N	N
	50°	N	N
Vidrio (X-245-F)	5°	N	N
	TA	N	N
	50°	N	N

\* No hay muestras

P Positivo (tóxico)

N Negativo (no tóxico)

TA Temperatura ambiente.

3) **Absorción:** Dependiendo del plástico y del fármaco hay una posibilidad de que cantidades suficientes del compuesto sean absorbidas por el plástico, reduciendo de esta manera la concentración del principio activo en el medicamento. Si el fármaco es suficientemente volátil, puede escapar a través del plástico por permeación, o bien, puede existir un estado de equilibrio, y así no ocurrir una reducción futura en la concentración del fármaco con el tiempo.

4) **Reacciones químicas:** Estas ocurren cuando un constituyente del medicamento se combina con un constituyente del plástico. La reacción química más frecuente produce la decoloración del plástico sin consecuencias biológicas. Sin embargo, la alteración de la apariencia es a menudo un signo de que el producto no debe usarse, con el resultado de que el artículo es regresado siendo una pérdida para el fabricante. En la siguiente tabla se da un ejemplo del problema de las "reacciones químicas" donde algunos medicamentos en contacto con un aparato hipodérmico de dosis única preparado con polietileno, decoloraron el plástico. La decoloración del plástico fue debido esencialmente a la presencia en la solución de productos de degradación coloreados del ingrediente activo y alguna extensión del ingrediente actual.

#### FARMACOS QUE DECOLORAN AL PLASTICO:

- |                                  |  |
|----------------------------------|--|
| 1.—Sol de cloruro de adrenalina. | 10.—Plebex.  |
| 2.—Clorhidrato de apomorfina.    | 11.—Clorhidrato de piridoxina y<br>Clorhidrato de tiamina. |
| 3.—Clorhidrato de apresolina     | 12.—Seconal (sódico).                                      |
| 4.—Agua de Mefiton.              | 13.—Serpasil.  |
| 5.—Aramina al 1%.                | 14.—Sulfato de estreptomicina.                             |
| 6.—Desoxina.                     | 15.—Terramicina.   |
| 7.—Procaína dicurínica.          | 16.—Tiomerín sódico.                                       |
| 8.—Lioprina.                     |  |
| 9.—Phenergan.                    |  |

Cada uno de los productos mencionados fue mantenido en contacto con el componente plástico de un aparato hipodérmico (Hypule) por un mes a 50°C. En general, la decoloración del plástico fue debida a los productos de degradación más que al fármaco mismo. El plástico era polietileno y los medicamentos eran productos líquidos.

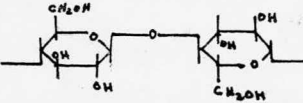
5) **Alteración del material:** Dependiendo de las condiciones de almacenamiento, las propiedades físicas de un material plástico pueden cambiar para acentuar así, algunos de los problemas discutidos anteriormente. Inicialmente el problema puede no ser evidente, pero con el tiempo se mantendrá de diferentes formas, incluyendo, rajaduras, estallamiento, lixiviación y desintegración.



7006

CAPITULO II

**BREVE DESCRIPCION DE LOS MATERIALES**

Material	Unidad Estructural	Densidad Promedio	Aditivos Presentes	Auto-clave	Absorción de Agua	Permeabilidad Vapor-Agua(O <sub>2</sub> , CO <sub>2</sub> )		Reacción con Productos	Propiedades Físicas
ABS	$\text{CH}_2 = \text{CH CN}$ $\text{CH}_2 = \text{CH}-\text{CH} = \text{CH}_2$ $\text{C}_6\text{H}_5-\text{CH} = \text{CH}_2$	1.10	Altos	Si	Baja	Baja	Baja	Moderada	Opaco-Rígido
Hule Butilado	$[\text{CH}_2-\text{C}(\text{CH}_3) = \text{CH}-(\text{CH}_2)_2-\text{C}(\text{CH}_3)_2]_n$	1.30	Moderados	Si	Baja	Baja	Moderada	Moderada	Opaco-Flexible
Hule Natural	$[\text{CH}_2-\text{C}(\text{CH}_3) = \text{CH}-\text{CH}_2]_n$	1.50	Altos	Si	Moderada	Moderada	Moderada	Alta	Opaco-Flexible
Celofán/Saran		1.30	Moderados	No	Baja	Baja	Moderada	Moderada	Translucido-Opaco
Neopreno	$[\text{CH}_2-\text{CH} = \text{C Cl}-\text{CH}_2]_n$	1.40	Altos	Si	Moderada	Moderada	Moderada	Alta	Opaco-Flexible
PVC									
Flexible	$[\text{CHCl}-\text{CH}_2]_n$	1.20	Altos	No	Alta	Alta	Baja	Moderada	Trans-Flexible
Rígido		1.40		Si	Alta	Alta	Baja	Baja	Trans-Rígido
Policarbonatos	$[-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_5-\text{CH}(\text{CH}_3)_2-\text{C}_6\text{H}_5-\text{CO}_2-]_n$	1.20	Bajos	Si	Alta	Alta	Baja	Baja	Trans-Rígido
Polietileno									
Baja Densidad	$[\text{CH}_2-\text{CH}_2]_n$	0.92	Bajos	No	Baja	Alta	Baja	Baja	Trans-Flexible
Alta Densidad		0.96	Bajos	Si	Baja	Baja	Baja	Baja	Trans-Rígido
Poliestireno	$[\text{CH}(\text{C}_6\text{H}_5)-\text{CH}_2]_n$	1.05	Bajos	No	Alta	Alta	Alta	Nula	Trans-Corrioso Rígido a la Temp. Resistencia.
Polipropileno	$[\text{CH CH}_3-\text{CH}_2]_n$	0.90	Bajos	Si	Moderada	Moderada	Baja	Baja	Trans-Rígido

## A).—ALUMINIO

El aumento espectacular en el consumo de aluminio, es prueba del significado e importancia de este metal en la Industria Farmacéutica moderna.

El aluminio sigue al hierro entre los metales de mayor consumo anual y es el más importante de los metales no ferrosos.

La variedad y usos a que se presta el aluminio es cada vez mayor y es el resultado obtenido en la aplicación de algunas de sus propiedades, como son: peso ligero, resistencia a la corrosión, fácil manejo, poca o nula reactividad con un gran número de compuestos, y sus características de barrera al paso de gas y vapor de agua, entre muchas otras.

El Aluminio es sumamente abundante en forma de óxido de Aluminio ( $Al_2O_3$ ) pues forma el 15% de la corteza terrestre, por lo tanto las reservas del material son ilimitadas.

### **OBTENCION:**

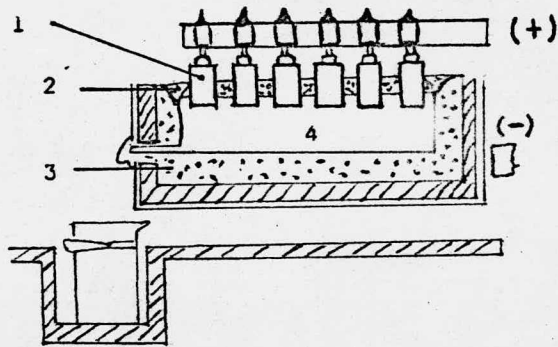
En forma breve podemos decir que la extracción del aluminio a partir de la bauxita, que es el mineral más importante, con un contenido de alúmina de más del 50% en Aluminio, y se localiza principalmente en los trópicos; se efectúa en tres principales etapas que son:

Minería  
Refinación  
Reducción

**Minería:** Para extraer la bauxita se emplea el Método de Bayer que consiste en que una vez que se tiene la alúmina esta se disuelve en hidróxido de sodio y después se lleva a cabo una filtración separando así todo el material sólido (impurezas) y el filtrado se va acumulando y se deja que cristalice, obteniendo así la alúmina pura, la cual se someterá posteriormente a un secado y luego a una calcinación quedando así libre de agua y lista para ser enviada a la refinación.

**Refinación:** La Alúmina pura se reduce a aluminio en unas celdas electrolíticas en donde se usa criolita fundida a  $280^{\circ}C$  para disolver la alúmina, la cual al someterse a la electrólisis se divide en aluminio y oxígeno. El aluminio baja al fondo de la celda de donde se extrae periódicamente, y el oxígeno se combina con el carbono del ánodo para producir  $CO_2$ .

## CELDA ELECTROLITICA



- 1) Anodos de carbón
- 2) Costra solidificada de electrolito y alúmina
- 3) Revestimiento de carbón
- 4) Alúmina y electrolito derretido.

En cifras redondas podemos decir que se requiere 10 Kg. de bauxita para producir aproximadamente 5 Kg. de alúmina de las cuales se obtendrá 1 Kg. aproximadamente de aluminio.

La forma en que llega el aluminio a la industria farmacéutica no es puro al 100%, sino en forma de aleación la cual puede presentarse en una gran variedad de combinaciones y de porcentajes de elementos y esto ofrece a la industria una variedad sumamente amplia en sus propiedades, pues de acuerdo a la aleación se puede jugar, por ejemplo con la resistencia mecánica, la ductilidad, resistencia a la corrosión; naturalmente en una aleación no pueden combinarse las propiedades óptimas para cada aplicación, por lo tanto se deberán conocer las ventajas y limitaciones de cada una y así poder llevar a cabo la elección de acuerdo a las necesidades que se requieran, pues podemos citar como ejemplo que con una pequeña cantidad de manganeso aumenta la resistencia del aluminio, con magnesio y sílice le imparten características anticorrosivas.

Aún cuando no se han aplicado elementos de aleación, existen pequeños porcentajes de estos que se encuentran como impurezas y que tienen que controlarse cuidadosamente, de ahí que el material resultante pueda considerarse como aleación.

Las contaminaciones más comunes son de hierro y sílice ocupando de 1 a 0.05% siendo por lo tanto el aluminio más puro de 99.95%.

### a).—PROPIEDADES ✓



Las propiedades del aluminio y sus aleaciones las hemos dividido en 4 grupos y son:

I.—Propiedades físicas.

- a) Densidad.
- b) Resistividad y conductividad eléctrica.
- c) Conductividad térmica.
- d) Coeficiente de expansión térmica.
- e) Módulo de elasticidad.
- f) Punto de fusión.

Y los enunciados a continuación que aunque aparentemente de menor importancia, también esenciales en el aluminio de buena calidad:

- g) Punto de ebullición.
- h) Calor latente de fusión.

- i) Calor específico medio.
- j) Módulo de rigidez.
- k) Relación poisson.
- l) Susceptibilidad magnética.
- m) Coeficiente de temperatura de resistividad eléctrica.

II.—Propiedades mecánicas.

- a) Resistencia final a la tracción.
- b) Resistencia al punto cedente.
- c) Resistencia al corte.
- d) Resistencia a la fatiga.
- e) Resistencia al esfuerzo de apoyo.
- f) Resistencia al impacto.
- g) Alargamiento.
- h) Dureza: Brinell, Vickers y Rockwell.
- i) Punto cedente en compresión.
- j) Relación de sensibilidad a las marcas o melladuras.
- k) Valor del ensayo de embutido.
- m) Factor de diámetro de doblez de lámina.
- n) Propiedades a altas temperaturas y bajo cero.

III.—Resistencia a la corrosión.

IV.—Propiedades de Barrera (Microporos o Pinholes) y transmisión de vapor de agua y gases.

**I. PROPIEDADES FISICAS** } NO.

**a) Densidad.**

La densidad de Al puro (99.9%) es de 2.7 g/c.c. así que es 1/3 aproximadamente de la del acero (7.7 a 7.8 g/c.c) y la de cobre (8.9 g/c.c.).

Las cantidades, que son relativamente pequeñas para formar sus diversas aleaciones no cambian su densidad en forma apreciable.

El peso liviano del Al y sus aleaciones, junto con sus resistencia es una de las principales razones de su uso en la Industria Farmacéutica, pues esto facilita mucho el manejo de envases como lo son los de anti-bióticos como materia prima.

### **b) Resistividad y conductividad eléctrica (R. y C.E.):**

El Al puro tiene resistividad de 10.37 ohmios por mil círculos por pie y el cobre de 15.80 ohmios por mil círculos por pie.

Se notará no obstante la menor conductividad del Al en comparación con la del cobre, un alambre del Al de igual resistencia y medida que uno de cobre, sólo pesara la mitad.

Aunque las impurezas y elementos de aleación tienden a reducir la conductividad eléctrica del Al varían mucho en severidad, o sea, si el Al tuviera aleación o impureza de Vanadio o Titanio la conductividad eléctrica se afecta seriamente, en cambio si tiene Mg su efecto será muy leve. El tratamiento térmico en solución también tiende a disminuir la conductividad eléctrica, pero se elimina el efecto con el endurecimiento por envejecimiento.

### **c) Conductividad térmica (C.T.):**

El Al puro tiene conductividad térmica de  $0.53 \text{ cal} \times \text{seg} \times \text{cm}^2 \times \text{cm}$  (de espesor)  $\times \text{ }^\circ\text{C}$ .

De modo que su conductividad es de 4 1/2 mayor que la del acero dulce.

La aleación con otros metales tiende a reducir la conductividad térmica.

La alta conductividad térmica del Al frecuentemente es un factor importante en su uso en la Industria de alimentos y farmacéutica.

### **d) Coeficiente de expansión térmica (C.E.T.):**

El Al puro tiene un C.E.T. lineal de 0.0000238 mm por  $^\circ\text{C}$  dentro de un rango de 20 a  $100^\circ\text{C}$ . Este C.E.T. es de 2 veces aproximadamente al del acero, pero debido al bajo módulo de elasticidad del Al se inducen tensiones menores en la estructura del Al con los cambios de temperatura que en la del acero.

La aleación con otros metales afecta muy poco al C.E.T. Esto nos da una idea del porque ha tenido tanto uso el empaque blister el cual lleva Al, pues como se dijo anteriormente el C.E.T. es muy poco y como se sabe las máquinas selladores llegan a operar a altas temperaturas inclusive a veces arriba de los  $100^\circ\text{C}$ .

**e) El módulo de elasticidad es de 7030 Kg/mm<sup>2</sup>. La aleación con otros metales no altera esta cifra notablemente.**

Este M.E. al Al es de 1/3 aproximadamente al del acero y esto es muy importante en lo que concierne a la rigidez, pues facilita la elaboración de envase (como son tubos) al oponer menor resistencia debido a su baja rigidez.

**f) Punto de fusión (P.F.):**

El punto de fusión del Al puro es de 660°C y las aleaciones con otros metales disminuyen el P.F. y esta disminución lógicamente variará de acuerdo al ó los elementos de aleación así como al % en que se encuentre.

## **II. PROPIEDADES MECANICAS**

La determinación de estas se lleva a cabo por ensayos rutinarios con muestras seleccionadas como representativas del producto.

Estos ensayos son destructivos de modo que no pueden hacerse en el producto que se suministra al público.

Los valores de las propiedades mecánicas se pueden dividir en dos grupos:

- 1.—De valores garantizados.
- 2.—De valores típicos.

Los primeros son los valores mínimos establecidos por las especificaciones. Los ensayos normales y rutinarios garantizan casi en 100% que todo el material que sale al mercado cumple con las especificaciones.

Los segundos son los valores obtenidos durante la determinación de las pruebas o ensayos.

**a) Resistencia final a la tracción (R.F.T.):**

Es la máxima tensión que resiste el material antes de que ocurra la ruptura.

Se calcula midiendo la carga máxima (en Kg) aplicada en una sección o área en mm<sup>2</sup>. La R.F.T. del Al puro es de aproximadamente 4.9 kg/mm<sup>2</sup> y este valor se puede aumentar por la aleación endurecimiento y tratamiento térmico lográndose obtener hasta valores de 57.4 Kg/mm<sup>2</sup>.

### **b) Resistencia al punto cedente (R.P.C.):**

Es la tensión a la cual el material empieza a deformarse. La R.P.C. del Al puro es de aproximadamente  $1.26 \text{ Kg/mm}^2$ , pero se puede como el anterior aumentar con la aleación, endurecimiento y tratamiento térmico lográndose valores hasta de  $50.4 \text{ Kg/mm}^2$ .

Esta propiedad al igual que la anterior es muy importante sobre todo en las máquinas selladoras de forma farmacéutica sólidas en donde las hojas del Al están sometidas a ciertas presiones (y temperaturas), en las cuales pueden sufrir ciertas deformaciones siendo la más frecuente el que el medicamento quede muy apretado en su empaque Vgr. blister o celopodial, etc.

### **c) Resistencia al corte (R.C.):**

Es el esfuerzo requerido para producir la fractura de la muestra por una fuerza aplicada en el plano de la sección de la misma (se mide en Kg). La principal importancia de esta propiedad se aplica en la facilidad con que se puede sacar el medicamento o en su caso la fuerza o peso que requieren las cuchillas de las máquinas selladoras para ir cortando (o haciendo las tiras) la sección requerida de la hoja de empaque.

### **d) Resistencia a la Fatiga (R.F.):**

Es la tendencia de los metales a romperse al ser sometidos a esfuerzos cíclicos repetidos, que son considerablemente más bajos que la resistencia a la tracción.

Conforme se disminuye el esfuerzo cíclico aplicado, aumenta el número de ciclos requeridos para producir la fractura.

Algunos metales alcanzan un límite de fatiga al parecer infinito sin que se produzca la ruptura y por lo cual se ha determinado en que sea el "esfuerzo que el metal (en nuestro caso el aluminio puro y sus aleaciones) pueda resistir por 500 000 000 de ciclos sin fallar".

La forma de la muestra que se ensaya (o el envase) produce efectos importantes en los resultados. Las tensiones que se producen al cambiar las secciones de la muestra pueden ser variadas si la muestra no es completamente uniforme. Muchas veces la R.F. del metal determina el diseño del envase.



#### **e) Resistencia al esfuerzo de apoyo (R.E.A.):**

Es la resistencia al aplastamiento y frecuentemente es lo que decide el diseño de juntas de aluminio, pero debido a las dificultades por definir y ensayar la resistencia al punto cedente en aplastamiento se define arbitrariamente como el esfuerzo en apoyo requerido para deformar un agujero en 2% de su diámetro.

Se aplica esta propiedad principalmente a aquellos envases que generalmente son en forma de tubo.

#### **f) Resistencia al impacto (R.I.):**

Se mide por la energía requerida para romper una muestra con una muestra normal como la de Choopy de Izod. Aunque este ensayo demuestra la diferencia entre muestras quebradizas y dúctiles y puede exponer defectos en la microestructura, la R.I. no tiene correlación con las otras propiedades y muy raras veces se usa para el aluminio.

#### **g) Alargamiento (A):**

El alargamiento expresa un por ciento del largo original medida en una pieza y se calcula por la diferencia del largo que se mide entre los puntos de calibración antes y después del ensayo de ruptura.

#### **h) Dureza (D):**

Es la medida de la resistencia del metal a la indentación. Hay varias pruebas para determinar la dureza siendo las más comunes la de Brinell, Vickers y Rockwell.

Todos los ensayos de dureza son empíricos, no hay relación directa entre el número de dureza y la resistencia a la tracción.

La aleación aumenta grandemente la resistencia del aluminio, pero significativamente menor que la de los aceros. También pueden aplicarse superficies duras al aluminio, ya sea mediante la anodización o el plateado.

#### **1.—Dureza de Brinell:**

En los metales no ferrosos consiste en prensar una esfera de acero endurecido de 10 mm de diámetro en la muestra del metal, con una carga de 500 Kg, por 20 seg. midiendo después el área de la indentación. El número (o índice) de Dureza Brinell (Bhn) es la relación entre la carga y el área de indentación que se obtiene midiendo el diámetro de la indentación y refiriéndose a las tablas provistas en la máquina.

## **2.—Dureza de Vickers:**

Usa un indentador de diamante en forma de pirámide, aplicado con carga conocida pero variable. Se mide el largo diagonal de la indentación y de las tablas provistas con la máquina se obtiene el Número de Dureza del Diamante en Pirámide (DPH). En las aleaciones de Aluminio, los números Bhn y DPH son muy similares.

## **3.—Dureza de Rockwell:**

Usa varios indentadores y cargas. Las escalas Rockwell, cada una asociada con una combinación de carga e indentador, son necesarias para abarcar el alcance de dureza de todos los metales. Los indentadores incluyen bolas de acero con diámetros desde 1.58 a 12.70 mm (1/16 in hasta 1/2 in), un diamante esferocónico, y cargas de 15 a 150 Kg.

El número, o índice de dureza Rockwell, se obtiene directamente de la esfera de la máquina. Debido a la multiplicidad de escalas, el número de Dureza Rockwell (R) tiene que especificarse según la escala usada, para el aluminio las escalas usuales con la Rockwell B ( $R_H$ ) y F ( $R_f$ ).

### **i) Factor del diámetro de doblez de lámina (F.D.D.L.):**

Para esta prueba se usa un mandril de cierto radio para determinar así el radio mínimo a que puede doblarse la lámina antes de agrietarse.

### **j) Propiedades a altas y bajas temperaturas (P.A.B.T.):**

La resistencia del aluminio disminuye conforme aumenta la temperatura y a partir de 100°C los efectos son perceptibles y a más de 260°C las propiedades se reducen hasta 80%. (Ver tabla que indica las propiedades típicas en tracción a altas temperaturas).

## **III. RESISTENCIA A LA CORROSION**

Los tratamientos químicos para la protección a la corrosión tienen por objeto aumentar artificialmente la capa de óxido natural o cambiar químicamente la capa superficial.

Los métodos más empleados para aumentar la película de óxido es el procedimiento de Baumer Vogel (MBV) el de Erwert (EW) y el de Arrok. El primero se basa en la inmersión del aluminio en una solución

de carbonato de sodio y cromato de potasio, seguido de una solución de silicato de sodio, usándose las soluciones casi al punto de ebullición y el tiempo de inmersión de 5 a 10 min. en cada una de ellas. Aunque el acabado gris que resulta no deja de tener atractivo, rara vez se usa como efecto decorativo, pues su principal acción es aumentar la resistencia a la corrosión.

El procedimiento EW es una modificación de la composición de las soluciones de inmersión del primer método, siendo transparente también la película producida.

El procedimiento Alrok utiliza solución de carbonato de sodio y dicromato de potasio, empleándose casi exclusivamente como base para pintura en el aluminio. Para aumentar aún más la protección pueden emplearse ciertas pinturas (sin sales de Hg, Pb, etc.), o lacas y esmaltes (de metacrilato o vinílicas).

#### **IV.—PROPIEDADES DE BARRERA.**

##### **MICROPOROS (PINHOLES) Y TRANSMISION DE VAPOR DE AGUA Y GASES.**

La hoja de aluminio es una perfecta barrera a la humedad y al oxígeno y en los calibres comúnmente usados

(de 0.40 mm hasta 5 micras)

para empaques flexibles el "defecto" que existe es el de los microporos los cuales se hayan diseminados al azar.

Pero cómo afecta a las propiedades de barrera el tamaño e incidencia de los microporos?, y ¿qué influencia pueden tener en el laminado?

Pues bien, a diferencia de otros materiales flexibles de empaque el mecanismo de transmisión de humedad o gas a través del aluminio es por, flujo a través de los orificios y no por difusión como se lleva a cabo vgr. con ciertos polímeros y celulosa y además no se haya influenciado por la estructura básica del material como sucede con los mismos materiales citados antes.

Pero algo sumamente importante es que en todos los empaques flexibles donde va el aluminio, éste se combina invariablemente con un medio sellante tal como una laca o un film termoplástico con lo cual se aumentan considerablemente las propiedades de barrera, pues dichos materiales vienen a actuar como una barrera adicional y por lo cual cuando

se efectúan estudios en laminados con aluminio por lo general el paso de vapor de agua y gas se debe principalmente a que el empaque no se encuentra bien sellado, o bien, haya sufrido algún daño físico y no por paso a través de los microporos.

## **b) COMPATIBILIDADES E INCOMPATIBILIDADES DEL ALUMINIO.**

La primera tabla que se ofrece a continuación contiene la lista de los productos químicos corrientes y los alimentos que reaccionan algo o nada con el aluminio puro. Por eso el aluminio y sus aleaciones se usan frecuentemente para el equipo en que se elaboran, manejan y almacenan. La presencia de otras substancias, hasta en cantidades muy pequeñas en forma de impurezas, puede afectar radicalmente la acción de estos materiales en contacto con el aluminio. Si los productos químicos no son puros, entonces debe obtenerse información adicional antes de especificar el aluminio.

La segunda tabla contiene la lista de los productos químicos corrientes que normalmente atacan al aluminio.

Debe hacerse hincapié en que el contacto con la mayoría de los productos químicos que no están incluidos en estas dos listas, no producen corrosión apreciable. Pero el grado de dilución, la temperatura de operación y la presencia de otras substancias son todos factores que determinan la intensidad y rapidez del ataque. Por eso no es posible presentar un resumen de la tercera y mayor categoría. Cuando no se disponen de detalles sobre experiencia previa, deben hacerse ensayos prácticos en las condiciones de servicio.

## CONSTANTES FISICAS DEL ALUMINIO

(PUREZA MINIMA 99.95%)

PROPIEDADES	UNIDADES METRICAS
Densidad a 20°C .....	2.70 grado por cc
Punto de Fusión .....	660°C
Punto de Ebullición a 760 mm de mercurio .....	1800°C
Conductividad Térmica a 25°C .....	0.53 cal. g por seg. por cm <sup>2</sup> por cm de espesor por grado C
Calor Específico medio (0 a 100°C) .....	0.225 cal, por gramo por grado C
Coefficiente de dilatación lineal térmica (20 a 100°C) .....	0.0000239 cm por grado C
Calor latente de fusión .....	93 cal. por gramo
Módulo de elasticidad (Young) .....	7030 kg/mm <sup>2</sup>
Módulo de rigidez (Corte) .....	2670 kg/mm <sup>2</sup>
Relación Poisson .....	0.33
Resistividad eléctrica a 20°C .....	0.00000263 ohmios por cm <sup>3</sup>
Coefficiente de temperatura de resistividad eléctrica a 20°C .....	0.00429 ohmios por grado C
Susceptibilidad magnética a 18°C .....	0.00000065

## ALEACIONES FRAGUADAS MAS COMUNES – COMPOSICION QUIMICA

**COMPOSICION QUIMICA.**—En por ciento del peso.

Los porcentajes son los valores máximos, excepto donde están indicados los límites.

Aleación	Cu	Fe	Mg	Mn	Si	Ti	Zn	Cr	Otros Indivi.	Elem. Tot.
1050-1	—	—	—	—	—	—	—	—	0.05 2	0.15 2
1945-1	0.05	0.40	—	—	0.15	0.02 8	—	—	0.02	0.10
1200-3	0.20	1.00	—	0.05	4.00	—	0.10	—	0.05	0.15
3003	0.20	0.70	—	1.00-1.5	0.60	—	0.10	—	0.05	0.15
2117	2.2 -3.00	1.00	0.20-0.50	0.20	0.80	—	0.10	0.10	0.05	0.15
2017	3.5 -4.5	1.00	0.20-0.80	0.40-1.00	0.80	—	0.10	0.10	0.05	0.15
2024	3.8 -4.9	0.50	1.2 -1.8	0.30-0.90	0.50	—	0.10	0.10	0.05	0.15
2014	3.9 -5.00	1.00	0.20-0.80	0.40-1.2	0.50-1.2	0.15	0.10	0.10	0.05	0.15
2011	5.00-6.00	0.70	—	—	0.40	—	0.30	—	0.05 5	0.15 5
4043	0.15	0.80	—	—	4.5 -6.0	—	0.10	—	0.05	0.15
4074	0.30	0.80	0.10	0.15	11.0-13.0	—	0.20	—	0.05	0.15
6063	0.10	0.50	0.45-0.85	0.10	0.20-0.60	0.15	0.10	0.10	0.05	0.15
5282	0.10	0.30	4.2 -4.6	0.20-0.40	0.20	—	—	—	0.05	0.15
5154	0.10	7.00	3.1 -3.9	0.10	7.00	0.20	0.20	0.15-0.35	0.05	0.15
6053	0.10	0.35	1.1 -1.4	—	6.00	—	0.10	0.15-0.35	0.05	0.15
5056	0.10	0.40	4.5 -5.6	0.05-0.20	0.30	—	0.10	0.05-0.20	0.05	0.15
5052	0.10	7.00	2.2 -2.8	0.10	7.00	—	0.10	0.15-0.35	0.05	0.15
6151	0.35	1.00	0.45-0.80	0.20	0.60-1.2	0.15	0.10	0.15-0.35	0.05	0.15
6061	0.15-0.40	0.70	0.80-1.2	0.15	0.40-0.80	0.15	0.20	0.15-0.35	0.05	0.15
7075	1.2 -2.00	0.70	2.1 -2.9	0.30	0.50	0.20	5.1-6	0.18-0.40	0.05	0.15

**NOTAS:** 1.—Aluminio 99.5 % mínimo.  
 3.—Aluminio 99.0 % mínimo.  
 5.—Excepto plomo: 0.20-0.60; bismuto 0.20-0.60.  
 7.—Hierro más silicio: 0.45 % máximo.

2.—Excepto hierro y silicio.  
 4.—Hierro con silicio 1.0 % máximo.  
 6.—Silicio: 45-65 % de magnesio.  
 8.—Titanio más vanadio: 0.02 máximo.

## PESO Y SUPERFICIE QUE PUEDE CUBRIR LA HOJA DE ALUMINIO

ESPESOR	PESO	SUPERFICIE QUE CUBRE
mm	g/m <sup>2</sup>	m <sup>2</sup> /Kg
0.005	13.5	74
0.006	16.1	61
0.007	19.2	51
0.008	22.22	45
0.009	24.39	41
0.010	27.0	37
0.012	32.25	31
0.015	40.0	25.0
0.018	48.78	20.5
0.020	55.55	18.0
0.025	67.5	14.8
0.030	81.0	12.3
0.040	108.0	9.3
0.050	135.0	7.4
0.060	162.0	6.2
0.070	189.0	5.3
0.080	216.0	4.6
0.090	243.0	4.1
0.100	270.0	3.7
0.125	237.0	3.0

**NOTA:** El peso y las superficies indicadas son para la aleación 1200.

## PROPIEDADES FISICAS TIPICAS DE LA ALEACION 1200

Densidad (g cm <sup>3</sup> ) .....	2.71
Conductividad Térmica a 25°C (cgs)* .....	0.0000236
Conductividad Térmica a 25°C (cgs)* .....	0.53
Coefficiente de Expansión Lineal de 20-100°C, cm por °C ..	0.0000236
Módulo de Elasticidad de Young kg/mm <sup>2</sup> .....	7.030

## PROPIEDADES MECANICAS TIPICAS DE LA ALEACION 1200

Resistencia a la Ruptura kg/mm <sup>2</sup> .....	9.5
Límite Elástico kg/mm <sup>2</sup> .....	3.9
Alargamiento % en 50 mm** .....	35
Número de Dureza de Brinell .....	23
Resistencia al corte kg/mm <sup>2</sup> .....	6.7

\*Una Unidad cgs equivale a 1 gramocaloría por segundo por cm<sup>2</sup> por cm de espesor por °C.

\*\*El alargamiento está basado en una muestra calibrada de 50.8 mm.

## APLICACIONES FRAGUADAS – PROPIEDADES TIPICAS DE RESISTENCIA A LA TRACCION A ELEVADAS TEMPERATURAS

(Las resistencias más bajas durante 10,000 horas a la temperatura de ensayo)

Aleación Alcance y temple	Temperatura °C	Resistencia a la ruptura Kg/mm <sup>2</sup>	Límite elástico Kg/mm <sup>2</sup>	Alargamiento % en 50 mm
1200-0	25	9.5	3.9	45
	100	7.4	3.5	55
	150	6.0	3.2	65
	200	4.2	2.1	70
	250	2.5	1.4	85
	300	1.8	1.1	90
	350	1.1	.7	93



**RESULTADOS EN LA CUENTA DE PERFORACIONES EN MUESTRAS DE HOJAS  
DE 9 u DE GROSOR**

Identificación	>25 u	5-25 u	<5 u	Identificación	>25 u	5-25 u	<5 $\mu$
A	1	2	1	R	113	251	81
	1	2	0		110	237	101
	1	3	0		115	202	132
B	2	6	1	S	1	3	3
	2	6	1		1	3	3
	2	6	2		1	3	3
C	2	2	1	T	0	3	3
	2	2	1		0	5	2
	1	4	0		0	5	3
D	58	62	20	U	3	2	3
	57	63	22		2	5	1
	49	68	22		2	4	2
E	24	33	4	V	3	4	0
	32	32	4		3	5	0
	31	26	5		4	4	0
F	15	17	4	W	3	6	0
	14	15	4		5	3	1
	14	18	3		5	5	0
G*	1	10	3	X	1	1	0
	6	6	3		1	2	0
	3	9	3		2	0	0
H	5	1	1	Y	3	29	13
	3	3	1		3	27	16
	5	3	0		3	30	14
I	0	5	3	Z	5	19	7
	1	6	1		6	15	10
	0	7	1		3	22	6
J	51	107	31	AA	4	15	7
	56	96	51		4	10	11
	60	107	27		4	12	7

\*Perforaciones del material que ha sido doblado.

Identificación >25  $\mu$  5-25  $\mu$  <5  $\mu$  Identificación >25  $\mu$  5-25  $\mu$  <5  $\mu$

K	132	237	143	BB	0	1	0
	133	266	125		0	1	0
	128	268	136		0	1	0
L	56	139	93	CC	0	0	0
	56	131	92		0	0	0
	58	136	84		0	0	0
M	6	19	4	DD	0	1	0
	5	16	3		0	1	0
	8	15	4		0	1	0
N	9	21	4	EE	0	0	0
	9	19	7		0	0	0
	10	23	5		0	0	0
O	4	11	6	FF	0	0	0
	5	15	3		0	1	0
	7	13	2		0	1	0
P	102	291	167	GG	0	0	0
	98	281	168		0	0	0
	109	301	156		0	0	0
Q	97	156	102	HH	31	133	128
	97	164	92		46	145	108
	123	173	54		35	123	111
					34	129	71
				II	34	130	59
					29	121	79
					54	134	84
				JJ	44	141	96
					51	149	73

**TRANSMISION DE VAPOR DE AGUA EN LAMINADOS A 38°C, 90% r. h.**

<b>MATERIAL</b>	<b>DESCRIPCION</b>	<b>TVA (g/m<sup>2</sup> .d.)</b>
M	Hoja 9 u/ LDPE 25 u	0.01
P	Hoja 9 u/ LDPE 25 u	0.01
R	Hoja 9 u/ LDPE 25 u	0.15, 0.024
T	Hoja 9 u/ papel 43 u/ PVDC 2 u	0.01

TVA: Transmisión de vapor de agua.

**FRECUENCIA DE PERFORACIONES EN HOJAS Y LAMINADOS**

<b>CLAVE DE MUESTRAS</b>	<b>TIPO DE MATERIAL</b>	<b>PERFORACIONES</b>		
		<b>&gt;25 u</b>	<b>5-25 u</b>	<b>&lt; 5 u</b>
A, B, C,	Hoja de 9 u	31	73	15
D, E, F,	Hoja de 9 u	653	742	195
G, H, I,	Hoja de 9 u	53	111	35
J, K, L,	Hoja de 9 u	1622	3304	1760
M, N, O,	Hoja 9 u/LDPE	138	337	84
P, Q, R,	Hoja 9 u/LDPE	2142	4569	2340
S, T, U,	Hoja/papel/PVDC	22	73	51
V, X, X,	Hoja de 12 u	60	67	2
T, Z, AA,	Hoja de 9 u	87	398	202
EE, FF, GG,	Hoja de 9 u	0	7	0
HH, II, JJ,	Hoja de 5 u	796	2678	1798

**TRANSMISION DE OXIGENO PARA HOJAS DE ALUMINIO**

ESPECIMEN	MATERIAL	PERMEABILIDAD DEL OXIGENO (ml/m <sup>2</sup> .d. atm. a STP)		
A1	Hoja 9 u			0
A2	"			0
A3	"			0
A4	"			0
A5	"			0
A6	"			0
B1	"			0
B2	"			0
B3	"			0
B4	"	4.3 × 10 <sup>3</sup> ,	4.2 × 10 <sup>3</sup> ,	4.2 × 10 <sup>3</sup>
B5	"			0
B6	"			0
C1	"			0
C2	"			0
C3	"			0
C4	"			0
C5	"			0
C6	"			0
D1	"			0
D2	"			0
D3	"	3.05 × 10 <sup>5</sup> ,	4.4 × 10 <sup>5</sup> ,	4.6 × 10 <sup>5</sup>
D4	"	3.5 × 10 <sup>5</sup> ,	5.0 × 10 <sup>5</sup> ,	3.3 × 10 <sup>5</sup>
D5	"	6.9 × 10 <sup>5</sup> ,	7.8 × 10 <sup>5</sup> ,	7.8 × 10 <sup>5</sup>
D6	"	1.5 × 10 <sup>5</sup> ,	1.7 × 10 <sup>5</sup> ,	1.6 × 10 <sup>5</sup>
E1	"			0
E2	"			0
E3	"	5.7 × 10 <sup>4</sup> ,	5.7 × 10 <sup>4</sup> ,	5.8 × 10 <sup>4</sup>
E4	"	2.7 × 10 <sup>5</sup> ,	2.7 × 10 <sup>5</sup> ,	2.7 × 10 <sup>5</sup>
E5	"			0
E6	"			0
F1	"			0
F2	"			0
F3	"	1.9 × 10 <sup>4</sup> ,	1.9 × 10 <sup>4</sup> ,	1.9 × 10 <sup>4</sup>
F4	"	3.1 × 10 <sup>4</sup> ,	3.2 × 10 <sup>4</sup> ,	3.3 × 10 <sup>4</sup>
F5	"			0
F6	"			0
G1	"			0
G2	"	4.3 × 10 <sup>4</sup> ,	4.1 × 10 <sup>4</sup> ,	4.2 × 10 <sup>4</sup>
G3	"			0
G4	"	2.4 × 10 <sup>2</sup> ,	2.4 × 10 <sup>2</sup> ,	2.4 × 10 <sup>2</sup>
G5	"	4.4 × 10 <sup>2</sup> ,	4.4 × 10 <sup>2</sup> ,	4.4 × 10 <sup>2</sup>
G6	"	4.4 × 10 <sup>2</sup> ,	4.4 × 10 <sup>2</sup> ,	4.4 × 10 <sup>2</sup>

ESPECIMEN	MATERIAL	PERMEABILIDAD DEL OXIGENO (ml/m <sup>2</sup> . d. atm. a STP)**		
H1	Hoja 9 u	2.0 × 10 <sup>2</sup>	2.0 × 10 <sup>2</sup>	2.0 × 10 <sup>2</sup>
H2	"	5.9 × 10 <sup>2</sup>	5.9 × 10 <sup>2</sup>	5.8 × 10 <sup>2</sup>
H4	"	2.2 × 10 <sup>5</sup>	2.2 × 10 <sup>5</sup>	2.2 × 10 <sup>5</sup>
H5	"	5.8 × 10 <sup>2</sup>	5.8 × 10 <sup>2</sup>	5.8 × 10 <sup>2</sup>
H6	"		0	
I1	"		0	
I2	"		15.0	
I3	"		0	
I4	"		162, 165, 163	
I5	"		0	
I6	"		61	
J1	"	7.8 × 10 <sup>5</sup>	7.8 × 10 <sup>5</sup>	6.9 × 10 <sup>5</sup>
J2	"	1.0 × 10 <sup>5</sup>	1.0 × 10 <sup>5</sup>	1.0 × 10 <sup>5</sup>
J3	"	2.8 × 10 <sup>4</sup>	2.9 × 10 <sup>4</sup>	2.8 × 10 <sup>4</sup>
J4	"	2.0 × 10 <sup>5</sup>	2.0 × 10 <sup>5</sup>	2.0 × 10 <sup>5</sup>
J5	"	1.3 × 10 <sup>4</sup>	1.1 × 10 <sup>4</sup>	1.3 × 10 <sup>4</sup>
J6	"		0	
K1	"	9.3 × 10 <sup>4</sup>	9.5 × 10 <sup>4</sup>	9.3 × 10 <sup>4</sup>
K2	"	1.4 × 10 <sup>5</sup>	1.4 × 10 <sup>5</sup>	1.4 × 10 <sup>5</sup>
K3	"		0	
K4	"	1.2 × 10 <sup>4</sup>	1.2 × 10 <sup>4</sup>	1.2 × 10 <sup>4</sup>
K5	"	2.4 × 10 <sup>5</sup>	2.5 × 10 <sup>5</sup>	2.4 × 10 <sup>5</sup>
K6	"	2.8 × 10 <sup>4</sup>	2.9 × 10 <sup>4</sup>	2.8 × 10 <sup>4</sup>
L1	"	1.2 × 10 <sup>5</sup>	1.3 × 10 <sup>5</sup>	1.2 × 10 <sup>5</sup>
L2	"	9.2 × 10 <sup>5</sup>	9.2 × 10 <sup>5</sup>	9.2 × 10 <sup>5</sup>
L3	"	4.0 × 10 <sup>4</sup>	4.0 × 10 <sup>4</sup>	4.0 × 10 <sup>4</sup>
L4	"	3.1 × 10 <sup>4</sup>	3.2 × 10 <sup>4</sup>	3.2 × 10 <sup>4</sup>
L5	"	8.3 × 10 <sup>5</sup>	9.1 × 10 <sup>5</sup>	9.1 × 10 <sup>5</sup>
L6	"		0	
V1	Hoja 12 u		0	
V2	"		0	
V3	"		0	
V4	"		0	
V5	"		0	
V6	"		0	
W1	"		0	
W2	"		0	
W3	"		0	
W4	"	7.8 × 10 <sup>5</sup> *		
W5	"	8.1 × 10 <sup>4</sup> *		
W6	"		0	

\*Hojas dobladas causadas por daño mecánico.

\*\*Por Método Isostático (Barrier Properties of Aluminium foil. Bafra Information Section. P.D. Box 92 EPSON, KT187PW U.K.).

**TRANSMISION DE VAPOR DE AGUA VS. CUENTA DE PERFORACIONES  
PARA HOJAS**

MUESTRA	DESCRIPCION	CUENTA DE PERFORACIONES/m <sup>2</sup>	**TVA (g/m <sup>2</sup> .d.)
B	Hoja de 9 u	161	0.25
F	"	920	0.75
F x	"	920	1.6
E	"	1780	0.66
Y	"	753	0.76*
II	Hoja de 5 u	4107	2.6
II x	"	4107	28.0*
G	Hoja de 9 u	313	0.29
J	"	4440	12.0
L x	"	5333	3.9
Y repetido	"	753	0.34
A	"	87	0.02

\*Especímen doblado durante el sellado, y posiblemente perforado.

TVA: Transmisión del vapor de agua.

\*\*Por Método de Celda Electrolítica. (Barrier Properties of Aluminium Foil. Bafra Information Section. P.D. Box 92 EPSON., KT187PW O. K.).

---

**POSIBLES INCOMPATIBILIDADES ENTRE EL ALUMINIO  
PRODUCTOS QUIMICOS Y ALIMENTOS**

---

Aceite de recino	Carbón	Leche condensada (dulce)
Aceite de semilla de algodón	Carbonato de calcio	Levadura en pasta
Aceite de transformadores	Carburo de calcio	Levadura en polvo
Aceites de linaza	Caucho	Mantequilla
Aceites de petróleo	Celulosa	Margarina
Aceites esenciales	Cera de abejas	Melazas
Aceites vegetales	Ceras	Mentol
Acido ftálico	Clorato de potasio	Miel
Aceite hígado de bacalao	Cloroformo	Mieles de caña de azúcar
Aceites minerales	Cloruro etílico (seco)	Monóxido carbónico
Acetato amílico	Combustibles emplomados	Naftalina
Acetileno (seco)	Crema de leche	Nicotina
Acetona	Cromato de potasio	Nitrato amónico
Acido acético glacial	Chocolate	Nitrato de potasio
Acido benzóico	Dinamita	Nitrato de sodio
Acido esteárico	Dióxido de azufre (seco)	Nitrato de potasio
Acido nítrico	Dióxido carbónico	Nitrito de sodio (seco)
Acido salicílico	Eteres	Nitrocelulosa
Acido succínico	Extracto de corteza de pino	Nitroglicerina
Acido tánico	Fluosilicato de sodio	Permanganato de potasio
Albúmina	Formaldehido	Peróxido de hidrógeno
Alcánfor	Formiato de aluminio	Pyrogallol
Alcoholes	Formiato metílico	Queso
Alcohol amílico	Freón	Resina
Alcohol butílico	Gas artificial (seco)	Resinas de copal
Alcohol propílico	Gas de horno de coquización	Resinas polivinílicas
Alquitrán	Gas de propano	Sal de higuera
Amoníaco (líquido o en gas)	Gas natural	Solventes de acetato
Anhídrido acético	Gases nitrosos	Sulfato de magnesio
Azufre	Gelatina	Sulfato de potasio
Barniz	Glicerina	Sulfato de sodio
Barniz asfáltico	Glicol etílico	Sulfuro amónico
Betún	Glucosa	Sulfuro de hidrógeno
Bicarbonato amónico	Grasas y ácidos grasos	Tetracloruro de carbono
Bicromato de potasio	Hidrocarburos	Tintes
Bisulfuro carbónico	Hidróxido amónico	Tiosulfato de sodio
Butano	Jarabe de azúcar	Tolueno
Carbohidratos	Jugo de cebolla	Trementina
	Laca	Tricloroetileno (seco)
	Latex	Tricloruro etilénico (seco)
	Leche	Yodoformo (seco)

---

## PRODUCTOS QUIMICOS CORRIENTES QUE ATACAN AL ALUMINIO

Acetato de plomo	Cloruro estañoso	Hipoclorito de calcio
Acido clorhídrico	Cloruro férrico	Hipoclorito de sodio
Acido fluorhídrico	Cloruro metálico	<b>Mercurio</b>
Acido fórmico	Cloruro de bario	Nitrato de plomo
Acido sulfúrico	Cloruro de sodio	Sal común
Bicloruro de mercurio	Cloruro de zinc	Sales de níquel
Carbonato de potasio	Fosfato trisódico	Sulfato de cobre
Carbonato de sodio	Hidróxido de bario	Sulfato férrico
Cianuro de potasio	Hidróxido de calcio	Sulfato ferroso
Cloro	Hidróxido de potasio	Yodo
Cloruro amónico	Hidróxido de sodio	

## PRODUCTOS QUIMICOS QUE ATACAN AL ALUMINIO VIGOROSAMENTE

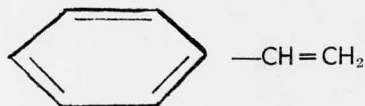
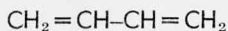
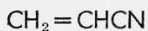
(Por lo cual no es conveniente emplearlos)

Compuestos de mercurio  
Alcalis concentrado  
Acidos concentrados

### B).—A B S

Termoplástico obtenido por la polimerización de tres monómeros: acrilonitrilo, butadieno, estireno, lo que lo hace muy versátil, ya que de la variación del contenido de sus monómeros constituyentes se obtendrán productos de diversas propiedades.

#### a) Monómeros:



Acrilonitrilo

Butadieno

Estireno

Normalmente los materiales "ABS" son descritos como, "Resistentes, Duros y Rígidos". Además se encuentra un buen balance de otras propiedades incluyendo resistencia al calor, superficie dura, estabilidad dimensional, resistencia química, propiedades eléctricas y facilidad de procesado.

#### b) Propiedades de resistencia química:

Normalmente no son afectadas por el agua ni sales inorgánicas, alcalis y muchos ácidos, son solubles y forman soluciones turbias en cetonas, aldehidos y ésteres y algunos hidrocarburos clorados. Son insolubles en



muchos alcoholes y solventes orgánicos, pero estos últimos pueden causar reblandecimiento e hinchazón por contacto prolongado. Sin embargo se debe tener presente que el "ABS", al igual que los metales y otros plásticos, están sujetos a fuerzas de agrietamiento por agentes químicos que no tienen efecto sobre partes reforzadas.

Dentro de estos agentes químicos tenemos al ácido acético glacial, algunos aceites vegetales y algunos alcoholes.

**c) Resistencia al medio ambiente:**

La pigmentación negra da una mayor resistencia al desgaste debido a los agentes atmosféricos. Las formulaciones negras expuestas al sol y a la intemperie en Florida por dos años, no mostró cambios significantes en apariencia y propiedades. Resinas no pigmentadas y de color pastel son afectadas en cierto grado. Para aplicaciones al exterior que requieren de retención de color y lustre, más allá del límite del plástico, usualmente se hará una recubierta de laca opaca resistente (por ejemplo, película de acrílico), el cual es completamente compatible con el "ABS".

**d) Efectos de la temperatura:**

El efecto de la temperatura sobre los productos de "ABS" depende en gran parte de la fuerza mecánica, que existe sobre el producto y de la naturaleza del medio ambiente. Dentro del rango de temperatura de uso, las resinas "ABS", muestran menor variación en propiedades que cualquier otro termoplástico.

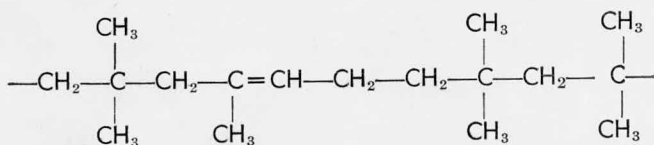
**e) Resistencia a la flama y al fuego:**

Los plástico "ABS" son considerados como de quemado lento. No son altamente inflamables, tienen buena resistencia a la flama.

**C) BUTIL HULE**

Es un hule sintético obtenido por polimerización del isobutileno y una pequeña cantidad de isopreno en presencia de catalizadores "Friedel-Crafts".

**a) Estructura química:**



## b) Propiedades:

Es notable por su escasa permeabilidad a gases tales como oxígeno, nitrógeno. El polímero puro es incoloro, inodoro e, insípido y tiene una densidad de 0.91 frente a los productos químicos y al envejecimiento (oxígeno, ozono y calor) es estable, siendo eléctricamente de alta calidad. Además tiene elevada resistencia a la tracción (210-246 kg/cm<sup>2</sup>, 800-1,000 % de elongación). Su resistencia al desgarro y a la abrasión y sus propiedades eléctricas son semejantes a las del caucho natural, siendo superior a este en resistencia al oxígeno y ozono en vida de flexión sin grietas. Su resistencia a los ácidos y álcalis y otros compuestos es excelente. Aunque se hincha fácilmente por la acción de los hidrocarburos del petróleo es muy resistente a los aceites animales y vegetales.

La resiliencia del hule butílico a la temperatura ordinaria es relativamente baja, pero a 100°C aumenta considerablemente.

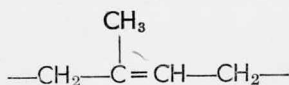
Sus propiedades a bajas temperaturas medidas por el punto de fragilidad y el punto de congelación de Gehman, son muy parecidas a las del caucho natural, pero el mínimo de resiliencia de rebote (-16°C), es muy inferior a la del caucho natural (-37.8°C).

## D) CAUCHO NATURAL

Sustancia blanca lechosa que se obtiene al hacer incisiones sobre la corteza de algunas plantas. Casi todos los tipos usados actualmente provienen de la **Hevea brasiliensis**. Planta originaria de la región del Amazonas. Según la procedencia de los cauchos, se tendrán variaciones en la pureza, peso molecular y otras propiedades físicas y químicas, siendo común a todos la elasticidad y permeabilidad.

### a) Estructura Química:

Esta estructura es capaz de fijar por adición dos grupos monovalentes:



### b) Disolventes del Caucho Natural:

Los disolventes más usados son el benceno y la nafta.

Otros buenos disolventes son el tricloroetileno, tetracloroetano, pentacloroetano, tetracloruro de carbono, cloroformo, tolueno, xileno, queroseno y éter. En contacto con el disolvente el caucho se hincha primero poco a poco hasta la consistencia de gel y después se dispersa formando una solución.

La viscosidad de la solución del caucho es grande; no obstante es tan sensible a la acción de la luz, calor y agentes químicos que los datos cuantitativos son difíciles de obtener y poco exactos.

**c) Efecto del calor.**

El caucho bruto calentado hasta  $200^{\circ}\text{C}$ , se ablanda y sus soluciones tienen menor viscosidad, pero el número de dobles enlaces se conserva sin alteración. Cuando la temperatura se eleva a  $250^{\circ}\text{C}$  los enlaces dobles se separan y tiene lugar la formación de anillos, convirtiéndose en una resina frágil y dura con mayor densidad y solubilidad.

**d) Reacciones químicas:**

(Oxidación). El ácido nítrico, ácido peroxibenzoico, otros peróxidos y el permanganato oxidan el caucho. El cobre y el manganeso aceleran la oxidación, sobre todo en presencia de hierro. Basta  $0.00005\%$  de cobre para ablandar y hacer pegajoso el caucho crudo durante el almacenaje.

**e) Propiedades físicas:**

A bajas temperaturas se vuelve rígido y cuando se congela en estado de extensión adquiere estructura fibrosa. Calentado a más de  $100^{\circ}\text{C}$  se ablanda y sufre alteraciones permanentes.

La plasticidad del caucho varía de un árbol a otro y también depende de la cantidad de trabajo dado al caucho desde su estado de látex, de las bacterias que le acompañen e influyen en su oxidación y de otros factores. La plasticidad puede modificarse dentro de ciertos límites por la acción de productos químicos.

Las propiedades eléctricas están influenciadas por las impurezas solubles en agua que también afectan la capacidad de absorción de agua.

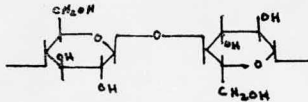
## E) CELOFAN

El celofán es una hoja transparente de celulosa fabricada con viscosa.

La película típica de celofán consta aproximadamente de 80% de celulosa regenerada, 14% de suavizador (generalmente glicerol) y 6% de agua. Existe el celofán hidrófugo (a prueba de humedad) que se fabrica revistiendo el celofán simple con lacas impermeables o mezclas de resinas, cera y plastificante y puede contener 5-10% de ingredientes agregados.

Aunque actualmente se fabrican celofanes de varios colores, incluso el negro y el blanco opaco y se pueden formar hojas gruesas y rígidas constituidas por agregados de láminas, generalmente se fabrica en forma de película transparente, lustrosa, delgada, flexible e impermeable.

### a) Estructura:



### CELULOSA

### b) Propiedades físicas y químicas:

Las propiedades físicas y químicas del celofán tienen relación con las de la celulosa, modificadas por la conducta de este sistema de tres componentes (celulosa, suavizador, agua). La resistencia del celofán a la tracción es alrededor de 700 kg/cm<sup>2</sup>, en comparación con los valores de la madera (280 kg/cm<sup>2</sup>), el caucho blando (35 a 42 kg/cm<sup>2</sup>) y el acero (7,000 kg/cm<sup>2</sup>).

Una característica notable es su gran resistencia al desgarro inicial, y su resistencia relativamente menor una vez que comienza el desgarro. Si no se concentra el esfuerzo en el punto exacto del desgarro, cualquier borde tiende a doblarse o estirarse. Y de esta manera distribuye el esfuerzo sobre una gran área. La resistencia al desgarro aumenta según crece la humedad relativa del ambiente.

El celofán transmite aproximadamente 90% de la luz en la región visible del espectro, y la reducción observada se debe principalmente a la reflexión en las dos interfaces.

Las propiedades eléctricas del celofán son las propias de un producto celulósico, sin embargo, la poca porosidad de la película regenerada le dá mayor constante dieléctrica y mayor resistencia dieléctrica que la del papel.

Cuando está seco el celofán simple es notablemente impermeable a los gases más comunes, pero no al vapor de agua.

Su permeabilidad a los gases y vapores hidrosolubles es aproximadamente proporcional a las solubilidades de estos gases en vapores de agua.

## F) CLORURO DE POLIVINILO

Polímero cuya unidad estructural es el cloruro de vinilo. Pero que también puede ser obtenido por la adición de cloro a cis-1-, 4- polibutadieno; resultando un polímero semejante al obtenido por la adición cola-cola, cabeza-cabeza de los monómeros de cloruro de vinilo.

Siendo un polímero resistente al medio ambiente, inerte a los agentes químicos teniendo resistencia eléctrica, resistencia a la oxidación, siendo no flameable y de fácil fabricación, es un material muy ampliamente usado en cualquier tipo de industria.

### a) Estructura química:

La adición de unidades de monómero de cloruro de vinilo puede ocurrir en forma de cabeza-cola resultando posiciones 1,3 de átomos de cloro.



O bien cabeza-cabeza, cola-cola, colocando los átomos de cloro en posiciones 1,2 como sigue:



### b) Propiedades:

Serán buenos solventes aquellos que tengan una alta capacidad de donar electrones, un bajo impedimento estérico para aproximarse a las moléculas del polímero y suficiente volumen para conservar bien separadas las cadenas del polímero. Así encontramos como buenos solventes del cloruro de polivinilo al dibutil ftalato y al dihexil ftalato, así como también a la ciclohexanona entre otros. Existe además un gran número de

combinaciones de solventes que muestran acción sinérgica, como acetona-disulfuro de carbono, acetona-percloroetileno y mezclas de aminas N,N-disustituídas con éteres cíclicos, cetonas alifáticas, piridinas alquilsustituídas e hidrocarburos aromáticos. La ciclohexanona y el tetrahidrofurano son buenos solventes para las medidas físico-químicas, siendo por esto los más ampliamente usados.

A temperaturas mayores de 100° el cloruro de polivinilo empieza a descomponerse a una velocidad notable. Bajo calentamiento el polímero libera ácido clorhídrico, convirtiendolo en un material incoloro, quebradizo y finalmente insoluble. La velocidad de descomposición depende entre otras variables de la atmósfera circundante, la temperatura y el peso molecular del polímero. En presencia de oxígeno, la velocidad es mucho mayor que en presencia de nitrógeno, pero la resina muestra menor decoloración en un grado de reacción equivalente. En una atmósfera inerte, el peso molecular del polímero aumenta desde el principio de la reacción, mientras que en presencia oxígeno tiende a un mínimo, además tienen lugar reacciones adicionales, tales como la formación de peróxidos y clorocetonas, así como rompimiento de cadena y formación de ramificaciones vía radicales libres.

Los cloruros y algunos metales tales como el fierro, el bario, el zinc, son usados como catalizadores de la dehidrohalogenación.

La degradación térmica del cloruro de polivinilo puede ser retardada o disminuída por la adición de estabilizadores del calor. Se distinguen cuatro grupos principales de estabilizadores:

### 1.—Sales metálicas y jabones:

Ejemplos, son el fosfato ácido de plomo,  $PbHPO_4$ , estearatos y lauratos de bario, cadmio y zinc y estearato de plomo. Parte de su actividad está basada en la capacidad de unirse al HCl



Los cloruros metálicos resultantes son usualmente acomplejados por agentes quelantes adicionados, tales como fosfitos de aril o alquil. El estabilizador también actúa reemplazando al -Cl por OCOR; el grupo ester resultante es más estable que la resina original, siendo así una dehidrocloración de bloques.

## **2.—Compuestos de Nitrógeno y Polioles:**

Son ejemplos el pentearitritol, Sorbitol, henzoguanamina. Las bases amino tienen la desventaja de iniciar catálisis por dehidrocloración. Actúan, sin embargo, como antioxidantes e inhibidores de radicales.

## **3.—Compuestos orgánicos metálicos:**

Son ejemplos el pentearitritol, Sorbitol, benzoguanamina. Las bases tilestaño, y S,S-bis (isocilmercaptoacetato de di (n-octil) estaño. Estos materiales pueden reaccionar con HCl y con átomos de cloro activo en la cadena del polímero.

4.—Un cuarto grupo de compuestos es llamado estabilizadores secundarios, ya que solo son efectivos en combinación con un material de los tres grupos de arriba de estabilizadores primarios. Este efecto es llamado sinergismo.

Ejemplos de los estabilizadores secundarios son los aceites epóxicos y varios fosfitos tales como fosfito decil difenil. Las propiedades mecánicas del cloruro de polivinilo depende en gran parte de la formulación del compuesto. Así, dependiendo de la cantidad de estabilizadores y lubricantes podemos encontrar "Vinil Rígido" y compuestos Rígido de Alto Impacto y por la adición de plastificantes "Vinil Flexible", el cual es suave y de apariencia ahulada a temperatura ambiente.

Las velocidades de transmisión de gas aumenta grandemente con el contenido de plastificante y con la temperatura.

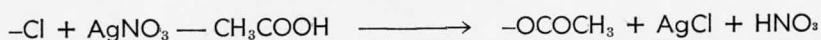
### **c) Propiedades químicas:**

La más importante reacción química del cloruro de polivinilo es su postcloración. El proceso puede ser llevado a cabo en un medio orgánico, como en tetracloruro de carbono, a temperaturas moderadas bajo la influencia de irradiación UV. Al aumentar el contenido de cloro, el producto se vuelve soluble y más tarde se recupera por precipitación con metanol. La reacción puede también ser llevada a cabo en suspensión acuosa con la adición de un agente tal como el cloroformo o el tetracloruro de carbono catalizado por irradiación UV, o un peroxisulfonato de acilo soluble en aceite.

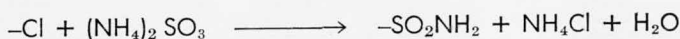
La estabilidad térmica de resinas de cloruro de polivinilo altamente cloradas, al ser medidas por pérdidas de peso por calentamiento, es considerablemente mayor que la del polímero original. La fuerza mecánica de los compuestos clorados es ligeramente mayor, y la resistencia al impacto es menor, que en las resinas iniciales.

Las resinas postcloradas en solución tienen mayor solubilidad que las resinas tratadas en suspensión en la presencia de agentes tales como el cloroformo y el tetracloruro de carbono. La diferencia se piensa es debida a la diferente distribución de las unidades halogenadas.

Su tratamiento con nitrato de plata en ácido acético glacial a 65°C lleva la formación de acetato de polivinil.



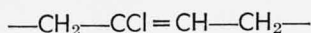
Los átomos de cloro pueden ser intercambiados por grupos sulfonamida, por la reacción de la resina en suspensión acuosa con sulfito de amonio y calentando el producto aislado en la presencia de catálisis de deshidratación.



## G) NEOPRENO

Es un caucho sintético obtenido a partir de 2-cloro 1, 3 butadieno. Puede ser producido en forma de látex o de polímero seco. Comparado con el caucho natural tiene mayor resistencia a la intemperie, el calor, al ozono y a los productos del petróleo, aceites vegetales, grasas animales y muchos productos químicos.

### a) Estructura química:



### b) Propiedades de los neoprenos secos:

Algunas composiciones se hinchan poco por la acción de los aceites vegetales, aceites minerales, hidrocarburos parafínicos y grasas, sin pérdida notable de resistencia, pero se hinchan extraordinariamente con los hidrocarburos clorados y los aromáticos. Aunque se descomponen en una llama, no sostienen la combustión. La permeabilidad al hidrógeno, helio, nitrógeno, oxígeno y gas carbónico es una quinta parte del caucho natural, pero tienen menor resistencia al desgarramiento, retención de flexibilidad a temperaturas subnormales y en resistividad.



El neopreno bruto tiene una densidad de 1.23 g/ml. Es soluble en benceno, tolueno, xileno, acetato etílico y metiletil cetona y en mezclas de hidrocarburos aromáticos (tolueno) con hidrocarburos alifáticos (hexano, gasolina), pero es insoluble en metanol, etanol, acetona e hidrocarburos alifáticos.

#### **Propiedades de los látex de neopreno:**

Son dispersiones alcalinas que contienen agentes de dispersión y estabilización. Las partículas de estos látex están cargadas negativamente; son uniformes, con un diámetro próximo de 0.15 micras. El neopreno puede ser precipitado del látex en forma de membrana elastomérica por diferentes métodos.

#### **c) Toxicidad:**

El neopreno está, casi por completo exento de toxicidad, como lo indican las pruebas de alimentación realizadas con animales para investigar sus efectos sobre el organismo, y las pruebas del parche en las personas para averiguar las posibilidades que produzca dermatitis.

#### **d) Usos:**

Se emplea en guantes, máscara contra gases y otros artículos que mantienen íntimo contacto con la piel. También se usa en cierres de botes y para frasquitos de inyecciones.

Debido a su uso los ingredientes que se unen al neopreno deben ser seleccionados cuidadosamente y la composición final comprobada.

### **H) POLICARBONATOS**

Son resinas termoplásticas compuestas de poliésteres aromáticos lineales del ácido carbónico. Su temperatura de reblandecimiento es elevada, singular resistencia al impacto.

Es transparente, tiene excelente estabilidad dimensional, gran resistencia a la tracción, resistencia a la flama y buenas propiedades eléctricas, en un intervalo amplio de temperatura.

### a) Estructura química:

Los policarbonatos son ésteres del ácido carbónico y bis (p-hidroxifenil) alcanos o compuestos análogos. Su fórmula general es:



Es posible una extensa posibilidad de sustituyentes en los anillos aromáticos. Así se han utilizado como tales los grupos alquílicos y los halógenos. El átomo central puede ser C, S, u O, o bien dos anillos aromáticos están unidos directamente como en el bifenilo. Cuando el átomo central es C, puede sostener restos alquílicos, cicloalquílicos o grupos arílicos. Los sustituyentes en el átomo de C central ejercen una influencia muy marcada en las propiedades de los polímeros. De estos los que son de interés comercial en la actualidad poseen un átomo de C central con dos grupos metílicos.

### b) Propiedades:

Se hará referencia a las propiedades de los policarbonatos comerciales derivados del bisfenol "A".

#### Propiedades moleculares:

El policarbonato del bisfenol "A", de importancia comercial es inodoro, insípido; densidad 1.20; índice de refracción a 25°C, 1.584°, 1.587°; transmisión de vapor acuoso,  $3-4 \times 10^{-8}$  g/(hr) (cm<sup>2</sup>) (cm Hg/cm); transmisión de nitrógeno  $0.012 \times 10^{-8}$  cm<sup>3</sup> (STP) (seg) (cm<sup>2</sup>) (cm Hg/mm).

En ausencia de humedad, y de sustancias alcalinas o ácidas, los policarbonatos fundidos son estables por largo tiempo a temperatura hasta de 300°C. La rigidez y el gran volumen de las macromoléculas determina una alta viscosidad del producto fundido.

#### Propiedades mecánicas:

Ofrecen: interés especial las propiedades de los policarbonatos aromáticos, en particular la tenacidad y la resistencia al choque. Las propiedades físicas no sufren más que cambios ligeros en un intervalo amplio de temperatura.

La flexibilidad de las películas a bajas temperaturas se mantienen hasta  $-72^{\circ}\text{C}$ . A  $100^{\circ}\text{C}$ , las películas conservan 70% de la resistencia a la tracción que poseen a la temperatura ambiente.

### **Propiedades térmicas:**

Estas propiedades son extraordinarias para resinas termoplásticas. La temperatura de reblandecimiento se acerca a la de los materiales termoestables.

### **Propiedades eléctricas:**

Por su carácter aromático son muy resistentes a la radiación gamma, más que el polietileno, los polifluorocarbonos, los poliésteres y los polímeros del cloruro de vinilo.

### **Propiedades ópticas:**

La diafinidad óptica es buena, pero es inferior a la de los polímeros del metacrilato de metilo. En películas es superior a la del polietileno y del polipropileno.

La transmisión luminosa de una película de policarbonato vaciada de una solución y de 80 milimicras de espesor es de 85-90% en la región del espectro visible. En la zona ultravioleta disminuye notablemente la transmisión y en la longitud de onda de 290 milimicras la absorción es casi total.

### **Propiedades químicas:**

Los policarbonatos son solubles en los hidrocarburos clorados como el cloruro de metileno, y se disuelven parcialmente en los hidrocarburos y en las cetonas. Los policarbonatos pueden precipitar de sus soluciones. También se pueden preparar emulsiones acuosas. Los policarbonatos poseen una solubilidad menor y algunos son insolubles, con la introducción de sustituyentes, para disminuir la simetría y especialmente aumentar la masa de los grupos constituyentes, aumenta la solubilidad.

Esta no se altera sólo por las sustituciones realizadas en el carbono central, sino también por los sustituyentes en los núcleos aromáticos.

La resistencia química de los policarbonatos (películas) se probó por inmersión durante 13 semanas en distintos medios operando a la temperatura ambiente.

La resistencia al envejecimiento se determina por exposición a la luz, aire, ácido húmico y microorganismos del suelo.

Expuestas a la intemperie por un año se conservan sin alteraciones del color y sin cambios importantes de las propiedades físicas. Muestras enterradas en un jardín permanecían sin alteración al cabo de un año.

#### **c) Estabilidad:**

Es estable el agua, a los ácidos diluidos, a las grasas y aceites, a los hidrocarburos parafínicos. La estabilidad al oxígeno atmosférico a temperaturas elevadas es excelente. No es estable a los alcalis. Posee buena estabilidad a la hidrólisis en calor húmedo.

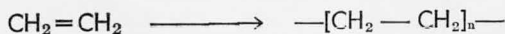
#### **d) Aplicaciones:**

Las propiedades ópticas juntamente con las buenas cualidades de envejecimiento y la estabilidad a los aumentos de temperatura indican el uso de este material en piezas de óptica, como en lentes para exterior, lentes para instrumentos y otros artificios de iluminación. Se expende también películas de varios gruesos para trabajos de experimentación.

## **I) POLIETILENO**

El polietileno es un polímero cuya unidad estructural es el etileno, en general se encuentra ramificado y esto dará origen a una serie de propiedades fundamentales como la densidad, dureza, flexibilidad, viscosidad, en fusión, transparencia, adherencia en el recubrimiento por extrusión, etc.

#### **a) ESTRUCTURA:**



#### **b) PROPIEDADES FISICOQUIMICAS:**

Una clasificación general distingue los polietilenos en tres rangos de densidad a saber:

Baja Densidad .....	0.910 – 0.925 g/ml
Media Densidad .....	0.926 – 0.940 g/ml
Alta Densidad .....	0.941 – 0.965 g/ml

### c) RESISTENCIA QUIMICA:

El polietileno es muy insoluble e inerte con un gran número de agentes químicos. Se puede decir que su resistencia química es complementaria a la de los materiales metálicos. Con pocas excepciones es resistente al ataque de las sales orgánicas, y sus soluciones, a soluciones alcalinas y ácida y a otras que son causantes de corrosión metálica.

A temperatura ambiente el polietileno es practicamente insoluble en la mayoría de los solventes orgánicos comunes, aún cuando estos pueden ser absorbidos causando ablandamiento o fragilidad. Cuando se trabaja arriba de 70°C, los polímeros en general son solubles en algunos solventes como: Xileno, Tolueno, Acetato de Amilo, Tricloroetileno, Parafina y Aguarrás. Sin embargo, son insolubles en Glicerina, Eter, Sulfuro de Carbono, Acetona o Aceite de Lino.

Es extremadamente resistente al agua, excepto a temperaturas elevadas, a las cuales existe riesgo de oxidación.

La absorción de agua de una muestra de polietileno sumergida durante un año a temperatura ambiente, fue de sólo 0.15% en peso. La muestra era un disco de 5.3 cm de diámetro y 1 mm de espesor, de índice de fusión 20 y densidad 0.916 g/ml.

Las soluciones que pueden causar oxidación al polietileno, son por ejemplo, el peróxido de hidrógeno (30%) y las soluciones de permanganato.

La tabla siguiente muestra la resistencia frente a algunos ácidos y alcalis comunes, de un polietileno de índice de fusión 2 y densidad 0.922 g/ml, y los efectos del período de contacto, temperatura y concentración de las soluciones. En cambio en la densidad del polímero no tiene un efecto marcado, excepto a temperaturas altas donde los polímeros más densos pueden presentar ventajas sustanciales.

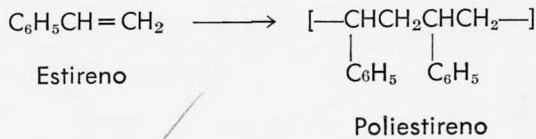
Reactivos	RESISTENCIA QUIMICA DE "ALKATHENE 2"				Apariencia Observaciones
	Tiempo y Temperatura	Incremento en peso	Pérdida en Fuerza Tensil (%)	Pérdida (%) de elongación	
25 % Acido Sulfúrico	1 mes a 20°C	0.1	No	No	No cambia
50 % Acido Sulfúrico		0.1	No	No	No cambia
80 % Acido Sulfúrico		0.1	No	No	Café en la superficie
98 % Acido Sulfúrico		0.1	No	No	Café oscuro en la superficie
36 % Acido Clorhídrico	" "	0.1	No	No	No cambia
25 % Acido Nítrico	" "	0.1	No	No	Lig. amarillo
50 % Acido Nítrico	" "	0.3	No	No	Amarillo
80 % Acido Nítrico	" "	1.9	10	40	Amarillo
95 % Acido Nítrico	" "	6.9	20	75	Amarillo
25 % Acido Crómico	" "	0.1	No	No	No cambia
98 % Acido Fosfórico	" "	0.1	No	No	No cambia
Acido Fórmico	" "	0.1	No	No	No cambia
Acido Cítrico	" "	0.1	No	No	No cambia
Acido Láctico	" "	0.1	No	No	No cambia
30 % Sosa Caústica	" "	0.1	No	No	No cambia
50 % Acido Nítrico	1 mes a 40°C	1.9	30	55	Amarillo, quebradizo se rompe al unirse
25 % Acido Sulfúrico	1 mes a 60°C	0.1	No	No	No cambia
50 % Acido Sulfúrico		0.1	No	No	No cambia
30 % Acido Sulfúrico		0.1	No	No	Café en la superficie
25 % Acido Nítrico		0.5	5	10	M u y ligeramente amarillo en la sup.
50 % Acido Nítrico	" "	7.5	50	70	Quebradizo
80 % Acido Nítrico	1 semana a 60°C	17.5	90	100	Amarillo, se desintegra en uniones
36 % Acido Clorhídrico	1 mes a 60°C	0.1	No	No	No cambia
98 % Acido Fosfórico	" "	0.1	No	No	Ligeramente café no se afecta.

## J) POLIESTIRENO

El poliestireno es uno de los termoplásticos menos costosos, se le emplea en gran número de aplicaciones por su facilidad de fabricación, sus notables propiedades y el constante descubrimiento de tipos mejorados.

### a) Estructura química:

El estireno es polimerizado por el mecanismo de radicales libres, con catalizadores o sin ellos. La velocidad de polimerización aumenta exponencialmente con la temperatura y dá por resultado polímeros incoloros y diáfanos, con excelentes propiedades físicas y eléctricas.



### b) Tipos de poliestirenos:

Propiedades:

- 1.—Poliestireno no modificado.
- 2.—Poliestireno para fuerte impacto.

Presentan: Elongación y resistencia al impacto muy mejoradas. Son mezclas mecánicas de poliestireno y caucho o copolímeros de estireno caucho. La cantidad de caucho entre 2 y 20% pudiendo ser el caucho natural o sintético.

Comparados con el poliestireno no modificado, estos materiales tienen poca tendencia al agrietamiento, propiedades menos satisfactorias de envejecimiento, y da resistencia a la intemperie y permiten el empleo de materiales insertos en el molde. Pueden mezclarse con el no modificado para obtener propiedades intermedias.

- 3.—Poliestireno resistente al calor.

Se producen por copolimerización del estireno con otros monómeros, o por técnicas de polimerización que dan por resultado polímeros con sólo indicios del monómero o de disolventes volátiles. Tiene temperatura de distorsión sobre 93°C.

- 4.—Poliestireno resistente a los disolventes y a los productos químicos.

Los copolímeros del estireno con 50% de acrilonitrilo o con monómeros afines presentan resistencia grandemente mejorada al ataque químico por muchos reactivos y pueden tener elongación y resistencia a la tracción algo mayores que el poliestireno no modificado. Se hinchan, pero no se disuelven por los compuestos aromáticos, son solubles en cetonas. Son resistentes a los aceites de motores a ciertas gasolinas y querosenos y al hepteno normal. Los copolímeros del estireno con el acrilonitrilo son más higroscópicos que el poliestireno no modificado. Pueden ser ligeramente amarillos. Son incompatibles con el poliestireno no modificado.

#### 5.—Poliestireno estabilizado para la luz.

La estabilización del poliestireno para evitar los efectos de la luz se puede conseguir por medio de la adición de una serie de aminas saturadas alifáticas y cíclicas y aminoalcoholes.

#### 6.—Plásticos extendidos.

Las espumas del poliestireno extendido tienen mucho uso desde hace años. Las espumas son producidas mediante la introducción de un agente espumante como el cloruro de metilo, a presión elevada, en el poliestireno fundido, el cual es extrusado como trozos o planchas de varios tamaños. Tienen poca densidad, baja conductividad térmica y buena resistencia estructural, forman barreras excelentes para el vapor de agua. Mediante adhesivos y procedimientos apropiados, pueden ser ligados a madera, metales, paredes, muros, telas, papel, vidrio y algunos otros plásticos.

### **c) Propiedades físicas:**

Es un termoplástico transparente como el cristal duro y rígido de bajo peso específico, completamente exento de color y de sabor. Su adaptabilidad para el moldeo por inyección y por extrusión combinada con su bajo costo y poca densidad, dá por resultado piezas moldeadas de muy bajo costo unitario. Tiene excelentes propiedades físicas, eléctricas, resistencia selectiva al ataque por los productos químicos, muy poca absorción de humedad y extensas posibilidades de colorido. Es muy estable a las temperaturas de fabricación y conserva buenas propiedades físicas a todas las temperaturas inferiores a la de distorsión por calor.

En las propiedades físicas influyen el método y las condiciones de polimerización, la construcción molecular del polímero, el grado de orientación después de la fabricación con sus técnicas, las temperaturas a las que se miden las propiedades, el tamaño de la muestra en ensayo, así como su forma, y las impurezas presentes en el monómero y polímero.



que a presiones superiores no fallan tan pronto, sino que exhiben un punto en que ceden y continúan alargándose hasta 30% antes de romperse. Esta propiedad se debe a su mayor tenacidad comparada con la del poliestireno no modificado. Esta es la base de muchas aplicaciones.

**d) Usos:**

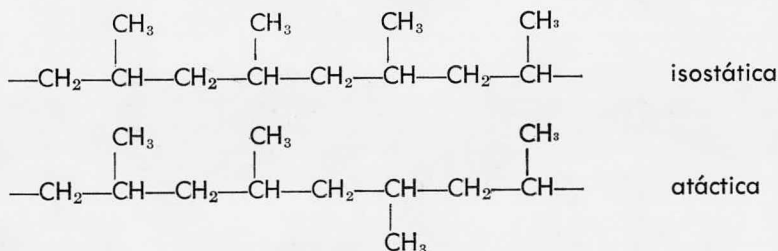
Sus usos son limitados en algunas aplicaciones que requieren exposición prolongada a la luz del sol y a los agentes atmosféricos, que lo pondrán amarillo con la consecuente reducción de sus propiedades físicas. Incluso con los tipos resistentes al calor, la exposición a temperaturas superiores a 104° excluye el empleo del poliestireno.

**K) POLIPROPILENO**

El es el termoplástico comercialmente disponible con menor densidad, tiene gran resistencia y rigidez, excepcional duración al doblar y buena dureza de superficie. Esencialmente no es afectado por la mayoría de los agentes químicos, sin romperse por tensión. Las propiedades dieléctricas son excelentes. Tiene buena resistencia a la abrasión, por lo que su apariencia atractiva persiste.

**a) Estructura química:**

El polímero lineal del polipropileno tiene una estructura semejante a la del caucho natural, sólo teniendo sustituyentes metílicos, pero en lugar de ir ligados a los carbonos con dos carbonos intermedios, los metilos van sobre carbonos alternos.



En la polimerización del propileno con catalizadores del tipo Ziegler se obtienen fácilmente dos formas de polipropileno a saber, la ordenada o cristalina (isostática) y la desordenada o amorfa (atáctica), presentando ésta última incapacidad de cristalizar. Esta incapacidad se traduce en propiedades físicas y plasticomecánicas inferiores. El polipropileno atáctico

es un material elastómero con menor temperatura de reblandecimiento, menor densidad y mayor solubilidad en comparación con el polímero isotáctico. Los grados comerciales, varían en su contenido cristalino desde 55 a 65% aproximadamente en peso del polímero.

El grado de cristalinidad es de máxima importancia en los usos que implican pequeña deformación, las propiedades particularmente afectadas son: El módulo de elasticidad y la dureza. Para las aplicaciones en que se necesitan polímeros rígidos o duros, el grado medio de cristalinidad debe ser alto. La presencia de material atáctico reduce la cristalinidad en conjunto, puede reducirse por extracción con hidrocarburos calientes.

#### **Peso molecular:**

Este es importante para la resistencia al impacto.

Las muestras del polímero no son frágiles cuando contienen alto contenido de porción amorfa (mayor del 70%), cualquiera que sea el peso molecular, mientras que las muestras con un grado de cristalinidad relativamente alta, son frágiles cuando el peso molecular numérico medio no pasan de cierto mínimo.

#### **b) Propiedades físicas:**

El polipropileno es el más ligero de todos los plásticos comerciales (densidad 0.90). Su alto punto de fusión (168-171°C) le da excelente resistencia térmica. En comparación con el polietileno de alta densidad, el polipropileno tiene valores más altos en resistencia a la tracción, dureza, rigidez, resiliencia, claridad y en general una permeabilidad equivalente para gases y vapores. Los productos de polipropileno son más lisos y de superficie más lustrosa que los fabricados con polietileno.

El polipropileno no es higroscópico y tiene excelentes propiedades dieléctricas, incluso a altas frecuencias.

#### **c) Propiedades químicas:**

Se oxida a altas temperaturas (mayores de 100°C) con formación de grupos de hidroperóxido en la cadena del polímero.

La posición más vulnerable para el ataque por radicales libres es la del átomo de carbono terciario, que es el átomo de Hidrógeno menos estable frente a la oxidación en un hidrocarburo saturado. El aumento

de contenido de oxígeno del polímero (grupos carbonilo e hidroxilo) conducen a la alteración del color, aparición de olor, reducción del peso molecular y fragilidad. Se agregan pequeñas cantidades de antioxidantes adecuados (0.1-1%) como protectores en la elaboración y uso del polímero en plásticos.

Además de la oxidación térmica ocurre fotooxidación relativamente rápida, cuando es expuesto a la luz solar, la cual puede evitarse mediante absorbentes de radiación ultravioleta, negro de carbono u otros pigmentos opacos.

El polipropileno al igual que la mayoría de las poliolefinas cristalinas tiene excelente resistencia a los disolventes, grasas, aceites, ácidos, álcalis y muchos otros productos químicos corrientes. A temperaturas más altas (por ejemplo a 60°C) con tetracloruro de carbono, trementina, benceno, disulfuro de carbono, alcohol isopropílico y aceite de transformador, el material presenta buena resistencia.

#### **d) Usos:**

La alta resistencia química, es útil en los usos que requieren esterilización por vapor, como los utensilios de hospitales.

El polipropileno fundido puede hilarse en fibras cuya resistencia a la tracción y elongación son equivalentes a las del nylon. La fibra o su mezcla con otras fibras es una de las aplicaciones de mayor volumen del polipropileno.

Las películas para envoltura tienen mucho brillo y claridad, excelente resistencia al desgarramiento y a la tracción y mejor resistencia al impacto que la del polietileno de alta densidad a temperatura ambiente. La flexibilidad a baja temperatura es equivalente a la del polietileno de alta densidad y la película es muy resistente a la penetración de gases y olores.

## CAPITULO III

# METODOLOGIA ANALITICA

### 1) PRUEBAS MECANICAS

#### PROPIEDADES TENSILES:

**MUESTRA:** Las muestras deben ser placas de moldeo por compresión o moldeadas por inyección. Esto es dado por las condiciones estándar. Sus dimensiones pueden variar, pero su espesor típicamente es de 1/8 pulg.

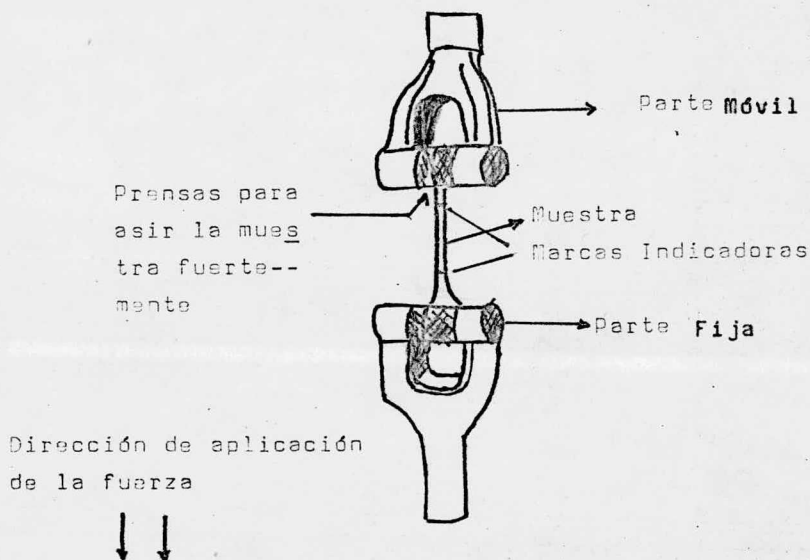
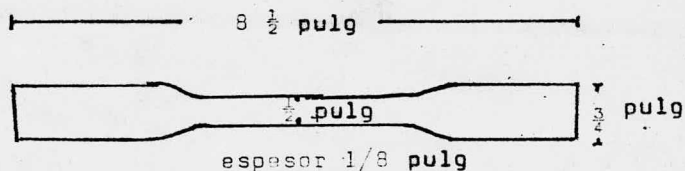
**Procedimiento:** Ambos extremos de la muestra son firmemente sujetos en las mordazas de una máquina de prueba INSTRON. Las mordazas deben irse separando a una velocidad de 0.2, 0.5, 2.0 o 20 pulg/min, estirando la muestra por ambos extremos. La fuerza es graficada automáticamente contra la deformación.

**SIGNIFICADO:** Las propiedades tensiles son la más importante indicación de la resistencia de un material. La fuerza necesaria para estirar la muestra es determinada junto con el alargamiento de pre-rompimiento. El coeficiente elástico (coeficiente de elasticidad o coeficiente tensil) es la relación de la fuerza de estiramiento bajo la restricción proporcional del material. Es el dato de tensión más útil porque las partes deben ser ajustadas a un grado de fuerza menor a ésta.

Para algunas aplicaciones donde se desea una elasticidad semejante a la del caucho es recomendable un alto coeficiente de elasticidad. En cambio para partes rígidas no importa que el material se pueda alargar mucho.

Ya ventaja de una elongación moderada es que permite absorber rápidamente impactos y golpes. Por lo que el área total bajo la curva de fuerza de alargamiento es indicativo de la resistencia que abarca. Un material de fuerza de tensión muy alta y poca elongación deberá ser quebradizo.

PROPIEDADES TENSILES .



I N S T R O N

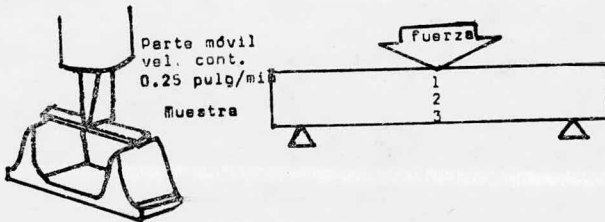
(\*) Para Polietileno el std (I) requiere el uso de muestras descritas en las pruebas de tensión para hule vulcanizado (2), Die C. Esta muestra es más pequeña y tiene una elongación mucho mayor que el polietileno.

## PROPIEDADES DE FLEXION:

**MUESTRA:** Usualmente de dimensiones  $1/8 \times 1/2 \times 5$  pulg. Se pueden usar placas o láminas con un espesor de  $1/16$  pulg. Lo largo y ancho dependen del espesor. Las muestras son tratadas de acuerdo al procedimiento A (3).

**PROCEDIMIENTO:** La muestra es colocada sobre unos soportes separados por 4 pulg. Se aplica una presión en el centro a una velocidad especificada, y la presión al romperse (psi) es la fuerza de flexión. Para los materiales que no rompen, la propiedad de flexión usualmente dada es la fuerza de flexión que produce 5% de estiramiento.

**SIGNIFICADO:** En flexión, una traba es sujeta tanto a la fuerza tensil como a la de compresión como es indicado en la figura. Debido a que la mayoría de los plásticos no se rompen, sino que sólo son grandemente flexionados, la fuerza de flexión no puede ser calculada. En lugar de eso se calcula la fuerza en el 5% de deformación. Esto es la presión en psi necesarias para alargar la superficie un 5%.



## IMPACTO IZOD:

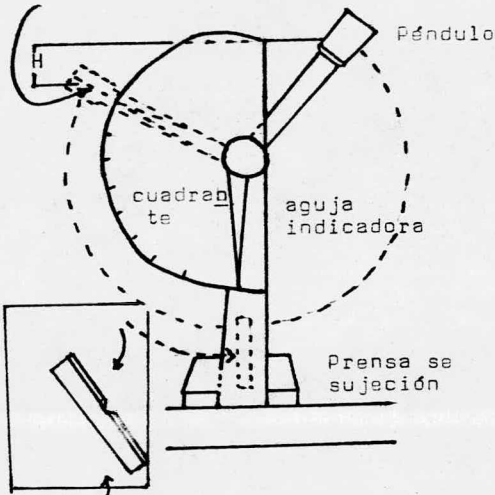
**MUESTRA:** Usualmente de  $1/8 \times 1/2 \times 2$  pulg. Las muestras de otro espesor pueden ser usadas (arriba de  $1/2$  pulg) pero  $1/8$  es frecuentemente usado para materiales moldeados porque son representativos del espesor promedio. Una insición es cortada en el lado estrecho de la muestra, la cual es tratada según el procedimiento A, (3).

**PROCEDIMIENTO:** La muestra es sujeta en la base de una máquina de Péndulo (ver figura), así que es soportada hacia arriba con la insición hacia la dirección del impacto. El péndulo es liberado y la fuerza consumida en el rompimiento es calculada de la altura que alcanza el péndulo en su recorrido.

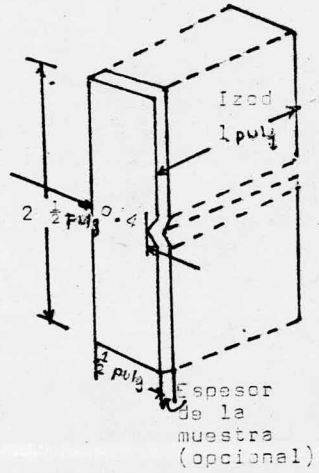
**SIGNIFICADO:** La prueba del Impacto Izod indica la energía requerida para romper la muestra bajo condiciones estándar. Es calculada como pie lb/pulg de fuerza y es usualmente calculada en base a una pulgada de muestra aunque la muestra usada puede ser más delgada en la dirección lateral (ésta es indicada en la guía del espécimen Izod).

El valor Izod es útil comparando varios tipos o grados de plástico. Al comparar un plástico con otro, sin embargo, no debe ser considerada la prueba Izod como un indicador confiable de la resistencia que abarca o de la fuerza de impacto. Algunos materiales son sensibles a la incisión y derivan mayores concentraciones de fuerza de la operación de incisión. La prueba de Impacto Izod indica la necesidad de evitar la formación de esquinas en partes hechas de estos materiales. Por ejemplo, nylon y plásticos de tipo acetal, los cuales en partes moldeadas están entre los materiales más duros, son sensibles a la incisiones (o cortaduras) y registran valores relativamente bajos en las pruebas de Impacto Izod.

Aguja y Péndulo  
después del  
impacto.



Muestra recortada



Valor del impacto  
calculado en base  
a 1 pulg, por ejem-  
plo muesca de 1 pulg  
de longitud.



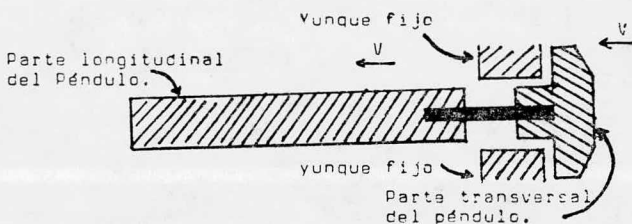
## IMPACTO TENSIL:

**MUESTRA:** Son pequeñas muestras tipo de barras tensiles de 2 1/4 pulg de longitud. Las muestras son acondicionadas de acuerdo al procedimiento A (3).

**PROCEDIMIENTO:** La muestra es colocada entre las dos secciones del péndulo (ver figura). El péndulo es liberado y oscila, pasa por un yunque fijo el cual detiene la parte transversal del péndulo. La otra sección del péndulo continua avanzando, llevándose la porción rota de la muestra.

La energía perdida (energía del impacto tensil) es registrada indicándonos también si el material era quebradizo o dúctil.

**SIGNIFICADO:** Esta prueba es relativamente nueva, fue adoptada por la ASTM en 1961, y hay relativamente pocos datos disponibles para determinar su exactitud y utilidad. Sin embargo, las ventajas posibles sobre la prueba de Lzod son inmediatamente aparentes: No sensibilidad a la insición (o muesca) y la energía no es usada para empujar a un lado la porción de la muestra.



## DUREZA ROCKWELL:

**MUESTRA:** Láminas o placas de espesor mínimo de 1/4 pulg, aunque pueden ser más delgadas si es necesario. Normalmente las muestras son condicionadas de acuerdo al procedimiento A, (3).

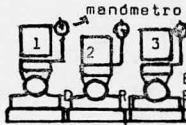
**PROCEDIMIENTO:** Una bala de acero de coeficiente de carga bajo es aplicado a la superficie de la muestra. Esta mella ligeramente y hace un buen contacto. El manómetro es puesto entonces en cero. La carga superior es aplicada por 15 seg., dejando la carga inferior aplicada. Después de 15 seg. la mella producida es notada.

Los tamaños de las cargas y las balas varían, los valores obtenidos con un conjunto no pueden ser correlacionados con valores de otros.

**SIGNIFICADO:** La dureza Rockwell puede diferenciar durezas relativas de diferentes tipos de un plástico dado. Pero ya que la recuperación elástica está relacionada con la dureza, no es válido comparar la dureza de varias clases de plásticos completamente en las bases de esta prueba.

La dureza Rockwell no es un índice de las cualidades de uso o de la resistencia a la abrasión. Por ejemplo, los poliestirenos tienen valores más altos de dureza Rockwell, pero sobre resistencia a rayarse.

1 Bala aplicada, menor coeficiente de carga. Mella a superficie B. Ajustar a cero



3 Mayor coeficiente de carga eliminado, permitiendo un coeficiente de carga menor. Se obtiene mella en R

2 Mayor coeficiente de carga adicionado. Mella de superficie a D

La distancia RB es usada para calcular la dureza Rockwell, ésta puede ser leída directamente en el manómetro.

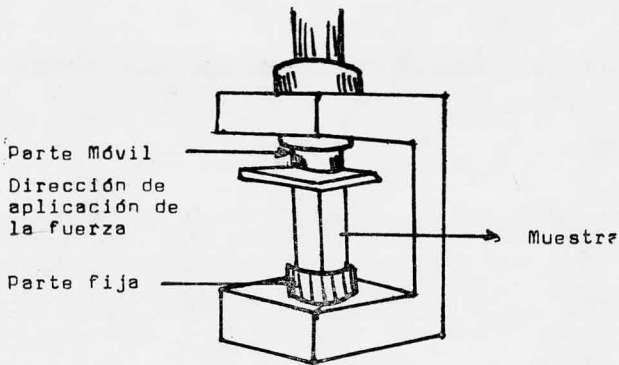
### PROPIEDADES DE COMPRESION DE PLASTICOS RIGIDOS:

**MUESTRA:** Prismas de  $1/2 \times 1/2 \times 1$  pulg o cilindros de  $1/2$  pulg de diámetro  $\times$  1 pulg.

**PROCEDIMIENTO:** La muestra es colocada como indica la figura ejerciendo una velocidad constante sobre ésta. Un manómetro registra la carga.

Las muestras son normalmente condicionadas de acuerdo al procedimiento A, (3). La fuerza de compresión de un material es calculada como los psi requeridos para la ruptura de la muestra o deformación de un por ciento dado de su altura. Puede ser rexpresado como psi de ruptura o como por ciento de grado de deformación.

**SIGNIFICADO:** Las fuerzas de compresión tienen un valor limitado, ya por cargas de compresión. Sin embargo, pueden ser útiles en especificaciones para distinguir entre los diferentes grados de un material y también que los productos plásticos (excepto espumas) raramente se rompen sólo para determinar junto con otros datos de propiedades, la resistencia que abarca.



## 2) PRUEBAS OPTICAS

### HAZ Y TRANSMITANCIA LUMINOSA DE PLASTICOS TRANSPARENTES

**MUESTRA:** Se usan películas transparentes y láminas o muestras moldeadas que tengan superficies planas paralelas. Se recomienda un disco de 2 pulg de diámetro. Se requiere no modificado.

**PROCEDIMIENTO:** El procedimiento A es seguido cuando se usa un hazómetro en las determinaciones.

El procedimiento B es seguido cuando se usa un registrador de espectrofotómetro.

**SIGNIFICADO:** En esta prueba el haz de una muestra es definido como el por ciento de luz transmitido, a través de la muestra, desviada más de  $2.5^\circ$  del rayo incidente por dispersión radial.

La transmitancia luminosa es definida como la relación entre la luz transmitida y la luz incidente. Estas cualidades son consideradas en la mayoría de las aplicaciones para plásticos transparentes. Ellos forman una base para la comparación directa de transparencias de varios grados y tipos de plásticos.

Desde el punto de vista de los fabricantes de materias primas, son importantes las pruebas de control en varios pasos de la producción.

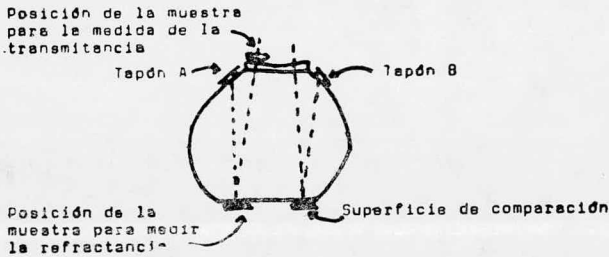
## REFRACTANCIA LUMINOSA, TRANSMITANCIA Y COLOR:

**MUESTRA:** Los especímenes opacos deben tener por lo menos una superficie plana. Las especies translúcidas y transparentes deben tener dos superficies planas y paralelas. La pieza debe tener por lo menos 2 pulg de diámetro.

**PROCEDIMIENTO:** La muestra es colocada en el instrumento junto con una superficie de comparación (yeso blanco). Las muestras son colocadas en el instrumento, y la luz de diferentes intervalos de longitud de onda son dirigidas a la superficie. Se mide entonces la luz refractada o transmitida para obtener los valores de las superficies enlistadas abajo.

**SIGNIFICADO:** Esta prueba es el método primario para obtener datos colorimétricos. Las propiedades determinadas incluyen lo siguiente:

- 1.—Refractancia Luminosa Total o Refractancia Direccional Luminosa.
- 2.—Transmitancia Luminosa.
- 3.—Coordinados Cromáticos X y Y (color).



### 3) PRUEBAS DE ESTABILIDAD FISICA

#### DESGASTE EXTERNO

**MUESTRA:** Tamaño no especificado. Los especímenes para esta prueba pueden consistir de cualquier muestra de prueba moldeada tipo o piezas cortadas de láminas o muestras de máquinas.

**PROCEDIMIENTO:** Las muestras son colocadas al exterior en soportes inclinados en ángulos de  $45^{\circ}$  mirando hacia el sur. Es recomendable que la exposición sea llevada a cabo en climas variados para obtener datos más amplios y representativos. Algunas de las muestras son guardadas en el interior como controles y comparación. Los reportes de desgaste describen completamente todos los cambios notados, así como también las áreas de exposición y períodos de tiempo.

**SIGNIFICADO:** El desgaste observado es lo más exacto para obtener un panorama cierto de la resistencia al ambiente. El inconveniente de esta prueba es el tiempo requerido para obtener resultados de exposición reales.

Un gran número de especímenes requieren cambios periódicos para obtener pruebas de laboratorio representativas, con exposición medida al ambiente.

## **PERDIDA DE PESO POR CALENTAMIENTO**

**MUESTRA:** Medidas de  $3 \times 1 \times 1/8$  pulg, condicionado 48 hr. en condiciones anhidras de  $\text{CaCl}_2$  a  $23^\circ\text{C}$ .

**PROCEDIMIENTO:** Las muestras condicionadas son pesadas y colocadas en una estufa por 72 hrs. a  $82^\circ\text{C}$ . Enfriar en desecador con Cloruro de Calcio anhidro a  $23^\circ\text{C}$ . Pesar las muestras y calcular el % de pérdida.

**SIGNIFICADO:** Esta prueba para celulósicos indica una estabilidad acelerada general, especialmente cuando el servicio a altas temperaturas es anticipado. Rápidamente se muestra en pérdida de peso, cambio dimensional, o ambos, si una formulación particular es o no suficientemente estable para una aplicación dada.

La volatilidad del plastificante es generalmente la causa de pérdida de peso en el calentamiento, y esta prueba es comunmente usada para ayudar a elegir los plastificantes que darán los balances deseados de propiedades y estabilidad.

## **DESGASTE ACELERADO:**

**MUESTRA:** Puede ser de cualquier forma, de medidas mayores a  $5 \times 2 \times 7$  pulg.

**PROCEDIMIENTO:** El desgaste artificial ha sido definido por la ASTM como "la exposición del plástico a condiciones de laboratorio cíclicas, involucrando cambios en la temperatura, humedad relativa y radiaciones ultravioleta (UV) con o sin rocío directo de agua, para poner a prueba y producir cambios en el material como los observados después de un término largo y contínuo de exposición al medio ambiente externo.

Tres tipos de fuentes de luz han mostrado ser convenientes. La selección de la fuente involucra muchas condiciones y circunstancias, como el material a ser probado, propósito y uso, experimentación previa y el tipo de información deseada.

**SIGNIFICADO:** Se pueden emplear 12 tipos de aparatos con dos diferentes condiciones de exposición. Una emplea luz continua con rocío de agua intermitente y es normalmente usado porque provee una proporción luz-humedad generalmente satisfactoria para la simulación del desgaste natural.

Una alternativa es, 18 horas de luz a 50% de humedad relativa con rocío de agua intermitente seguido por 6 horas de oscuridad a 95% de humedad relativa con agua condensada sobre la muestra de prueba, este es recomendable cuando se desea conocer el efecto acentuado de la humedad.

Ya que el desgaste varía día a día, año con año y de lugar a lugar, no existe una correlación precisa entre el desgaste artificial y el natural. Sin embargo condiciones de laboratorio tipo producen resultados con aceptable reproductibilidad y están de acuerdo por lo general con datos obtenidos de exposición al exterior. Por lo tanto se pueden obtener rápidamente indicaciones de la facilidad de desgaste de muestras de materiales conocidos, que aunque el experimento de prueba cubre un período de tiempo, son representados por correlaciones generales establecidos. No hay un sustituto artificial para predecir exactamente la facilidad de desgaste natural de estos materiales para los cuales no se ha realizado una previa historia de su desgaste.

#### **EFFECTO PERMANENTE DEL CALOR:**

**MUESTRA:** Puede ser cualquier pieza de plástico o parte moldeada.

**PROCEDIMIENTO:** Las muestras son colocadas circulando en una estufa a una temperatura (múltiplo de 25°C) que sea cercana a la temperatura límite del material. Si después de 4 horas no se observa cambio, la temperatura es incrementada en 25°C en intervalos de 4 horas hasta que el cambio ocurra.

Puede presentarse cambios en cualquier propiedad o propiedades de interés especial-mecánica, visual, dimensional, color, etc. De ésta manera muchos efectos del calor pueden ser observados y la especificación requerida puede ser acordada individualmente entre las partes concernientes.

Esta prueba es de valor particular para las aplicaciones estabilizadoras o potenciales que dan servicio a elevadas temperaturas. Permite la comparación con varios plásticos y grados de un plástico en partes moldeadas en producto terminado.

#### 4) IDENTIFICACION DE MATERIALES PLASTICOS

Para lograr la identificación de los diferentes materiales plásticos se ha escogido la elaboración de su espectro infra-rojo y para poder obtenerlo se requiere la preparación de películas, estas pueden ser logradas por tres métodos principales, eligiendo el más conveniente de acuerdo a la naturaleza de la muestra bajo prueba.

##### a) METODO 1: Preparación de películas usando la plancha de infra-rojo.

Tipo de muestra	Condiciones Std. de Temp. (°C)	Condiciones Std. de Presión
Acetales	190°	4 000 Lbs.
Acrílicos	230	"
Esteres Celulósicos	190	"
Polietileno	125	"
Polipropileno	230	"
Policarbonatos	300	"
Poliestireno	200	"
Vinil Acetales	190	"

La temperatura estándar de trabajo se seleccionará según la muestra. Exactamente a la temperatura deseada se coloca la muestra (200-300 mg) en la placa inferior y se procede a hacer presión hasta 4 000 Lbs. Se deja actuar por el lapso de 15 a 20 min. Se abre la válvula de vapor poco a poco hasta que el aparato este completamente frío, accione el botón de caída de presión y separe las placas; con sumo cuidado quite la película y colóquela sobre la celdilla. Corra el espectro infrarojo y compare con gráficas tipo.

##### b) METODO 2: Preparación de películas usando solventes.

Si por las características propias del material no se logra la película en la plancha de I.R. Se procede a probar la solubilidad del material en metil etilcetona, ciclohexanona y cloroformo. Si es soluble en alguno de estos solventes, se colocarán de 0.1 a 1 g de muestra en 10 ml de solvente en tubo de ensaye, se calienta en baño maría si es necesario para lograr su completa disolución, entonces se colocará en porta objetos y se activará la evaporación del solvente en una estufa a 60°C, separe la película formada y colóquela sobre la celdilla, y corra el espectro I.R. Compare la gráfica obtenido con un tipo.

c) **METODO 3: Preparación de la muestra por pirólisis graduada.**

En tubos de ensaye de 50 ml coloque de 2 a 4 g de muestra, adapte un tubo de vidrio a 45° que servirá como trampa. Efectúe la ignición directamente a la flama, burbujeando los vapores sobre 10 ml de cloroformo R.A., por un lapso de 5 a 10 min. Suspnda la ignición; vierta el cloroformo sobre cajas petri y deje evaporar hasta 0.5 ml. Use celdas de cloruro de sodio para líquidos y corra el espectro I.R., usando separadores adecuados. Compare la gráfica problema con la gráfica estándar.

## 5) DENSIDAD

Esta prueba puede ser realizada por diferentes métodos, siendo el primero, de los enunciados a continuación el más convencional y en el cual se empleo un Picnómetro. El 2 denominado de "Columna" se basa en el uso de Gradientes de Densidad conocida.

a) **METODO I:**

Determine la densidad de la muestra a 25°, usando picnómetro calibrado.

**Procedimiento:**

Determine la densidad usando picnómetro con alcohol o agua, que elimina los errores por las burbujas producidas.

**Cálculos:**

$$\text{Densidad a } 25^\circ \text{ en mg/m}^3 = 0.9971 \times A [A - (B - C)] \times D$$

A = Peso del espécimen.

B = Peso del picnómetro con el espécimen y el alcohol o agua.

C = Peso del picnómetro con el alcohol o agua.

D = Densidad de alcohol o agua a 25°.

b) **METODO II:**

Determinación de la densidad de los plásticos por el método de la "Columna".

La densidad de los plásticos es el peso por unidad de volumen a 23°C.



El gradiente de densidad se establece mediante la mezcla de líquidos de densidad conocida. Seleccione el sistema de acuerdo al tipo de material y a su densidad teórica.

<b>Sistema</b>	<b>Range de Densidad</b>
Metanol – Alcohol Bencílico	0.80 – 0.92
Isopropanol – Agua	0.79 – 1.00
Isopropanol – Dietilenglicol	0.79 – 1.11
Et-OH – CCl <sub>4</sub>	0.79 – 1.59
Tolueno – CCl <sub>4</sub>	0.87 – 1.59
Agua – NaBr	1.00 – 1.41
Agua – Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	1.00 – 1.60

**Procedimiento:** (De acuerdo al diagrama)

Colocar en el matraz A aproximadamente 800 ml del líquido de mayor densidad (se encuentra en la tabla anterior del lado derecho del sistema seleccionado) y al matraz B se le ponen 800 ml del solvente de menor densidad. Abra la válvula 1 lentamente hasta permitir un flujo continuo (el matraz B desde el inicio de la operación deberá estar en agitación constante). Regule el flujo de tal manera que la columna se llene en un lapso mínimo de 4 horas. Cuando el sistema establecido haya llegado a los 70 cm, se cierran las válvulas 1 y 2.

Para calibrar la columna es necesario emplear flotadores de densidad conocida (estándar que deberán estar dentro del rango de densidad, seleccionado).

### FLOTADORES

<b>No.</b>	<b>Color</b>	<b>Densidad</b>
1	Verde	0.7988
2	Rojo	0.9075
3	Amarillo/blanco	1.0172
4	Amarillo	1.1173
5	Anaranjado/amarillo	1.2062
6	Blanco	1.3051
7	Azul	1.4067
8	Azul marino	1.5038

Coloque los flotadores en la columna de manera ascendente de acuerdo a su densidad, es decir, primero el de menor y al final el de mayor densidad.

**Determinación de la densidad de un plástico problema:**

Coloque una muestra de 3 a 4 mm en la columna de igual manera como se colocaron los flotadores.

Se compara el nivel del espécimen prueba, que queda por lo general entre el nivel de dos flotadores std., a menos que el nivel del espécimen prueba coincida con el nivel de un flotador, entonces éste tendrá la misma densidad del flotador estándar.

**Cálculos:**

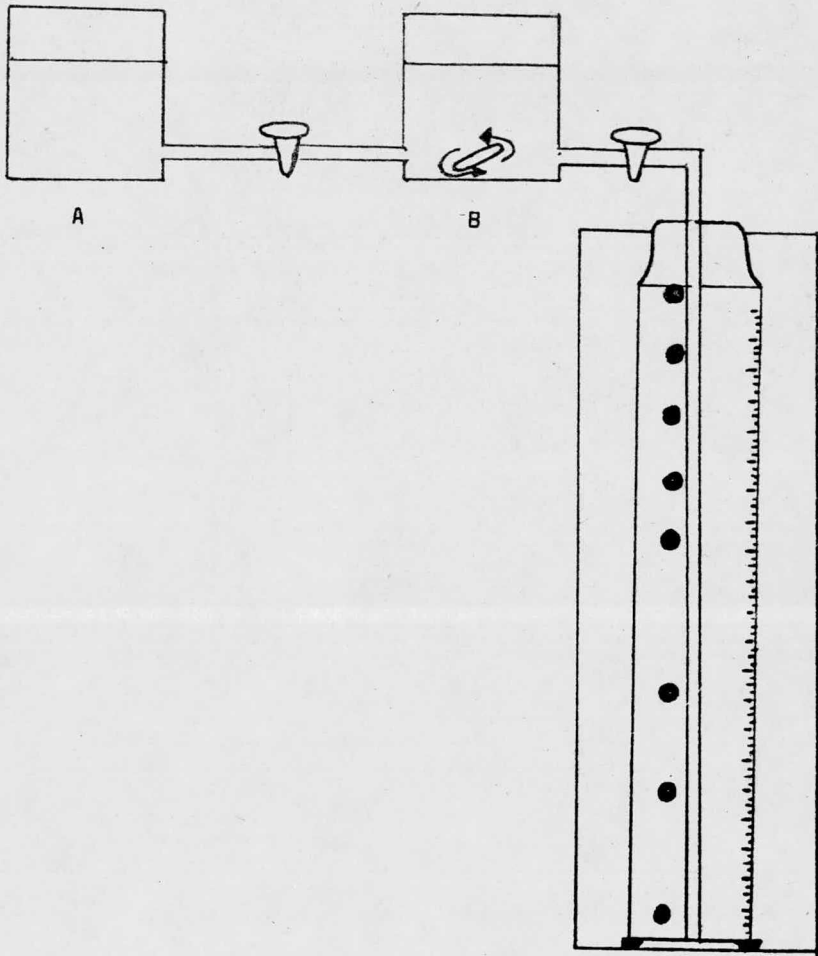
$$d = a + \frac{(x - y) (b - a)}{(z - y)}$$

a y b son las densidades de los flotadores estándar.

y y z son las distancias del fondo del tubo a los flotadores a y b respectivamente.

x es la distancia del espécimen prueba desde el fondo de la columna.

C O L U M N A   D E   G R A D I E N T E S   D E  
D E N S I D A D .



## 6) RESIDUOS DE IGNICION

Esta determinación se realiza con el fin de conocer la cantidad de aditivos presentes en el polímero.

### Reactivos:

Acido Sulfúrico concentrado.

### Procedimiento:

Colocar en un crisol\* de 1 a 2 g de muestra exactamente pesada, calcine a fuego directo, adicione 2 ml de ac. sulfúrico concentrado, y continúe calcinando hasta la destrucción total de la materia orgánica. A continuación coloque el crisol en una mufla a 800°C por el lapso de 4 horas y luego enfríe en desecador y después determine el por ciento de cenizas.

### Cálculos:

$$\% \text{ de residuos} = \frac{\text{g de residuo} \times 100}{\text{g de muestra}}$$

\*Crisol de porcelana previamente tarado.

## 7) ARSENICO

Esta determinación se lleva a cabo espectrofotométricamente usando 1 g de muestra y 3 ml de solución estándar de arsénico (1 mcg/ml).

### Reactivos:

Acido Sulfúrico concentrado.

Acido Sulfúrico diluído al 10%.

Acido Clorhídrico-Cloruro de Estaño II: Se prepara disolviendo 0.33 g de cloruro de Estaño II en 100 ml de ac. Clorhídrico R.A.

Solución de Yoduro de Potasio: Se disuelven 15 g de yoduro de potasio en 100 ml de agua.

Solución de Sulfato de Cobre II: Se disuelven 2 g de sulfato de cobre (II) en 100 ml de agua.

Granalla de Zinc.

Algodón de Acetato de Plomo: Se impregna un algodón con solución acuosa de acetato de plomo al 10%, después se escurre y luego se seca al vacío.

Solución Reactivo: Disolver 1 g de Dietilditiocarbamato de Plata en Piridina hasta hacer aproximadamente 200 ml. Esta solución debe mantenerse en refrigeración y al abrigo de la luz.

Solución Tipo Concentrada: Disolver 1.3203 g de Trióxido de Arsénico en un volumen mínimo de Hidróxido de Sodio el 20%. Neutralice con ac. Nítrico y diluya con agua destilada a 1 litro. Esta solución contiene 1 000 mcg de As/ml.

Solución Tipo Diluída: Diluya 1 ml de la solución concentrada a 1 000 ml. Esta solución contiene 1 mcg por ml.

#### **Preparación del Estándar:**

Transfiera 3 ml de la solución tipo diluída a un frasco generador de arseniuro. Adicione 10 ml de ácido sulfúrico diluído al 10% y diluya con agua hasta 40 ml.

#### **Preparación del Problema:**

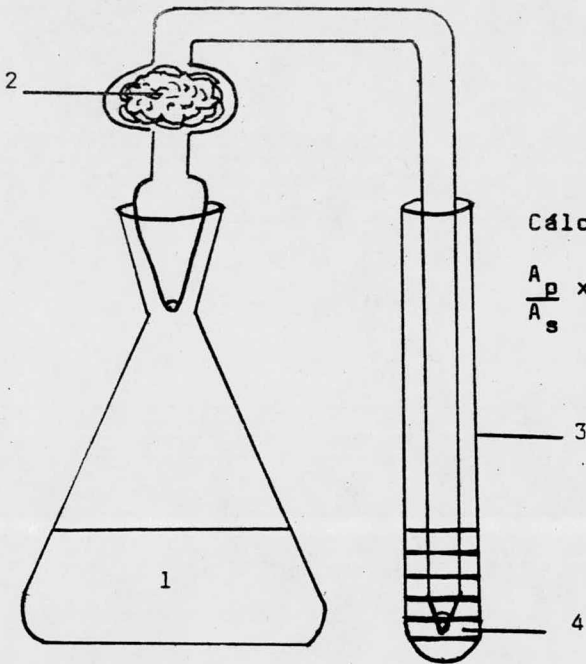
En un crisol ponga 1 g de muestra, calcine a fuego directo, adicione 2 ml de ácido sulfúrico concentrado y continúe calentando hasta la destrucción total de la materia orgánica. Ponga el crisol en la mufra por un período de 2 horas a 800°C. Enfríe y adicione 10 ml de ácido sulfúrico diluído al 10% y digiera por 2 minutos. Transfiera cuantitativamente al frasco generador de arseniuro y diluya hasta 40 ml, efectuando 3 lavados con agua destilada.

#### **Procedimiento:**

Añada tanto a la muestra como al estándar 10 ml de ácido Clorhídrico-Cloruro de Estaño (II) y 5 ml de la solución del yoduro de potasio, deje reposar por 15 min., y enseguida adicione 1 ml de solución de sulfato de cobre y 8 g de granalla de zinc, cerrando inmediatamente el aparato e introduciendo el tubo largo en el tubo de ensaye que contiene 3 ml de solución reactivo (ver figura anexa). Transcurrida 1 hora se interrumpe la reacción y se mide la absorbancia a 538 nm. Tomando como blanco la solución reactivo.

La absorbancia del problema deberá ser nula o menor a la del estándar.

GENERADOR DE ARSENIURO DE HIDROGENO PARA  
LA DETERMINACION DE A R S E N I C O .



Cálculos:

$$\frac{A}{A_s} \times C_s \times \frac{1}{pm} = \text{ppm As/g}$$

- 1) Solución problema, HCl, Zn
- 2) Algodón de acetato de plomo
- 3) Tubo de ensayo 16/160 mm
- 4) Sol de dietilditiocarbamato de plata.

## 8) AZUFRE TOTAL

El azufre es oxidado a sulfato, y después determinado gravimétricamente como sulfato de bario.

### Reactivos:

Cloruro de Bario S.R.

Acido Nítrico concentrado saturado con agua de bromo.

Nitrato de Potasio.

Mezcla 1:1 de carbonato de sodio, nitrato de potasio.

### Procedimiento:

En un crisol de níquel de 50 ml de capacidad, ponga aproximadamente exactamente 500 mg de muestra, adicione con sumo cuidado 20 ml de ácido nítrico concentrado saturado con agua de bromo, cubra el crisol con un vidrio de reloj. repose por una hora, caliente suavemente por 1 hora y quite el vidrio de reloj, lavándolo con un poco de agua, adicione de 100 a 200 mg de nitrato de potasio y evapore la solución a sequedad, adicione 5 g de una mezcla 1:1 de carbonato de sodio y nitrato de potasio y 2 ml de agua destilada, digiera por algunos minutos y extienda la pasta en las paredes del crisol, secando en un baño de vapor. Funda la mezcla evitando contaminarla con el azufre de la flama. Coloque el crisol y contenido en un vaso con aproximadamente 250 ml de agua y caliente por varias horas, filtre los carbonatos insolubles, lavando con agua caliente\*. El volumen total del filtrado deberá estar entre 300 y 400 ml. Adicione 8 ml de ácido clorhídrico concentrado, cubra el vaso y caliente en baño de vapor, adicione 10 ml de cloruro de bario S.R. y deje en reposo toda la noche. Filtre e lprecipitado de sulfato de bario, lleve a ignición. Enfríe y determine el % de azufre.

### Cálculos:

$$\frac{\text{Peso del residuo}}{\text{Peso de la muestra}} \times 0.1373 \times 100 = \% \text{ de azufre.}$$

\*Hasta eliminación total de cloruros.

## 9) BARIO

El bario se manifiesta como precipitado de sulfato de bario, después de calcinar la muestra y adicionarle ácido sulfúrico.

**Reactivos:**

Acido clorhídrico R.A.

Acido clorhídrico diluído al 10%.

Acido sulfúrico diluído al 10%.

**Procedimiento:**

En un crisol de platino calcine 1 g de muestra a fuego directo, adicione 2 ml de ácido clorhídrico concentrado y siga calcinando hasta la destrucción total de la materia orgánica. Ponga el crisol en la mufla a 800°C por el lapso de 2 horas. Enfríe en desecador y enseguida adicione 2 ml de ácido clorhídrico concentrado y digiera suavemente por 5 minutos. Adicione 10 ml de ácido clorhídrico diluído al 10% y digiera suavemente por 5 minutos. Deje enfriar y diluya con agua a 15 ml, filtre si es necesario. Lave el crisol con 10 ml de agua y cambie los filtrados en tubos de comparación, adicione 2 ml de ácido sulfúrico al 10% y mezcle. Esta solución será clara y sin turbidez por lo menos 2 horas.

**10) CARBONATOS**

Este método se fundamenta en la liberación de bióxido de carbono con la adición de ácidos minerales fuertes.

**Reactivos:**

Acido sulfúrico diluído al 10%.

**Procedimiento:**

En un crisol a peso constante pese exactamente 1 g de muestra, incinere a fuego directo hasta la destrucción total de la materia orgánica. Coloque el crisol en la mufla durante 2 horas (400-600°). Enfríe y determine el porcentaje de carbonatos.

$$\frac{\text{Peso Residuo}}{\text{Peso Muestra}} \times 0.5085 \times 100 = \% \text{ Carbonatos.}$$

**Prueba de confirmación:**

Los residuos resultantes no deben de producir efervescencia con la adición de ácido sulfúrico diluído al 10%.



## 11) COBRE

Este método se basa en la reacción colorida del cobre con dietilditiocarbamato de sodio.

### Reactivos:

Acido Clorhídrico concentrado.

Acido Clorhídrico diluído al 10%.

Solución de dietilditiocarbamato de sodio: Disuelva 100 mg de dietilditiocarbamato de sodio en 100 ml de agua.

Cloroformo R.A.

Solución concentrada de cobre: Disuelva 1 g de cobre metálico en el mínimo volumen de ácido nítrico 1:1 y diluya con agua a 1 litro. Esta solución contiene 1 000 mcg de cobre por ml.

Solución Tipo Diluída: Transfiera 2 ml de la solución concentrada a un matraz volumétrico de 1 litro y diluya a volumen con agua. Cada ml de esta solución contiene el equivalente a 2 mcg de cobre.

### Preparación de la Muestra:

En un crisol de porcelana pese aproximadamente exactamente 1 g de muestra, incinere a fuego directo hasta la destrucción de la materia orgánica, enfríe, adicione 2 ml de ácido clorhídrico concentrado y digiera hasta la desaparición de humos. Coloque el crisol en la mufla a 800°C por el lapso de 3 horas, enfríe en desecador. Adicione 10 ml de ácido clorhídrico diluído al 10% y digiera suavemente por 5 minutos. Filtre si es necesario, el volumen de los filtrados no deberá exceder de 20 ml.

### Procedimiento:

Colocar en un embudo de separación la muestra y en otro 1 ml de la solución estándar diluída con 20 ml de agua; adicione a cada uno 5 ml de solución de citrato de amonio y 5 ml de solución de dietiltiocarbamato de sodio y 5 ml de cloroformo. Agitar fuertemente por 1 minuto. El extracto orgánico se mide a 436 nm tomando cloroformo como blanco.

La absorbencia del problema no excederá a la del estándar.

### Cálculos:

$$\frac{A_P}{A_S} \times C_S \times \frac{1}{\text{pm}} = \text{ppm Cu/g}$$

## 12) CROMO

El método está basado en la reacción colorimétrica del cromo con la difenilcarbácida.

### Reactivos:

Acido Sulfúrico concentrado.

Solución reactivo: Se disuelven 250 mg de difenilcarbácida en 100 ml de acetona.

Solución de ácido Sulfúrico. Se añaden 57 ml de ácido sulfúrico concentrado a 375 ml de agua. La solución caliente es enfriada a temperatura ambiente después de haber añadido 1 gota de permanganato de potasio 1 N.

Persulfato de Amonio R.A.

Solución concentrada de Cromo: Disuelva 1 g de cromo metálico en ácido clorhídrico 1:1 calentando suavemente, enfríe y diluya a 1 litro con el mismo ácido 1:1. Esta solución contiene 1 000 mcg de cromo por mililitro.

Solución Tipo Diluída: Transfiera 2 ml de la solución concentrada a un matraz volumétrico de 1 litro y diluya a volumen con ácido clorhídrico 1:1. Cada mililitro de esta solución contiene el equivalente a 2 mcg de cromo.

### Preparación del Estándar:

Coloque 1 ml de la solución tipo diluída en un matraz aforado de 50 ml y adicione 30 ml de agua.

### Preparación de la muestra:

Pese exactamente 1 g de muestra en un crisol de platino, adicione 2 ml de ácido sulfúrico concentrado e incinere a fuego directo hasta la destrucción total de la materia orgánica. Ponga el crisol a la mufla a 800°C por el lapso de 1 hora, enfríe y adicione 2 ml de ácido sulfúrico diluído al 10% y digiera suavemente por un minuto, adicione 10 ml de agua destilada y digiera suavemente por 5 minutos. Transfiera cuantitativamente a un matraz aforado de 50 ml, lavando el crisol con 2 porciones de 10 ml de agua destilada.

**Procedimiento:**

Adicione a cada uno de los matraces 2 ml de ácido sulfúrico y 1 ml de solución reactivo. Adicione 250 mg de persulfato de amonio y lleve a volumen con agua. Mida absorbancia a 540 nm tomando agua como referencia. La absorbancia del problema deberá ser nula a la del estándar.

**Cálculos:**

$$\frac{A_P}{A_S} \times C_S \times \frac{1}{\text{pm}} = \text{ppm Cr/g}$$

**13) ESTAÑO**

Su determinación se basa en la reacción colorida del estaño con la fenilfluorona.

**Reactivos:**

Acido sulfúrico concentrado.

Acido clorhídrico concentrado.

Solución de Fenilfluorona: Se disuelven 500 mg de fenilfluorona en etanol absoluto, se añaden 10 ml de ácido clorhídrico 0.1 N y se afora hasta 1 000 ml con etanol absoluto.

Solución de Peróxido de Hidrógeno: Se diluyen 10 ml de peróxido de hidrógeno al 30% hasta 100 ml.

Solución de Acido Sulfúrico: Se añaden 10 ml de ácido sulfúrico concentrado a 40 ml de agua.

Solución Amortiguadora: Se disuelven calentando 45 g de acetato de sodio R.A. en 35 ml de agua, se enfría hasta temperatura ambiente y se añaden 24 ml de ácido acético glacial completando con agua hasta 100 ml.

Solución Acido Clorhídrico: Se diluyen 10 ml de ácido clorhídrico concentrado con 90 ml de agua.

Solución Concentrada de Estaño: Disuelva un gramo de estaño en 100 ml de ácido clorhídrico concentrado (caliente si es necesario hasta 60°C), diluya a 1 000 ml con ácido clorhídrico 1:9. Esta solución contiene 1 000 mcg de estaño por mililitro.

Solución de Goma Arábica: Se disuelve 1 g de goma arábica en agua y se diluye a 100 ml.

Solución Tipo Diluída: Transfiera 2 ml de la solución concentrada a un matraz volumétrico de 1 000 ml y diluya a volumen con ácido clorhídrico 1:9, cada mililitro de esta solución contiene el equivalente a 2 mcg de estaño.

#### **Preparación del Estandar:**

En un matraz Erlenmeyer de 100 ml coloque 1 ml de la solución tipo diluida y 20 ml de agua.

#### **Preparación de la muestra:**

En un crisol colocar aproximadamente 1 g de muestra exactamente pesado, adicione 2 ml de ácido sulfúrico concentrado e incinere a fuego directo hasta la destrucción total de la materia orgánica y digiera hasta la desaparición de humos. Adicione 2 ml de ácido clorhídrico concentrado y digiera suavemente hasta la desaparición de humos. Coloque el crisol en la mufra a 800°C por una hora. Enfríe y adicione 10 ml de ácido clorhídrico diluido al 10% y digiera suavemente por 5 min. Filtre si es necesario y lave el crisol con dos porciones de 5 ml de agua destilada (el volumen de los filtrados no deberá exceder de 20 ml).

#### **Procedimiento:**

Tratar 20 ml de la solución problema y el correspondiente estándar, previamente neutralizados, con un ml de la solución de peróxido de Hidrógeno y 5 ml de la solución de ácido sulfúrico, calentando hasta desprendimiento de vapores de SO<sub>2</sub>. Después de dejar enfriar se añaden con cuidado 9 ml de agua, se enfría hasta temperatura ambiente y se añade de nuevo 1 ml de solución de peróxido de Hidrógeno, 10 ml de sol Amortiguadora, 1 ml de solución de goma arábica y 10 ml de solución reactivo. Se mezcla bien, se deja reposar durante 5 min y se trata la mezcla con 16 ml ácido clorhídrico. Se transvasa a un matraz volumétrico de 50 ml y se lleva a volumen con solución de ácido clorhídrico, inmediatamente se efectúa la medición a 510 nm usando agua como blanco.

La absorbancia del problema deberá ser nula o menor a la del estándar.

#### **Cálculos:**

$$\frac{A_P}{A_S} \times C_S \times \frac{1}{pm} = \text{ppm Sn/g}$$

## 14) FIERRO

Este método está fundamentado en la formación de un complejo colorido entre el hierro y el tiocinato de amonio en medio ácido.

### Reactivos:

Acido Clorhídrico R.A.

Acido Clorhídrico diluído al 10%.

Acido Nítrico R.A.

Acido Sulfúrico R.A.

Persulfato de Amonio.

Tiocianato de amonio al 30%.

Solución concentrada: Disuelva 863.4 mg de sulfato férrico amoniacal ( $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ ) adicione 10 ml de ácido sulfúrico diluído y diluya con agua a 1 litro. Cada ml de ésta solución contiene el equivalente a 100 mcg de hierro o (Fe).

Solución Tipo Diluída: Transfiéra 2 ml de la solución conc. de hierro a un matraz volumétrico de 100 ml adicione 1 ml de ácido sulfúrico diluído y diluya ya a volúmen con agua, cada mililitro de esta solución contiene el equivalente a 2 mcg de hierro.

### Preparación del Estándar:

En un tubo Nessler adicione 1 ml de la solución estandar diluída de hierro, 2 ml de ácido clorhídrico concentrado y diluya con agua a 45 ml.

### Preparación de la muestra:

En un crisol coloque un gramo de muestra, calcine a fuego directo, adicione 2 ml de ac. sulfúrico conc. y 2 ml de ac. nítrico conc., digiera suavemente hasta la destrucción total de la materia orgánica, ponga en la mufla a 800°C por 2 horas. Enfríe en desecador y adicione 2 ml de ácido clorhídrico concentrado. Digiera suavemente por 5 minutos, adicione 10 ml de ácido clorhídrico diluído al 10%. Transfiere a un tubo Nessler filtrando si es necesario y diluya a 45 ml con agua destilada.

### Procedimiento:

Adicione a cada uno de los tubos (estándar y problema) 50 mg de persulfato de amonio y 3 ml de tiocinato de amonio al 30%. diluya a 50 ml con agua destilada. El color del problema no debe ser mayor al producido por el estándar.

## 15) MERCURIO

Este método esta en la formación del complejo colorido del Mercurio con Ditizona.

### Reactivos:

Solución de Ditizona (Solución Reactivo) : Disuelva 20 mg de Ditizona en 100 ml de Tetracloruro de Carbono.

Acido Sulfúrico 95-97%.

Agua Amoniacal: A un litro de agua añada 1 ml de solución de amoniaco al 18 %.

Acido Acético: Diluya 15 ml de ácido acético por lo menos al 96 % a 100 ml de agua.

Tetracloruro de Carbono para análisis con Ditizona.

Solución concentrada de Mercurio: Disuelva 1.354 g de cloruro mercuríco en 10 ml de ácido nítrico, y diluya a 1 litro con ácido nítrico 1 en 10. Esta solución contiene 1 000 mcg de mercurio por mililitro.

Solución Tipo Diluída: Transfiera 2 ml de solución concentrada a un matraz aforado de 1 000 ml y diluya a volumen con agua. Esta solución contiene 2 ppm de mercurio por mililitro de solución.

### Preparación del Estándar:

En un embudo de separación de 125 ml coloque 25 ml ác. sulfúrico 0.5 N y 1 ml de solución estándar diluída.

### Preparación de la muestra:

En un crisol coloque 1 g de muestra, adicione 2 ml de ac. sulfúrico y calcine a fuego directo hasta destrucción total de la materia orgánica. Adicione 25 ml de ac. sulfúrico 0.5 N y digiera suavemente por 10 min. Transfiera la solución a un embudo de separación de 125 ml (Filtre si es necesario) y lave el crisol con 5 ml del mismo ácido, reuniendo este lavado en el embudo.

### Procedimiento:

Extraiga con 2 porciones de solución reactivo. Agite los extractos orgánicos reunidos tres veces con porciones de 10 ml de agua amoniacal. Enseguida con 3 porciones de 10 ml de ac. ecético. Centrifuge los extractos orgánicos y mida la absorbancia a 485 nm. Usándo tetracloruro de Carbono cono blanco.

Lea la absorbancia de la solución reactivo y tómelas como lectura testigo.

La absorbancia registrada debiera ser menor o nula a la obtenida por el estándar.

**Cálculos:**

$$\frac{A_P - A_t}{A_S - A_t} \times 100 = \% \text{ Mercurio.}$$

## 16) METALES PESADOS

Esta determinación se efectúa de acuerdo a la USP XIX (método II).

**Reactivos:**

- Acido Sulfúrico concentrado.
- Acido Nítrico concentrado.
- Acido Clorhídrico concentrado.
- Acido Clorhídrico diluído 1:2.
- Acido Acético diluído.

Solución conc. de Nitrato de Plomo: Disuelva 159.8 g de Nitrato de Plomo en 100 ml de agua, a la cual se le ha adicionado 1 ml de Nítrico y a continuación aforar a 1 lt.

Solución Tipo Plomo: Diluir 10 ml de la solución conc. de nitrato de plomo a 100 ml. Esta solución debe ser preparada en el momento de la determinación. Cada mililitro de esta solución contiene 0.01 mg de plomo (10 ppm).

**Preparación del Estándar:**

En un tubo de Nessler coloque el volumen de sol. tipo de plomo equivalente al límite correspondiente, diluya con agua hasta 25 ml, ajuste el PH entre 3 y 4 usando ac. acético o amoniaco.

**Preparación de la muestra:**

Ponga en un crisol 1 g de muestra y adicione 2 ml de ac. Sulfúrico concentrado y calcine la muestra a fuego directo hasta la destrucción total de la materia orgánica. Deje enfriar a temperatura ambiente y adicione 2 ml de ac nítrico concentrado y 5 gotas de ac. Sulfúrico; calcine suavemente hasta la desaparición de humos y a continuación ponga el crisol en una mufla por un lapso de 2 a 3 hrs a una temperatura de 600 a 800°C.

Enfríe después en el desecador y una vez frío añada 4 ml de ácido clorhídrico (1:2) y deje reposar por 15 minutos, adicionando después 1 ml de ácido clorhídrico concentrado y 10 ml de agua, digiera por 10 minutos. Ajuste la solución al papel tornasol alcalino con amoníaco S.R. y diluya con agua hasta 25 ml. Ajuste el pH entre 3 y 4 con ácido acético diluido usando papel indicador; filtre si es necesario y lave el crisol con 10 ml de agua destilada. Combine los filtrados en un tubo Nessler de 50 ml.

#### **Procedimiento:**

A cada tubo de comparación (estándar y problema) adicione 10 ml de agua sulfhídrica recién preparada. Diluya con agua destilada a 50 ml y después de 5 minutos compare el color de los tubos. El tubo de la solución problema no deberá presentar mayor coloración que la del tubo con solución estándar.

### **17) NITROGENO**

Es determinado valorando el hidróxido de amonio producido, con ácido sulfúrico 0.1 N.

#### **Reactivos:**

Mezcla Selénica.

Acido Sulfúrico R. A.

Hidróxido de Sodio al 50%.

Granalla de Zinc.

Indicador Tashiro's: 0.248 g de azul de metileno y 0.375 g de rojo de metilo en 300 ml de alcohol.

#### **Determinación del Nitrógeno por el Método de Kjeldahl:**

En un matraz de Kjeldahl colocar aproximadamente exactamente 2 g de muestra, adicionar 5 g de mezcla selénica y 25 ml de ácido sulfúrico concentrado. Digerir hasta total destrucción de la materia orgánica (si esto no se logra adicionar 10 ml de peróxido de hidrógeno con mucho cuidado), hasta obtener una coloración verde esmeralda. Dejar enfriar a temperatura ambiente y sobre baño de hielo adicionar 100 ml de hidróxido de sodio al 50% más 100 ml de agua destilada. Adicione de 2 a 3 g de granalla de zinc antes de iniciar la destilación. Montar un aparato de destilación, burbujear el amoníaco desprendiendo sobre 50 ml de una solución al 5% de ácido bórico, colectando un volumen total de 200 ml. Agregar 0.2 ml de indicador de Tashiro's y titular con ácido sulfúrico 0.1 N.



**Cálculos:**

$$\% \text{ de Nitrógeno} = \frac{V \times F \text{ normalidad} \times 0.0014008 \times 100}{\text{peso de la muestra}}$$

**NOTA:** Hacer un blanco tratándolo de igual manera para hacer las correcciones necesarias.

**18) NIQUEL**

El método está basado en la reacción colorida del níquel con el dietilditiocarbamato de sodio.

**Reactivos:**

Acido Sulfúrico concentrado.

Solución de Clorhidrato de Hidroxilamina: Se disuelven 10 g de clorhidrato de hidroxilamina en agua hasta 100 ml.

Solución de Amóniaco al 25%.

Solución de Dimetilglioxima: Se disuelve 1 g de dimetilglioxima en metanol hasta 100 ml.

Acido Clorhídrico al 10%

Acido Clorhídrico al 30%.

Solución de Dietilditiocarbamato de Sodio: Se disuelven 500 mg de dietilditiocarbamato de Sodio en 100 ml de agua.

(La solución debe prepararse recientemente).

Cloroformo R.A.

Tetracloruro de Carbono R.A.

Sulfato de Sodio Anhidro R.A.

Solución conc. de Níquel: Disuelva 1g de Níquel con Acido Nítrico 1:1 y diluya con el mismo ácido a 1 litro. Esta solución contiene 1000 mcg de Níquel por mililitro.

Solución tipo diluída : Transfiera 5 ml de la solución conc. a un matraz volumétrico de 1000 ml y diluya a volúmen con ácido nítrico 1:1. Cada mililitro de esta solución contiene el equivalente a 5 mcg de Níquel.

**Preparación del Estándar:**

Transfiera 1 ml de la solución tipo diluída a un embudo de separación de 125 ml, adicione 50 ml de agua.

### Preparación de la muestra:

Pesar exactamente 1 g de muestra en un crisol de platino, adicione 2 ml de ácido Sulfúrico concentrado e incinere a fuego directo hasta la destrucción total de la materia orgánica. Ponga el crisol a la mufla a 800°C por el lapso de 2 hrs, enfríe y adicione 2 ml de ac. Clorhídrico diluído al 10% y digiera suavemente por 5 min. Transfiera el contenido del crisol a un embudo de separación de 125 ml y lave con 4 porciones de 10 ml de agua destilada el crisol.

### Procedimiento:

Adicione a cada embudo 1 ml de solución de clorhidrato de hidroxilamina. 1 ml de solución de amoniaco y 1 ml de dimetilgioxima y deje reposar por 2 min, enseguida extraiga con 20 ml de cloroformo, agitando durante 5 min. Transfiera la fase orgánica a un segundo embudo de separación de 120 ml, adicione 15 ml de agua y 1 ml de ác. Clorhídrico. Deseche la fase orgánica, añada a la fase acuosa 10 ml de tetracloruro de carbono y agite por 5 min., descarte de nuevo la fase orgánica, ahora añada a la fase acuosa 2 ml de solución de amoniaco, 1 ml de dietilditio-carbamato de sodio solución y 10 ml de tetracloruro de carbono y agite por 5 minutos. Separe la fase orgánica a un matraz de 10 ml filtrando a través de sulfato de sodio anhidro y se afora con tetracloruro de carbono, una vez que se ha lavado el embudo. Mida la absorbancia a 326.5 nm usando tetracloruro de carbono como referencia la absorbancia del problema no debe ser mayor que la del estándar.

### Cálculos:

$$\frac{A_p}{A_s} \times C_s \times \frac{1}{pm} = \text{ppm/g muestra}$$

## 19) SILICE

Este método se basa en la producción de una coloración amarilla debida al ácido silicomolibdico, cuando soluciones diluídas de sílice son tratadas con molibdato de amonio en medio ácido.

### Reactivos:

Solución Estándar de Sílice: Pese aproximadamente exactamente 25.6 de ácido pícrico previamente seco, afore a 1 000 ml con agua destilada. Esta solución contiene el equivalente a 50 mcg de sílice por mililitro.

Molibdato de Amonio al 10%: Disuelva 10 g de ácido molíbdico (polvo fino) en una mezcla de 14.5 ml de hidróxido de amonio y 14 ml de agua. Enfríe la solución y adicione lentamente y fría una mezcla de 40 ml de agua y 32 ml de ac. nítrico. Deje reposar por 48 hrs. Pase la solución sobre un filtro de asbesto; verifique el buen estado de la solución adicionanda a 5 ml de ésta 2 ml de fosfato de sodio T.S. Se presentará un abundante presipitado amarillo.

Acido sulfúrico concentrado

Acido sulfúrico diluído

Peróxido de Hidrógeno.

#### **Preparación de la muestra:**

En un crisol de platino ponga aproximadamente exactamente un gramo de muestra, adicione 2 ml de ác. sulfúrico concentrado e incinere a fuego directo. Adicione algunas gotas de peróxido de hidrógeno digiera suavemente, enseguida adicione con cuidado 2 ml de ac. sulfúrico conc. y digiera hasta la destrucción total de la materia orgánica. Ponga el crisol a la mufla a 300°C por el lapso de 3 hrs. Adicione 1 ml de ác. sulfúrico conc. y digiera suavemente por 5 min., adicione 10 ml de ac. sulfúrico diluído al 10% y digiera suavemente por 5 min., vierta la solución sobre tubos de comparación lavando el crisol con dos porciones de 10 ml de agua destilada y lleve a 50 ml con agua destilada.

#### **Procedimiento:**

A 50 ml de solución prueba adicione 2 ml de molibdato de amonio el 10% y 4 gotas de ac. sulfúrico al 50%.

A tubos estándar adicione 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 y 5.0 ml de solución estándar de sílice. Lleve a 50 ml con agua y trátelos de igual manera que la solución problema.

Deje reposar los tubos por 10 min y determine la concentración de sílice en la muestra al comparar la coloración producida con los std.

## **20) SULFATOS**

El método está basado en la precipitación de los sulfatos con cloruro de bario.

#### **Reactivos:**

Acido clorhídrico concentrado.

Acido clorhídrico diluído al 10%

Cloruro de Bario T.S.

**Procedimiento:**

Coloque un gramo de muestra en un crisol de platino y calcine a fuego directa hasta la destrucción total de la materia orgánica, enfríe a temperatura ambiente y añada 2 ml de ácido clorhídrico concentrado. Digiera suavemente hasta la desaparición de humos. Agregue 10 ml de ácido clorhídrico diluído al 10% y caliente a ebullición, adicione poco a poco 10 ml de cloruro de bario T.S., digiera por 10 minutos y repose durante 1 hora, filtre y lave el crisol con agua caliente hasta que el filtrado no indique reacción de bario, con solución de ácido sulfúrico al 10%. El filtrado se seca en la estufa y después se calcina en un crisol de porcelana a 800° en la mufla por un período de 3 horas.

**Cálculos:**

$$\frac{\text{peso de las cenizas}}{\text{peso de la muestra}} \times 0.4115 \times 100$$

**21) DIOXIDO DE TITANIO**

El método está basado en la fusión de las cenizas del producto de hule con pirofosfato de potasio, la dilución de la mezcla fundida en ácido sulfúrico diluído y la formación de un complejo coloreado de titanio con peróxido de hidrógeno.

**Reactivos:**

- Peróxido de Hidrógeno (3%).
- Pirofosfato de Potasio polvo ( $K_2S_2O_7$ ).
- Dióxido de Titanio ( $TiO_2$ ).
- Acido Fosfórico ( $H_3PO_4$ ).

**Aparatos:**

Espectrofotómetro.

**Calibración:**

Pesar exactamente 0.125 g de  $TiO_2$  en un crisol de platino de 30 ml de capacidad. Adicionar 6 g de  $K_2S_2O_7$  polvo fundido y 2 ó 3 gotas de  $H_2SO_4$ . Calentar suavemente el crisol hasta que el pirofosfato es fundido. Gradualmente incrementar el calor hasta que el fondo del crisol se encuentre al rojo y continuar calentando hasta que el  $TiO_2$  es fundido completamente disuelto. Dejar enfriar mientras se hace rotar la masa fundida por las paredes del crisol para facilitar la disolución del material fundido. Colocar el crisol y contenido en un vaso de 150 ml conteniendo 50 ml de

agua. Cuidadosamente adicionar con agitación 25 ml de  $H_2SO_4$ . Cubrir el vaso y hervir suavemente hasta que la dilución es completa. Quitar del fuego, y retirar el crisol del vaso con un agitador de vidrio, lavándolo con  $H_2SO_4$  (6:100). Enfriar la solución y transferirla a un matraz volumétrico de 250 ml, lavándolo con  $H_2SO_4$  (6:100). Diluir a volumen con agua y mezclar bien, correr un blanco a través del mismo procedimiento.

Transferir una alicuota de 15 ml de la solución estándar de titanio a un matraz volumétrico de 50 ml, adicionar 2 ml de  $H_3PO_4$  y 5 ml de  $H_2O_2$  (3%) y diluir a volumen con  $H_2SO_4$  (6:100). Dejar reposar 5 minutos y medir la absorbancia en celdas de 1 cm a 416 nm, usando  $H_2SO_4$  (6:100) en la celda de referencia. Diluir el blanco y medir su absorbancia en la misma manera.

Cálculo de la absorción del  $TiO_2$ .

$$\text{Absorción de } TiO_2, a = (A_A - A_B) \times 50 / C D$$

Donde:

$A_A$  = Absorbancia de la alicuota diluída conteniendo el titanio.

$A_B$  = Absorbancia de la alicuota diluída del blanco.

C = Volumen de alicuota tomada (ml).

D = Miligramos de  $TiO_2$  por ml de la solución original.

#### Procedimiento:

Pesar exactamente de 50 a 60 mg de la muestra de hule en un crisol de platino. Si se conoce el contenido aproximado de  $TiO_2$ , ajuste el tamaño de muestra para asegurar una lectura de absorbancia entre 0.15 y 1.5. Colocar el crisol en una mufla y calentar a  $550^\circ$ , conteniendo el calentamiento hasta desaparición total del carbono. Retirar el crisol de la mufla, enfriar, adicionar de 1.5 a 2.0 g de polvo de  $K_2S_2O_7$  fundido y 2 ó 3 gotas de  $H_2SO_4$ , tanto al crisol de la muestra como al blanco, calentar suavemente hasta que el pirofosfato es fundido. Gradualmente aumentar el calor hasta que el fondo del crisol está al rojo y continuar calentando por 10 ó 15 minutos más. Cualquier residuo en este paso es sílica o arena. Enfriar cuidadosamente el crisol mientras se hace rotar la masa fundida por las paredes del crisol.

Colocar el crisol y contenido en un vaso de 50 ml y cubrir con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (6:100). Cubrir el vaso con un vidrio de reloj y hervir la mezcla suavemente hasta que la disolución es completa excepto por arena o sílica. Retirar del calor y sacar el crisol del vaso con ayuda de un agitador de vidrio, lavándolo con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (6:100). Filtrar a través de papel o de un Gooch si la solución no es completamente clara, y cuantitativamente transferir la solución a un matraz volumétrico de 50 ml, usando  $\text{H}_2\text{SO}_4$  para lavar el vaso y filtro. Adicionar 2 ml de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  y 5 ml de  $\text{H}_2\text{O}_2$  (3%) al matraz y llevar a volumen con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (6:100). Mezclar y dejar el matraz en reposo por 5 minutos.

Mediar la absorbancia de la solución problema y el blanco a 416 nm usando  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (6:100) en la de referencia del espectrofotómetro. Si la absorbancia es mayor de 1.5 adicionar a 2 ml de  $\text{H}_2\text{O}_2$  (3%) a una alícuota de la solución y diluir a un volumen conocido con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (6:100). Medir la absorbancia a 416 nm. Si la absorbancia es menor de 0.15 se debe usar una muestra mayor para la determinación.

#### **Cálculo:**

$$\text{TiO}_2, \% = (A_S - A_B) \times 100/E$$

Donde:

$A_S$  = Absorbancia de la solución problema.

$A_B$  = Absorbancia de la solución blanco.

E = mg de muestra por ml de solución en la que  $A_S$  es medida.

## **22) Z I N C**

Este método se basa en la reacción colorida del zinc con el cincón ( $\text{C}_{20}\text{H}_{15}\text{N}_4\text{NaO}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).

#### **Reactivos:**

Acido Sulfúrico concentrado.

Acido Clorhídrico concentrado.

Solución Reactivo: Se disuelven 100 mg de cincón en una mezcla de 2 ml de solución de NaOH 1 N y 98 ml de agua.

Solución Amortiguadora: Se disuelven 5 g de Hidrogenoftalato de potasio en 50 ml de agua. La solución se fija a pH 9.0 mediante la solución de NaOH al 27 % y se completa el volumen con agua hasta 100 ml.

Solución Concentrada de Zinc: Disuelva un gramo de zinc en 40 ml de HCl 1:1 y diluya a 1 000 ml con HCl 1:9. Esta solución contiene 1 000 mcg de zinc por mililitro.

Solución Tipo Diluída: Transfiera 2 ml de la solución concentrada a un matraz volumétrico de 1 000 ml, adicione 200 ml de HCl 1:9 y lleve a volumen con agua. Cada mililitro de esta solución contiene el equivalente a 2 mcg de zinc por mililitro.

### Preparación de la muestra:

En un crisol colocar aproximadamente exactamente 1 g de muestra, adicione 2 ml de ácido sulfúrico concentrado e incinere a fuego directo hasta la destrucción total de la materia orgánica. Adicione 2 ml de ácido clorhídrico, y digiera suavemente hasta la desaparición de humos. Coloque el crisol en la mufla a 800°C por el lapso de 1 hora. Enfríe y adicione 10 ml de HCl diluído al 10 % y digiera suavemente por 5 minutos. Filtre si es necesario y lave el crisol con 2 porciones de agua destilada (el volumen de los filtrados no deberá exceder de 20 ml).

### Procedimiento:

En un matraz volumétrico de 50 ml se tratan 20 ml de la solución problema previamente neutralizada, con 10 ml de la solución amortiguadora y 3 ml de la solución reactivo. Lleve a volumen con agua y efectúe la medición a 625 nm, tomando el agua como blanco.

En un matraz volumétrico de 50 ml de capacidad adicione 1 ml de la solución estándar diluída y 20 ml de agua y tratelos de igual manera que la solución problema.

Si se presentará una absorbancia exagerada de la muestra se procederá a hacer diluciones, hasta hallar la absorbancia referida a la cantidad de zinc en la muestra.

### Cálculos:

$$\frac{A_p}{A_s} \times C_s \frac{50}{\text{pm}} \times \text{F dil.} \times 100 = \% \text{ Zn}$$

## 23) OXIDO DE ETILENO RESIDUAL

Esta determinación se basa en la medición del complejo colorido producido con el ácido cromotrópico, después de un tratamiento previo con metaperyodato y bisulfito de sodio.

### Reactivos:

Tetracloruro de Carbono R.A.

Acido Sulfúrico 1 N.

Hidróxido de Sodio 1 N.

Metaperyodato de Sodio al 2%.

Sulfito de Sodio al 5%.

Cromatopato sal Disódica al 2.5%.

Estándar de Etilenglicol: Pese aproximadamente 200 mg de etilenglicol estándar, transfíralos a un matraz aforado de 500 ml y diluya a volumen con agua destilada. Tome una alícuota de 10 ml y lívelos a 100 ml con agua destilada. De ésta solución tome 5 ml y nuevamente lívelos a 100 ml. Esta solución contiene aproximadamente 2 mcg de etilenglicol por mililitro.

### Preparación de la muestra:

Pese aproximadamente con exactitud 1 g de muestra, transfírala a un matraz de reflujo de 250 ml, adicione 50 ml de tetracloruro de carbono y 10 ml de ácido sulfúrico 1 N.

Llene la parte inferior del condensador con lana de vidrio, evitando que quede apretada, adicione cuatro gotas de ácido sulfúrico al 50%. Conecte el matraz al condensador y ponga a hervir a reflujo durante una hora, usándo parrilla eléctrica. Lave la lana de vidrio con 10 ml de agua destilada. Transfiera la fase acuosa a un matraz volumétrico de 25 ml y líleve a volumen con agua destilada. Transfiera una alícuota de 10 ml a un matraz volumétrico de 50 ml y adicione 15 ml de NaOH 1 N y líleve a volumen con agua destilada.

### Procedimiento:

De la anterior solución tome una alícuota de 10 ml y transfíralos a un matraz volumétrico de 25 ml. A cada matraz (problema, 10 ml de estándar y blanco) adicione 2 ml de solución de metaperyodato, mezcle y deje reposar por 10 minutos. Adicione 5 ml de sulfito de sodio a cada uno de los matraces, mezcle y deje reposar por 10 minutos; al cabo de este tiempo líleve a volumen con agua destilada.



Transfiera 5 ml de cada solución a tubos trampa y adicione 1 ml de solución de cromatopato al 2.5%. Cuidadosamente adicione 20 ml de ácido sulfúrico concentrado y espere a que se enfríe cada tubo. Tape los tubos y burbujee aire por lo menos 30 minutos.

Determine la absorbancia a 580 nm usando el blanco para ajustar el aparato.

**Cálculos:**

$$\frac{A_p}{A_s} \times \frac{25}{\text{pm}} \times 7.096 = \text{ppm de óxido de etileno.}$$

**24) ABSORCION U. V. EN ISOCTANO**

Se determinará espectrofotométricamente a una longitud de onda de 340 a 200 nm.

**Procedimiento:**

3 g de muestra se pondrán a hervir a reflujo con 100 ml del solvente seleccionado (isooctano o NaOH 0.01 N) por el lapso de 6 horas, y después se procederá a correr el espectro U. V. usando como blanco el solvente seleccionado.

Si la absorción desde el inicio del espectro se nota exagerada se procede a hacer diluciones hasta encontrar los máximos y mínimos característicos de cada polímero. No debe haber liberación de cargas ni tampoco la aparición de máximos o mínimos extraños al espectro de muestra estándar tratados de igual manera; v.gr.: la curva de absorción U. V. de un tipo de hule látex.

**25) SUSTANCIAS EXTRACTABLES**

Se determinarán las sustancias que son liberadas (cargas) al medio extractor y el efecto producido en el mismo medio.

**I. SUSTANCIAS EXTRACTABLES EN SOLUCION ACUOSA:**

**Evaluación Nefelométrica:**

Se efectuará por la medición nefelométrica de la turbidez producida al autoclavar las muestras en un medio extractor adecuado.

## Reactivos:

Solución de Sulfato de Hidrazina al 1%: Disuelva 1 g de sulfato de hidrazina en agua (requiere de 4 a 6 horas) y diluya a 100 ml.

Suspensión concentrada de Formacina: Disuelva 2.5 g hexametilentetramina (formina) en 25 ml de agua, en un matraz erlenmeyer de 125 ml. Transfiera a este matraz 25 ml de solución de sulfato de hidrazina y agite. El precipitado de formacina ocurrirá después de 6 a 8 horas, y es completada durante las 24 horas siguientes, prepare esta solución cuando menos cada tres meses.

Estándar de Turbidez 1 000: Diluya 14.5 ml de la suspensión concentrada a 1 000 ml con agua. Esta solución contiene 1 000 unidades de turbidez de formación (FTU).

Soluciones Estándar Diluídas: Prepare a partir de la suspensión estándar de 1 000 FTU estándares diluídos menores de 500 FTU, usando incrementos de 10 FTU para estándares menores de 100 FTU, use incrementos de 20 FTU para estándares 100 a 200 FTU, e incremente de 50 FTU para estándares mayores de 200 FTU.

Prepare una curva de calibración a 580 nm. Use series de suspensiones estándar diluídas de 0 a 500 en escala de turbidez FTU.

Medio de extracción: Agua destilada a solución isotónica de cloruro de sodio.

## Preparación de la muestra:

I.—Muestras que pueden ser autoclaveadas y por lo tanto recibir un tratamiento previo:

Coloque el mismo número de muestras en 3 envases de extracción, agregue a cada uno 300 ml de agua destilada, cubralos con un vaso invertido, o con papel aluminio y autoclaveelos a  $121^{\circ} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$  por 30 minutos (ajuste la temperatura del aparato de tal manera que se eleve en un lapso de 2 a 5 minutos). Decante el solvente sin perder ninguna muestra, lave cada uno con 100 ml de agua destilada, agite suavemente y deseche los lavados. Agregue a cada uno 100 ml de agua destilada, cubra nuevamente los envases y repita la operación. Trate los envases blanco de una manera similar.

II.—Las muestras que no pueden ser autoclaveadas no pueden recibir un tratamiento previo, por lo que se procede como sigue:

Coloque un gramo de muestra en cada una de 10 ampolletas de 20 ml de capacidad. Adicione 20 ml de solución isotónica. Prepare un blanco con 20 ml de solución isotónica. Selle las ampolletas. Autoclavee a 121°C por el lapso de una hora. Deje enfriar espontáneamente.

#### **Procedimiento:**

Agite los envases y transfiera parte del contenido a una celda. Mida la turbidez en un nefelómetro adecuado. Extrapolee en la curva de calibración. La diferencia entre el blanco y la muestra será la turbidez expresada en unidades nefelos.

#### **Agentes Reductores:**

Agite el envase que contiene la muestra. Transfiera 50 ml de ésta a un matraz de 250 ml. Titule con yodo 0.01 N, usando 3 ml de almidón T. S. como indicador, trate el blanco de manera similar. La diferencia en título entre el blanco y la muestra se expresa en mililitros de yodo 0.01 N.

#### **Metales Pesados:**

Transfiera 20 ml de los extractos del blanco y de la muestra a tubos de comparación, así como también 2, 6 y 10 ml de solución estándar de plomo. Adicione 2 ml de ácido acético diluido a cada tubo y ajuste el volumen a 25 ml con agua destilada. Agregue 10 ml de S. R. de sulfuro de hidrógeno recientemente preparado a cada tubo, mezcle y deje en reposo por 5 minutos. Diluya con agua destilada a 50 ml y determine la cantidad de metales pesados en el blanco y en la muestra. El contenido de metales pesados es la diferencia entre el blanco y la muestra.

### **26) CAMBIO DE pH**

Determine el pH de la muestra y del blanco potenciométricamente. El cambio de pH es la diferencia entre el blanco y la muestra.

### **27) II EXTRACTABLES TOTALES**

Agite los envases y transfiera alicuotas de 100 ml del blanco y de la muestra, en recipientes tarados separados. Evapore a sequedad usando parrilla a 100°C. Seque a 105°C por una hora, enfríe en desecador y pese.

Calcule el total de extractables en mg.

$$(V/100) (W_u - W_b)$$

Donde  $V$  es el volumen del total del extracto,  $W_u$  es el peso en mg del residuo de la muestra y  $W_b$  es el peso en mg del residuo encontrado en el blanco.

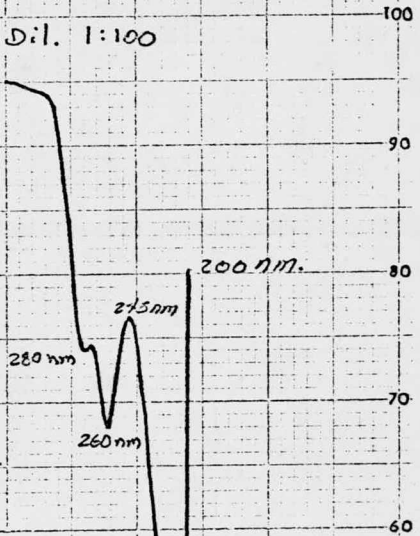
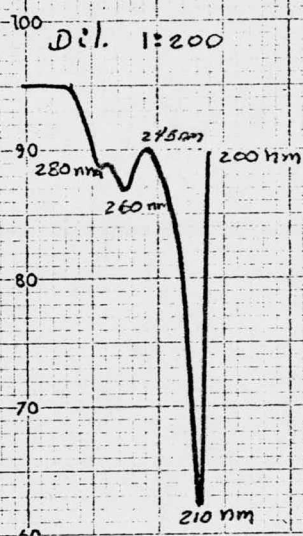
NOTA: Esta prueba no se realizará en materiales que no reciben un tratamiento previo.

### III SUSTANCIAS EXTRAIDAS EN ÉTER

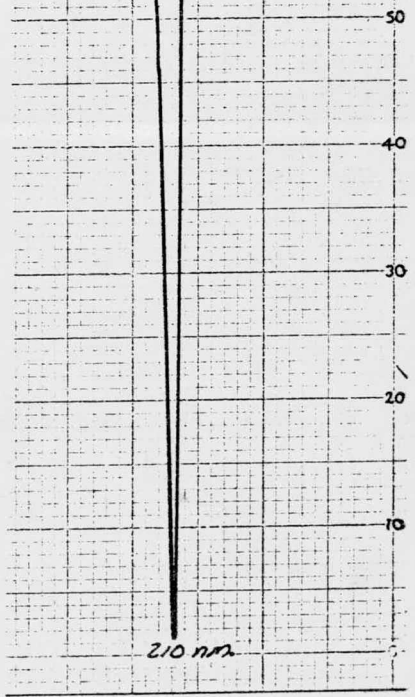
Ponga aproximadamente exactamente 3 g de muestra, coloquelas en un matraz de reflujo de 500 ml previamente tarado y adicione 200 ml de éter anhidro R.A. Refluje por el lapso de 2 horas. Elimine el éter en un baño de agua. Disuelva el residuo en 30 ml de éter. Elimine nuevamente el éter por calentamiento. Seque el residuo bajo presión reducida. Transfiera a un desecador al vacío, permita que se enfríe y pese. Repita la operación usando la misma cantidad de solvente en matraces referidos como blancos.

La diferencia entre los pesos de los residuos será la cantidad de sustancias extractables en éter.

Cabe decir que sobre este residuo se podrán identificar todas las posibles cargas existentes en la formación de la muestra.



HULE LATEX  
 SUSTANCIAS EXTRACTABLES EN  
 ISOCTANO  
 ESPECTROFOTOMETRO: BECKMAN 25  
 ESCALA 1-A  
 VELOCIDAD DE LA CARTA:  
 0.5 pulg/min



\*

## 28) ABSORCION DE AGUA EN PLASTICOS

Este método cubre la determinación de la velocidad de absorción relativa de agua por los plásticos, cuando son sumergidos. Se intenta aplicar este método para probar todo tipo de plásticos, incluyendo los productos resinosos fundidos, moldeados en frío y moldeados en caliente; los plásticos homogéneos y laminados, en forma de tubo o varilla y en láminas de 0.13 mm (0.005) o de mayor grosor.

### a) Aparatos:

Balanza: Debe ser una balanza química precisa.

Horno: Capaz de mantener uniformemente temperaturas de  $50 \pm 3^{\circ}\text{C}$  ( $122 \pm 5.4^{\circ}\text{F}$ ) y de  $105^{\circ}$  a  $110^{\circ}$  ( $221$  a  $230^{\circ}\text{F}$ ).

### b) Especímen de prueba:

1) El espécimen de prueba para plásticos moldeados deberá ser en forma de disco de 50.8 mm de diámetro y 3.2 mm de grosor. Las variaciones permisibles en el grosor son de 0.18 mm para plásticos moldeados en caliente y de 0.30 mm para plásticos moldeados en frío o materiales fundidos.

2) El espécimen de prueba para laminados será en forma de una barra de 76.2 mm de longitud por 25.4 mm de ancho por el grosor del material. Cuando se desea la comparación de los valores de absorción con los plásticos moldeados, deben usarse especímenes de un espesor de 3.2 mm deberá ser de 0.20 mm excepto para materiales laminados de asbesto fabricados en base fenólica, u otros materiales que tengan mayores tolerancias con materiales estándar.

3) El espécimen de prueba para varillas deberá ser de 25.4 mm de longitud para varillas de 25.4 mm de diámetro o de menor diámetro, y de 12.7 mm de longitud para varillas de mayor diámetro. El diámetro del espécimen deberá ser el diámetro de la varilla terminada.

4) El espécimen de prueba para tubos de un diámetro interior menor d 76 mm, deberá ser la sección completa del tubo y de una longitud de 25.4 mm. Para tubos de un diámetro interior de 76 o mayor, deberá cortarse un espécimen rectangular de 76 mm de longitud en la dirección circunferencial del tubo y de 25.4 mm a lo largo del ancho del tubo.

Los especímenes de prueba deberán ser cortados a partir de la muestra de modo que se obtengan bordes suaves, libres de roturas. Los bordes

cutados se harán lisos lijándolos con papel lija del No. 0, o más fino, o con un lienzo de esmeril. El lijado o aserramiento deberá hacerse de tal manera para no producir calentamiento apreciable en el material.

Si hay aceite sobre la superficie, lavar el espécimen con un trapo humedecido en gasolina, secarlo con un trapo seco, dejarlo expuesto al aire por dos horas para permitir la evaporación de la gasolina. Si la gasolina ataca al plástico, usar cualquier otro disolvente adecuado o detergente que se evapore dentro del período de 2 horas.

Las dimensiones enlistadas en la siguiente tabla para los diferentes especímenes deberán ser medidos con una aproximación de 0.025 mm. Las dimensiones no enlistadas deberán medirse con una aproximación de 0.8 mm.

<b>Tipo de espécimen</b>	<b>Dimensiones que deberán ser medidas con una aprox. de 0.025 mm</b>
Disco moldeado	Grosor
Lámina	Grosor
Varilla	Longitud y diámetro
Tubo	Diámetro interior y exterior y grosor de la pared

### **c) Acondicionamiento:**

Tres especímenes de materiales cuyos valores de absorción de agua son afectados apreciablemente por temperaturas cercanas a los 110°C serán secados en un horno a 50.3°C por 24 horas, enfriadas en un desecador e inmediatamente pesados.

Si una carga estática interfiere con las pesadas, frotar suavemente la superficie de los especímenes con un conductor conectado a tierra.

2) Los especímenes de materiales, tales como los plásticos laminados fenólicos y otros productos cuyos valores de absorción de agua se ha demostrado que no son afectados apreciablemente por temperaturas superiores a los 110°C, serán secados en un horno a 105°-110°C por 1 hora.

### **d) Procedimiento:**

**1) Inmersión durante 24 horas.**—Los especímenes acondicionados serán colocados en un recipiente con agua destilada, mantenida a una temperatura de  $23 \pm 1^\circ\text{C}$ , se deja reposar sobre uno de sus bordes, y deben

estar totalmente sumergidos, después de las 24 horas los especímenes serán sacados del agua uno por uno, toda el agua que se encuentre en la superficie será eliminada con un trapo seco, y se pesan inmediatamente. Si el espécimen tiene 1/16 pulg o menos de grosor, será puesto en una botella tarada inmediatamente después de sacarlo y pesado en la botella.

**2).—Inmersión repetida.**—Un espécimen puede ser pesado después de 2 horas de inmersión, y pesado otra vez después de 24 horas.

Al usar este método, es probable que la cantidad de agua absorbida en 24 horas sea menor que la que hubiera absorbido si la inmersión no se hubiera interrumpido.

**3) Inmersión durante 2 horas.**—Para materiales, de todos los grosores, que tienen una velocidad de absorción relativamente alta, y para especímenes de otros materiales, los cuales pueden mostrar un incremento significativo en el peso, los especímenes serán tratados como en el punto 1º, exceptuando que el tiempo será reducido a  $120 \pm 4$  minutos.

**4) Inmersión a largo plazo.**—Para determinar el total de agua absorbida cuando el material está substancialmente saturado, los especímenes acondicionados serán probados como en el punto 1º, exceptuando que al final de las 24 horas deberán ser sacados del agua, eliminada la humedad superficial con un trapo seco pesados inmediatamente, y entonces colocados rápidamente en agua. Las pesadas deben ser repetidas al final de la primera semana y después cada dos semanas, hasta que el incremento en el peso en un período de dos semanas demostrado por tres pesadas consecutivas, sea en promedio menor al 1% del aumento total en peso o menor a 5 mg, el espécimen será entonces considerado substancialmente saturado. La diferencia entre el peso del material seco y el material substancialmente saturado será considerado como el agua absorbida cuando el material esté substancialmente saturado.

**5) Inmersión en agua en ebullición.**—Los especímenes acondicionados serán colocados en un recipiente con agua destilada en ebullición, descansando sobre un borde y totalmente sumergidos. A los  $120 \pm 4$  minutos los especímenes serán sacados del agua y enfriados en agua destilada mantenida a la temperatura ambiente. Después de  $15 \pm 1$  minuto, los especímenes serán sacados del agua, uno por uno, se les elimina el agua superficial con un trapo seco y se pesan inmediatamente. Si el espécimen tiene 1/16 pulg en grosor o menos, deben ser pesados en una botella tarada.



**6).—Inmersión durante media hora en agua en ebullición—**Para materiales de todos los grosores que tienen velocidades de absorción relativamente altas, y para especímenes delgados de otros materiales que pueden mostrar un incremento significativo en el peso en media hora, el espécimen debe ser probado, como se describe en el punto anterior, exceptuando que el tiempo de inmersión será reducido a  $30 \pm 1$  minuto.

**7) Inmersión a 50°C.**—Los especímenes acondicionados, serán probados como en el punto 5, exceptuando que el tiempo y la temperatura de inmersión serán de  $48 \pm 2$  horas y  $50^\circ \pm 1^\circ\text{C}$ , respectivamente, se omitirá el enfriamiento en agua antes de pesar.

Quando se desean datos para la comparación de los valores de absorción para otros plásticos se usará el procedimiento inmersión durante 24 horas (punto 1) y el valor de equilibrio determinado en el punto 4.

#### **e) Reacondicionamiento:**

Quando se sospecha o se sabe que los materiales contienen una apreciable cantidad de ingredientes solubles en agua, estos especímenes serán entonces reacondicionados después de la inmersión, durante el mismo tiempo y a la misma temperatura que se usó en el período de secado original. Se enfrían entonces en un desecador y se vuelven a pesar inmediatamente. Si el peso de reacondicionamiento es menor, que el peso de acondicionamiento la diferencia será considerada como la materia soluble en agua perdida durante la prueba de inmersión. Para tales materiales, el valor de absorción de agua será tomado como la suma del incremento en peso debido a la inmersión más el peso de la materia, soluble en agua.

#### **f) Cálculos y Reporte:**

El reporte debe incluir los valores para cada espécimen y el promedio para los tres especímenes, como sigue:

- 1) Dimensiones de los especímenes antes de la prueba, reportadas con una aproximación de 0.001 pulg.
- 2) Tiempo y temperatura del acondicionamiento.
- 3) Proceso de inmersión usado.
- 4) Tiempo de inmersión (solamente para el procedimiento de inmersión a largo plazo).
- 5) Porcentaje de aumento en peso debido a la inmersión, calculado con una aproximación de 0.01 % como sigue:

- 1) Dimensiones de los especímenes antes de la prueba, reportadas con una aproximación de 0.001 pulg.
- 2) Tiempo y temperatura del acondicionamiento.
- 3) Proceso de inmersión usado.
- 4) Tiempo de inmersión (solamente para el procedimiento de inmersión a largo plazo).
- 5) Porcentaje de aumento en peso debido a la inmersión calculado con una aproximación de 0.01% como sigue:

$$\% \text{ de incremento en peso} = \frac{\text{peso en húmedo} - \text{peso de acond.} \times 100}{\text{peso de acondicionamiento}}$$

- 6) Porcentaje de materia soluble en agua pérdida durante la inmersión, si se determinó, calculado con una aproximación de 0.01% como sigue:

$$\% \text{ de materia soluble perdida} = \frac{(\text{peso de acond.} - \text{peso de recon.}) \times 100}{\text{peso de acondicionamiento}}$$

Quando el peso de reacondicionamiento del espécimen después de la inmersión en agua excede al peso de acondicionamiento previo a la inmersión, se reporta "ninguno".

- 7) Porcentaje de agua absorbida, el cual es la suma de los porcentajes anteriores (punto 5 y 6).
- 8) Cualquier observación, tal como deformaciones, rajaduras o cambios en la apariencia de los especímenes.

## 29) ENVEJECIMIENTO ✓

Esta prueba se realiza con el fin de determinar el envejecimiento que sufren los materiales plásticos al ser expuestos bajo radiaciones penetrantes de luz (UV) y condiciones de humedad a la temperatura de 37°C.

### Procedimiento:

- a) Exposición a radaciones de luz UV.

En caja oscura coloque una muestra de aproximadamente 25 cm de largo y 0.25 cm de grosor, haga incidir el haz de luz perpendicularmente sobre la muestra por 240 horas. No deberá presentarse modificación alguna en su apariencia.

b) Exposición a condiciones de humedad drásticas a temperaturas de 37°C.

Colocar en la parte superior de una estufa de vacío mantenida a 37°C la muestra, y en la parte inferior un sistema saturado de clorato de sodio en agua (150 en 100) el cual nos ayudará a mantener una humedad relativa de  $75 \pm 3\%$ , aplique rápidamente vacío hasta 15 mm de mercurio y mantenga estas condiciones por 240 horas. No deberá presentarse modificación alguna en su apariencia.

### 30) PRUEBAS BIOLÓGICAS

Las pruebas biológicas están basadas en la reacción del tejido vivo de un animal de prueba producida por la presencia de porciones de un material plástico o los extractos de éste.

#### Definiciones:

Para propósito de esta sección daremos las siguientes definiciones: la misma manera que éste.

**Muestra:** Es el material plástico bajo prueba o un extracto preparado del mismo material. Consiste de las mismas cantidades del mismo medio de extracción que el usado en el material plástico bajo prueba, y tratado de

Con excepción de la prueba de **Implantación**, los procedimientos están basados en el uso de extractos, los cuales dependiendo de la resistencia al calor de los plásticos, son preparados en una de las tres temperaturas estándar: 50°, 70° y 121°.

La prueba de **Inyección sistémica** y la **Prueba intracutánea**, son diseñadas para determinar la respuesta biológica de animales a plásticos por una inyección de dosis simple de extractos específicos preparados de una muestra. La prueba de Implantación está diseñada para evaluar la reacción del tejido vivo al plástico por implantación de la muestra misma en el tejido del animal. Es esencial no solamente usar la cantidad designada del plástico, sino también disponer de la superficie adecuada para extracción a la temperatura establecida. También es esencial tener cuidado en la preparación de los materiales a ser inyectados, para prevenir contaminación con microorganismos y otra materia extraña. La preparación y colocación adecuada de la muestra bajo condiciones asépticas son importantes en la conducta de la **Prueba de Implantación**.

#### Medio de extracción:

Inyección de cloruro de sodio.

Solución 1 en 20 de alcohol en inyección de cloruro de sodio.

Polietilenglicol 400.

Aceite Vegetal.—Usar aceite de Sésamo refinado recientemente, o aceite de algodón.

#### **Aparatos:**

Autoclave.

Estufa: Que mantenga temperatura de  $50^{\circ}$  o  $70^{\circ} \pm 1^{\circ}\text{C}$ .

Contenedores de extracción: Usar envases tales como: Ampulas o tubos de cultivo de tapa de rosca de vidrio de borosilicato. Si se usan tubos de cultivo con tapas de rosca debe tener un relleno de hule que esté completamente protegida por un disco de un sólido inerte de un grosor de 50 a 70 micras. Un disco adecuado puede ser fabricado de una resina de politetrafluoroetileno.

#### **Preparación de Aparatos:**

Limpiar toda la cristalería cuidadosamente con mezcla limpiadora de ácido crómico y si es necesario con ácido nítrico caliente seguido por un prolongado enjuague con agua estéril para inyección. Limpiar los dispositivos cortantes por un método apropiado (por ejemplo: Limpiando sucesivamente con acetona y cloruro de metileno) antes de subdividir el espécimen. Limpiar el equipo restante tallando con un detergente adecuado y un lavado prolongado con agua. Los contenedores y dispositivos usados para extracción, así como los usados para transferir y administrar el material de prueba, deben ser estériles y secos por un proceso adecuado.

**NOTA:** Si se usa óxido de etileno en la esterilización, dejarlo al menos 48 horas para una degasificación completa.

#### **Procedimiento:**

Preparación de la muestra: De una muestra de plástico homogéneo usar una porción equivalente a  $120\text{ cm}^2$  cuando el espesor es de 500 micras o menos, ó  $60\text{ cm}^2$  cuando el espesor es mayor de 500 micras; subdivididas en tiras de aproximadamente 3 mm de ancho por 5 cm de largo (hasta donde sea práctico). Remover partículas libres, tratando cada muestra subdividida como sigue:

Transferir la muestra subdividida a una probeta de 100 ml de vidrio con tapón de vidrio, adicionar aproximadamente 70 ml de agua para inyección. Agitar aproximadamente 30 seg y decantar el agua, repetir este paso, y secar estas piezas preparadas por la extracción con aceite de sésamo en una estufa a una temperatura no mayor de  $50^{\circ}\text{C}$ .

**NOTA:** No limpiar el plástico con una tela seca o húmeda, o lavando con solventes orgánicos, surfactantes, etc.

**Extractos:** Colocar dos muestras preparadas adecuadamente del plástico a ser probado, en dos matraces de extracción separados, y adicionar a cada matraz 20 ml de medio de extracción apropiado. Repetir estas indicaciones para cada medio de extracción requerido por la prueba. También preparar un blanco de 20 ml de cada medio para inyecciones paralelas y comparaciones.

Extraer por calentamiento en un autoclave a  $121^{\circ} \pm 0.5^{\circ}$  por 60 minutos, en una estufa a  $70^{\circ}$  por 24 horas, o en una a  $50^{\circ}$  por 72 horas. Dejar el tiempo adecuado para que el líquido dentro del contenedor alcance la temperatura de extracción.

**NOTA:** Las condiciones de extracción no deben causar por ningún motivo cambios físicos, tales como fusión de las piezas plásticas, lo cual resulta en una disminución en el área de superficie disponible. Una ligera adherencia de las piezas puede ser tolerada. Adicionar siempre las piezas limpias individualmente al medio extractante. Si los tubos de cultivo son usados para extracciones en autoclave con aceite de sésamo, sellar adecuadamente las tapas de rosca con una cinta sensitiva a la presión.

Enfriar a la temperatura del cuarto, pero no abajo de  $22^{\circ}$ , agitar vigorosamente, y decantar cada extracto teniendo precauciones asépticas, en un vaso seco y estéril. Guardar los extractos a una temperatura entre  $22^{\circ}$  y  $30^{\circ}$ , pero no usar después de 24 horas.

### **A) PRUEBA DE INYECCION SISTEMICA**

La prueba de Inyección Sistémica y la Prueba de Implantación son diseñadas en ratones y conejos para la evaluación de extractos de materiales plásticos. Es importante el contacto del medio de extracción con el área de superficie disponible del plástico, así como el tiempo y la temperatura de extracción, el enfriamiento adecuado, agitación, proceso de decantación, el manejo aséptico y el almacenaje de los extractos después de la extracción. (Nota: Agitar vigorosamente antes de tomar dosis para inyección).

**Animal de Prueba:** Usar ratones sanos, no usados anteriormente, albinos y pesando entre 18 y 25 g. Para cada grupo de prueba usar sólo ratones de la misma fuente. Darles agua y comida, comúnmente usados para animales de laboratorio y de composición conocida, ad libitum.

**Procedimiento:** Inyectar los extractos de la muestra y el correspondiente blanco en grupos de 5 ratones cada uno en la cantidad y por la ruta indicada en la siguiente tabla:

Extracto o blanco	Dosis (por Kg)	Inyección	
		Ruta	Velocidad (ml/seg)
Inyección de Cloruro de Sodio Solución 1:20 de alcohol en	50 ml	iv	0.1
Inyección de Cloruro de Sodio Polietilenglicol 400	50 ml	iv	0.1
Aceite Vegetal	10 g	ip	—
	50 ml	ip	—

**NOTA:** Diluir con 4.6 volúmenes de inyección de cloruro de sodio los extractos de muestra y blanco correspondiente preparados con polietilenglicol para obtener una solución de 200 mg de polietilenglicol por mililitro.

Observe los animales inmediatamente después de la inyección y no antes de 24, 48 y 72 horas respectivamente después de la inyección. Si durante el período de observación ninguno de los animales tratados con el extracto de la muestra presenta una reacción significativamente mayor que los animales tratados con el blanco, la muestra cumple con los requerimientos de esta prueba.

**NOTA:** Si ningún animal tratado con la muestra, presenta ligeros signos de toxicidad, y no más de un animal presenta grandes signos de toxicidad o muere, repetir la prueba usando grupos de 10 ratones cada uno. En esta segunda prueba los requerimientos serán que ninguno de los ratones tratados con la muestra, presenten alguna reacción significativamente mayor que los observados en los animales tratados con el blanco.

## B) PRUEBA INTRACUTANEA

**NOTA:** El aceite de sésamo y el aceite de algodón de ser posible deben ser recientemente refinados. Usar tres animales preparados adecuadamente para la inyección intracutánea del aceite en una dosis de 200 microlitos en 10 sitios por animal. Y observar los animales a las 24, 48 y 72 horas después de la inyección. Ningún sitio presenta reacción del tejido, tal como edema y eritema, que sea mayor que 5 mm de diámetro.

**Animal de Prueba:** Seleccionar conejos albinos sanos, de piel delgada, no usados previamente para ninguna prueba, y cuyo pelo puede ser rasurado completamente y cuya piel este libre de irritación mecánica o trauma, en el manejo de los animales evite tocar los sitios de inyección, durante los períodos de observación.

**Procedimiento:** En el día de prueba rasure completamente el pelo en la parte trasera del animal en ambos lados de la columna, sobre un área de prueba suficientemente grande. Quite el pelo recortado por medio de vacío. Si es necesario lave ligeramente la piel con alcohol diluído, seque la piel antes de inyectar. Para cada muestra use dos animales e inyecte cada uno intracutáneamente, usando un lado del animal para la muestra y el otro lado para el blanco, inyecte intracutáneamente 0.2 ml de extracto de cada muestra, en 10 sitios de un lado de cada animal.

**NOTA:** Diluya los extractos de la muestra preparada con polietilenglicol 400, y un correspondiente blanco, con 8.3 volúmenes de inyección de cloruro de sodio para obtener una concentración de 120 mg de polietilenglicol por mililitro.

Similarmente en otros 5 sitios, en el otro lado de cada conejo, inyectar 0.2 ml del correspondiente blanco. Examine los sitios inyectados 24, 48 y 72 horas después de la inyección para mayor evidencia de la reacción de tejido tal como eritema, edema o necrosis. Para facilitar la observación limpie la piel ligeramente con alcohol diluído, y rasure la piel si es necesario. Tabule las observaciones en una escala numérica que permita obtener promedios significativos del extracto de la muestra y del blanco, respectivamente. El promedio de la muestra no es significativamente mayor que el del blanco.

**NOTA:** Si el resultado es dudoso, repetir la prueba usando extractos frescos, en tres conejos más. Los requerimientos de la prueba cumplen si el promedio de la segunda prueba de los extractos de la muestra no es significativamente mayor que el del Blanco.

### **C) PRUEBA DE IMPLANTACION**

La prueba de implantación está diseñada para la evaluación de un material plástico en contacto directo con el tejido vivo. Son de importancia la preparación adecuada de las tiras de implantación y su implantación adecuada bajo condiciones asépticas.

Preparar para la implantación ocho tiras de la muestra y cuatro tiras de estándar de referencia de Control Negativo USP. Cada tira deberá medir no menos de 10 X 1 mm. Los bordes de las tiras deben ser lo más lisos que sea posible para evitar traumas mecánicas adicionales en el

momento de la implantación. Las tiras del tamaño mínimo especificado son implantadas por medio de aguja hipodérmica tal como una de medida 15 con un punto introvenoso de 19 mm de longitud de cánula y un trocar estéril. Usar agujas pre-esterilizadas en las cuales las tiras de plástico estériles son insertadas asépticamente, o insertar cada tira limpia en aguja, la cánula y eje de las cuales son protegidas adecuadamente con una cubierta, y entonces sujetas a un procedimiento adecuado de esterilización. (Permitir la desgasificación completa en caso de usar óxido de etileno).

**Animales de Prueba:** Seleccionar conejos adultos, sanos pesando no menos de 2.5 Kg y cuyos músculos paravertebrales sean suficientemente grandes en tamaño como para permitir la implantación de las tiras de prueba. No usar cualquier otro tejido muscular más que el sitio paravertebral. Los animales deben ser anestesiados con un agente anestésico comúnmente usado con un grado profundo suficiente para prevenir movimientos musculares, tales como tirones.

#### **Procedimiento:**

Realizar la prueba en un área limpia. En el día de la prueba o 20 horas antes de la prueba, rasurar el pelo de los animales a ambos lados de la columna vertebral. Eliminar el pelo desprendido por medio de vacío.

Implantar cuatro tiras de la muestra en el músculo paravertebral de un lado de la espina de cada uno de los conejos, a 2.5-5 cm de la línea media y paralela de la columna espinal y aproximadamente separadas 2.5 cm una de otra. De una manera similar colocar dos tiras del estándar de Referencia de Control Negativo USP en el músculo opuesto de cada animal. Introduzca un punzón estéril en la aguja para sostener la tira de plástico en el tejido, mientras se retira la aguja. Si se observa excesivo sangrado después de la implantación de la tira, colocar un duplicado de la tira en otro sitio.

Guardar los animales por un período no menor de 72 horas y sacrificarlos en el período de observación final por la administración de una sobredosis de anestésico. Dejar transcurrir suficiente tiempo para cortar sin sangrado. Examinar macroscópicamente el área del tejido circundante a la porción central de cada implante. Usar lentes de aumento si es necesario. El tejido circundando el estándar de Referencia de Control Negativo USP aparece normal y completamente libre de hemorragia, películas o encapsamiento. La muestra cumple si en cada conejo la reacción de no más de 1 de las cuatro tiras de muestra es significativamente mayor que las tiras de estándar de Referencia de Control Negativo de Plástico USP.



## CAPITULO IV

# ESPECIFICACIONES Y ESPECTROS INFRA-ROJO

---

### CAUCHO NATURAL:

---

APARIENCIA	Sólido flexible Opaco
IDENTIFICACION AL ESPECTRO I.R.	Semejante a gráfica estándar.
DENSIDAD	1.48 - 1.52
RESIDUOS DE IGNICION	No más de 8 %
ARSENICO	No más de 2 ppm
AZUFRE	No más de 2 %
BARIO	Ausente
CARBONATOS	Ausentes
COBRE	Ausente
ESTAÑO	No más de 2 %
FIERRO	Ausente
MERCURIO	Ausente
METALES PESADOS	No más de 3 ppm
NITROGENO	No más de 2 %
SULFATOS	No más de 0.15 %
TITANIO	No más de 5 ppm
ZINC	No más de 5 %
ABSORCION U.V. EN ISOCTANO	No debe presentar liberación de cargas; ni máximos ni mínimos diferentes a los del polímero estándar.
SUSTANCIAS EXTRACTABLES TOTALES EN SOLUCION	No más de 80 mg/g
SUSTANCIAS EXTRACTABLES EN SOLUCION	No debe presentar liberación de cargas en un grado de 300 unidades de turbidez (nefelos).
CAMBIO DE pH	No más de dos unidades de pH.
ABSORCION DE AGUA	No más de 0.35 %
RESISTENCIA A LA LUZ U.V. (120 horas)	No debe haber modificación en su apariencia ni en sus propiedades físicas.
TOXICIDAD	Atóxico.

---

---

**ABS:**

---

APARIENCIA	Sólido Opaco
IDENTIFICACION AL ESPECTRO I.R.	Semejante a gráficas estándar
DENSIDAD	1.02 – 1.18
RESIDUOS DE IGNICION	No más del 12 %
ARSENICO	Ausente
AZUFRE	Ausente
BARIO	Ausente
CARBONATOS	Ausentes
COBRE	Ausente
CROMO	Ausente
ESTAÑO	No más de 3 ppm
FIERRO	Ausente
MERCURIO	Ausente
METALES PESADOS	No más de 3 ppm
NITROGENO	No más del 9% y no menos del 5%
NIQUEL	Ausente
SILICE	Ausente
SULFATOS	No más de 0.10 %
TITANIO	No más de 40 ppm
ZINC	No más de 5 ppm
ABSORCION U.V. EN ISOCTANO	No debe presentar liberación de cargas; ni máximos ni mínimos diferentes a los del polímero estándar.
SUSTANCIAS EXTRACTABLES TOTALES EN SOLUCION	No más de 60 mg/g
SUSTANCIAS EXTRACTABLES EN SOLUCION	No debe presentar liberación de cargas en un grado de 300 unidades de turbidez (nefelos).
CAMBIO DE pH	No más de 1.5 unidades de pH
ABSORCION DE AGUA	No más de 15%
RESISTENCIA A LA LUZ U.V.	No debe haber modificación en su apariencia ni en sus propiedades físicas.
TOXICIDAD	Atóxico

---

---

## HULE BUTILADO:

---

APARIENCIA	Sólido flexible Opaco
IDENTIFICACION AL ESPECTRO I.R.	Semejante a gráfica estándar
DENSIDAD	1.28 - 1.32
RESIDUOS DE IGNICION	No más del 10 %
ARSENICO	No más de 2 ppm
AZUFRE	Ausente
BARIO	Ausente
CARBONATOS	Ausentes
COBRE	Ausente
ESTAÑO	No más de 2 %
FERRO	Ausente
MERCURIO	Ausente
METALES PESADOS	No más de 5 ppm
NITROGENO	Ausente
NIQUEL	Ausente
SULFATOS	No más de 0.20 %
TITANIO	No más del 5 %
ZINC	No más del 5 %
ABSORCION U.V. EN ISOCTANO	No debe presentar liberación de cargas; ni máximos ni mínimos diferentes a los del polímero estándar.
SUSTANCIAS EXTRACTABLES TOTALES EN SOLUCION	No más de 60 mg/g
SUSTANCIAS EXTRACTABLES EN SOLUCION	No debe presentar liberación de cargas en un grado de 250 unidades de turbidez (nefelos).
CAMBIO DE pH	No más de 2 unidades de pH
ABSORCION DE AGUA	No más de 0.30 %
RESISTENCIA A LA LUZ U.V.	No debe haber modificación en su apariencia ni en sus propiedades físicas.
TOXICIDAD	Atóxico

---

---

## NEOPRENO

---

APARIENCIA	Sólido flexible Opaco
IDENTIFICACION AL ESPECTRO I.R.	Semejante a gráficas estándar
DENSIDAD	1.35 – 1.47
RESIDUOS DE IGNICION	No más de 8%
ARSENICO	No más de 2 ppm
AZUFRE	Ausente
BARIO	Ausente
CARBONATOS	Ausentes
COBRE	Ausente
CROMO	Ausente
ESTAÑO	No más de 5 ppm
FIERRO	Ausente
MERCURIO	Ausente
METALES PESADOS	No más de 3 ppm
NITROGENO	Ausente
NIQUEL	Ausente
SULFATOS	No más de 0.015%
TITANIO	No más de 5 ppm
ZINC	No más de 5 ppm
ABSORCION U.V. EN ISOCTANO	No debe presentar liberación de cargas; ni máximos ni mínimos diferentes a los del polímero estándar.
SUSTANCIAS EXTRACTABLES TOTALES EN SOLUCION	No más de 50 mg/g
SUSTANCIAS EXTRACTABLES EN SOLUCION	No debe presentar liberación de cargas en un grado de 300 unidades de turbidez (nefelos).
CAMBIO DE pH	No más de 2 unidades de pH
ABSORCION DE AGUA	No más de 0.3%
RESISTENCIA A LA LUZ U.V. (120 horas)	No debe haber modificación en su apariencia ni en sus propiedades físicas.
OXICIDAD	Atóxico

---

---

## POLICARBONATO:

---

APARIENCIA	Sólida
IDENTIFICACION AL ESPECTRO I.R.	Transparente, Opaco (según requerimientos)
DENSIDAD	Semejante a gráficas estándar
RESIDUOS DE IGNICION	1.06 – 1.27
ARSENICO	No más del 8 %
AZUFRE	No más de 2 ppm
BARIO	Ausente
CARBONATOS	Ausente
COBRE	No más de 3 %
CROMO	Ausente
ESTAÑO	Ausente
FIERRO	No más de 3 ppm
MERCURIO	Ausente
METALES PESADOS	No más de 2 ppm
NITROGENO	Ausente
NIQUEL	Ausente
SILICE	No más de 10 ppm
SULFATOS	Ausente
TITANIO	No más de 3 ppm
ZINC	No más de 5 ppm
ABSORCION U.V. EN ISOCTANO	No debe presentar liberación de cargas; ni máximos ni mínimos diferentes a los del polímero estándar.
SUSTANCIAS EXTRACTABLES TOTALES EN SOLUCION	No más de 30 mg/g
SUSTANCIAS EXTRACTABLES EN SOLUCION	No debe presentar liberación de cargas en un grado de 300 unidades de turbidez (nefelos).
CAMBIO DE pH	No más de 2.5 unidades de pH
ABSORCION DE AGUA	0.06 – 0.20 %
RESISTENCIA A LA LUZ U.V. (120 horas)	No debe haber modificación en su apariencia ni en sus propiedades físicas.
TOXICIDAD	Atóxico

---

---

## POLIPROPILENO:

---

APARIENCIA	Sólida Opaco, Translucido
IDENTIFICACION AL ESPECTRO I.R.	Semejante a gráficas estándar
DENSIDAD	0.89 – 0.915
RESIDUOS DE IGNICION	No más del 6 %
ARSENICO	No más de 2 ppm
AZUFRE	Ausente
BARIO	Ausente
CARBONATOS	Ausentes
COBRE	Ausente
CROMO	Ausente
ESTAÑO	No más de 5 ppm
FIERRO	Ausente
MERCURIO	Ausente
METALES PESADOS	No más de 3 ppm
NITROGENO	Ausente
NIQUEL	Ausente
SILICE	Ausente
SULFATOS	No más de 0.015 %
TITANIO	No más de 6 ppm
ZINC	No más de 5 ppm
ABSORCION U.V. EN ISOCTANO	No debe presentar liberación de cargas; ni máximos ni mínimos diferentes a los del polímero estándar.
SUSTANCIAS EXTRACTABLES TOTALES EN SOLUCION	No más de 50 mg/g
SUSTANCIAS EXTRACTABLES EN SOLUCION	No debe presentar liberación de cargas en un grado de 300 unidades de turbidez (nefelos).
CAMBIO DE pH	No más de 2 unidades de pH
ABSORCION DE AGUA	No más de 0.32 %
RESISTENCIA A LA LUZ U.V. (120 horas)	No debe haber modificación en su apariencia ni en sus propiedades físicas.
TOXICIDAD	Atóxico

---

---

## POLIETILENO:

---

APARIENCIA	Sólida Transparente u Opaco
IDENTIFICACION AL ESPECTRO I.R.	Semejante a gráficas estándar
DENSIDAD	0.910 – 0.925 (Baja) 0.926 – 0.940(Media) 0.941 – 0.965(Alta)
RESIDUOS DE IGNICION	No más del 6%
ARSENICO	No más de 2 ppm
AZUFRE	Ausente
BARIO	Ausente
CARBONATOS	No más del 2%
COBRE	Ausente
CROMO	Ausente
ESTAÑO	No más de 1 ppm
FIERRO	Ausente
MERCURIO	Ausente
METALES PESADOS	No más de 3 ppm
NIQUEL	Ausente
SULFATOS	No más de 3%
TITANIO	No más de 2 ppm
ZINC	No más de 2 ppm
ABSORCION U.V. EN ISOCTANO	No debe presentar liberación de cargas; ni máximos ni mínimos diferentes a los del polímero estándar.
SUSTANCIAS EXTRACTABLES TOTALES EN SOLUCION	No más de 10 mg/g
SUSTANCIAS EXTRACTABLES EN SOLUCION	No debe presentar liberación de cargas en un grado de 300 unidades de turbidez (nefelos).
CAMBIO DE pH	No más de 0.5 unidades de pH
ABSORCION DE AGUA	No más de 0.015% (Baja Densidad) No más de 0.010% (Media Densidad) No más de 0.010% (Alta Densidad)
RESISTENCIA A LA LUZ U.V. (120 horas)	No debe haber modificación en su apariencia ni en sus propiedades físicas.
TOXICIDAD	Atóxico

---

## **CELOFAN / SARAN :**

APARIENCIA	Sólido Translucido
	Incoloro u Opaco
GROSOR	0.00010'' – 0.0002''
EVALUACION VISUAL	Libre de partículas extrañas embebidas en el material. Libre de manchas de grasa.
ABSORCION DE AGUA	No más de 0.015 %
ESPECTRO I.R.	Semejante a gráficas estándar.



---

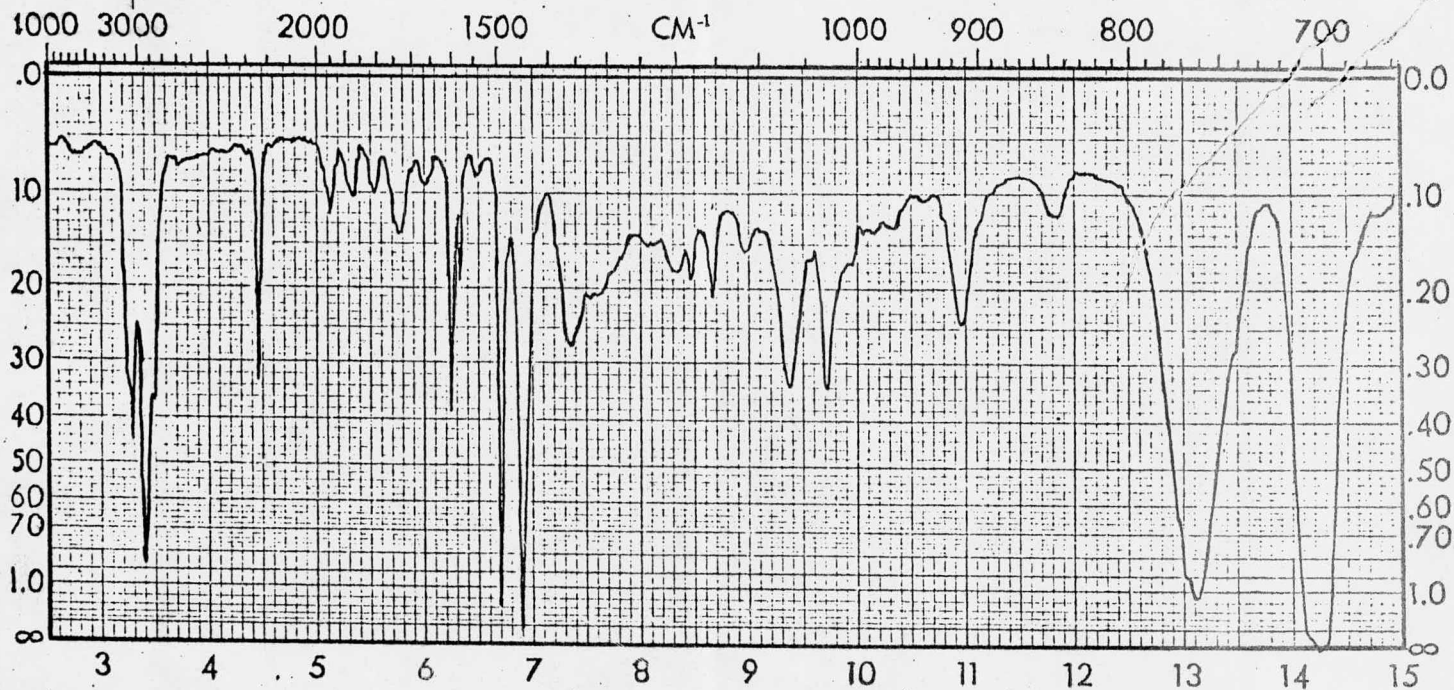
## CLORURO DE POLIVINILO:

---

APARIENCIA	Sólida Transparente u Opaco
IDENTIFICACION AL ESPECTRO I.R.	Semejante a gráficas estándar
DENSIDAD	1.16 – 1.35) (Flexible) 1.35 – 1.45 (Rígido)
RESIDUOS DE IGNICION	No más del 8%
ARSENICO	No más de 2 ppm
AZUFRE	Ausente
BARIO	Ausente
CARBONATOS	No más de 3%
COBRE	Ausente
CROMO	Ausente
ESTAÑO	No más de 2 ppm
FIERRO	Ausente
MERCURIO	Ausente
METALES PESADOS	No más de 3 ppm
NITROGENO	Ausente
NIQUEL	Ausente
SILICE	Ausente
SULFATOS	Ausente
TITANIO	No más de 8 ppm
ZINC	No más de 4 ppm
ABSORCION U.V. EN ISOCTANO	No debe presentar liberación de cargas; ni máximos ni mínimos diferentes a los del polímero estándar.
SUSTANCIAS EXTRACTABLES TOTALES EN SOLUCION	No más de 20 mg/g
SUSTANCIAS EXTRACTABLES EN SOLUCION	No debe presentar liberación de cargas en un grado de 250 unidades de turbidez (nefelos).
CAMBIO DE pH	No más de 1.5 unidades de pH
ABSORCION DE AGUA	0.07 – 0.40 % (Rígido); 0.15 – 0.75 % (Flex.)
RESISTENCIA A LA LUZ U.V. (120 horas)	No debe haber modificación de su apariencia ni en sus propiedades físicas.
TOXICIDAD	Atóxico

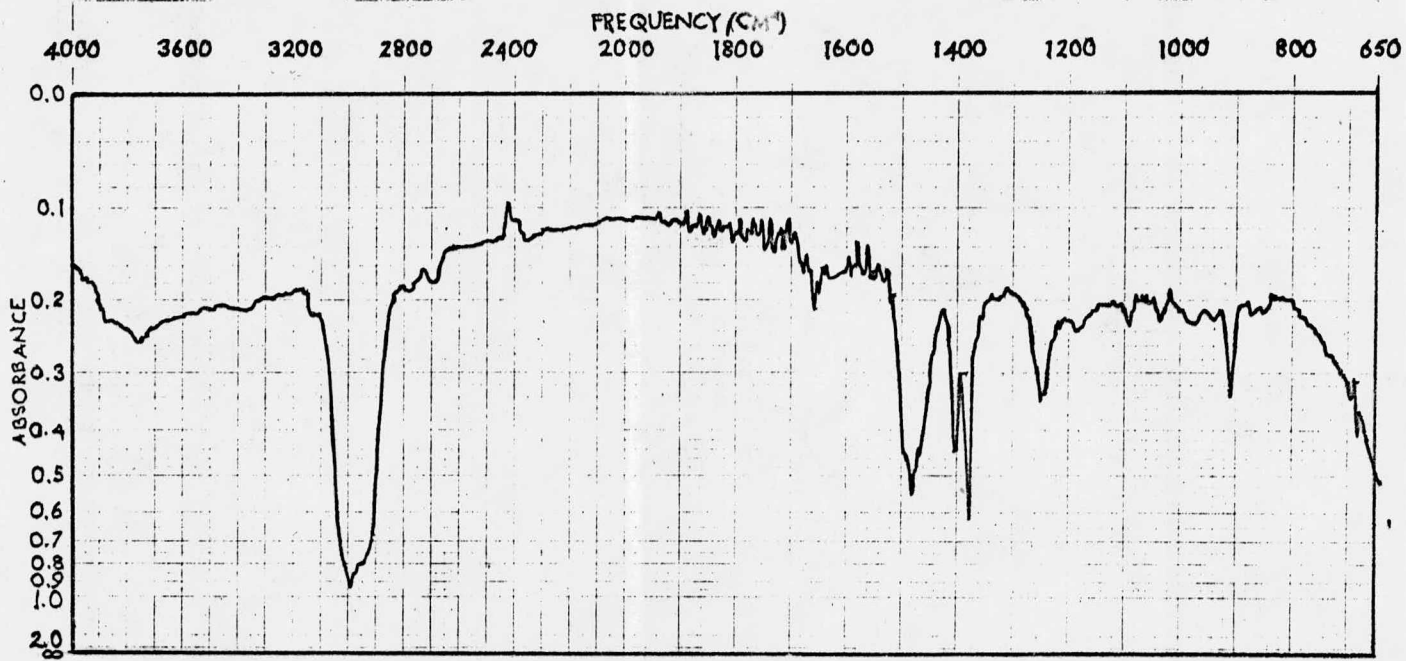
---

ACRILONITRILLO ESTIRENO.

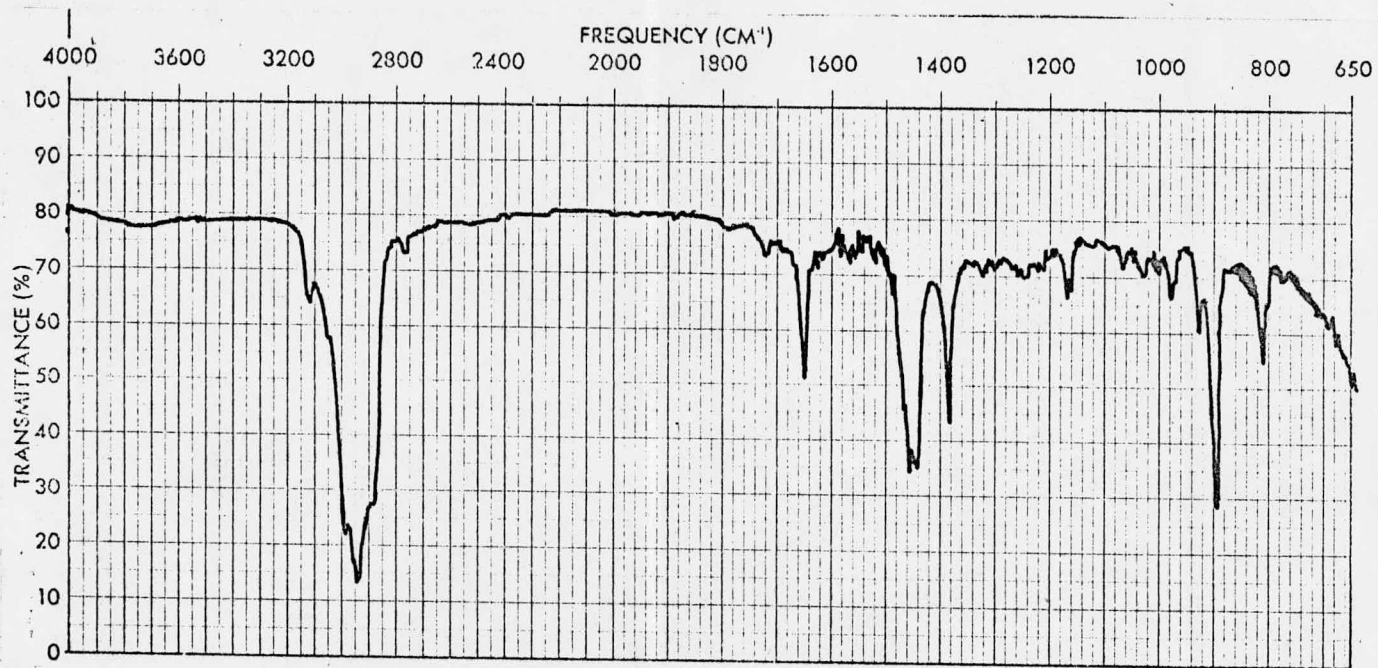


HULE BUTII 100

FASE: liquida

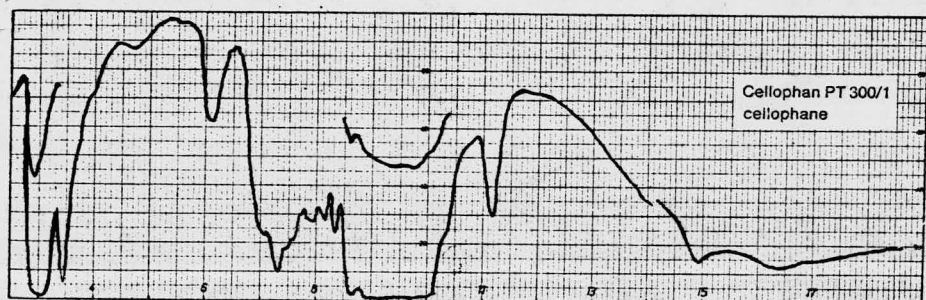


CAUCHO NATURAL



ESPECTRO I. R. DEL

CELOFAN.

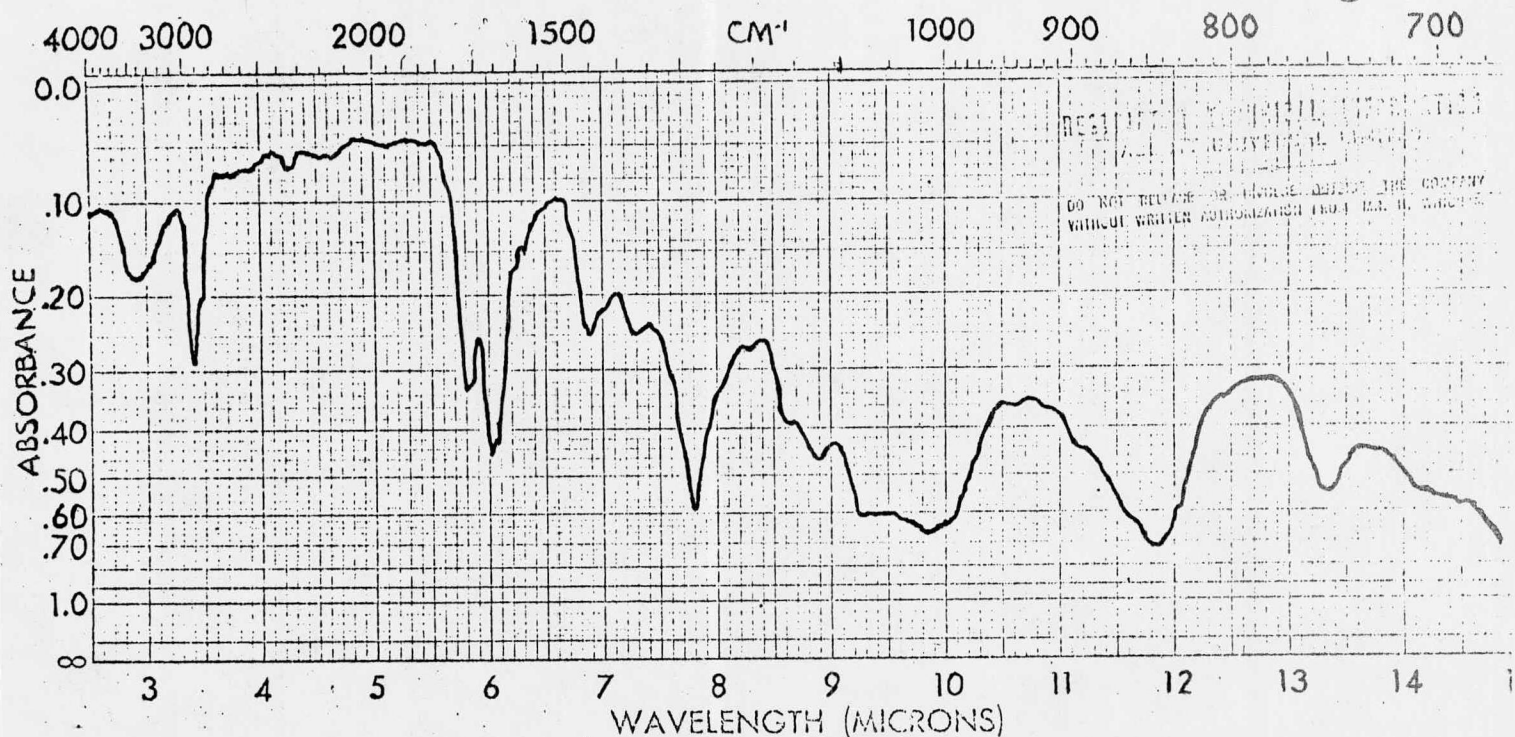


Manufactura: KALLE

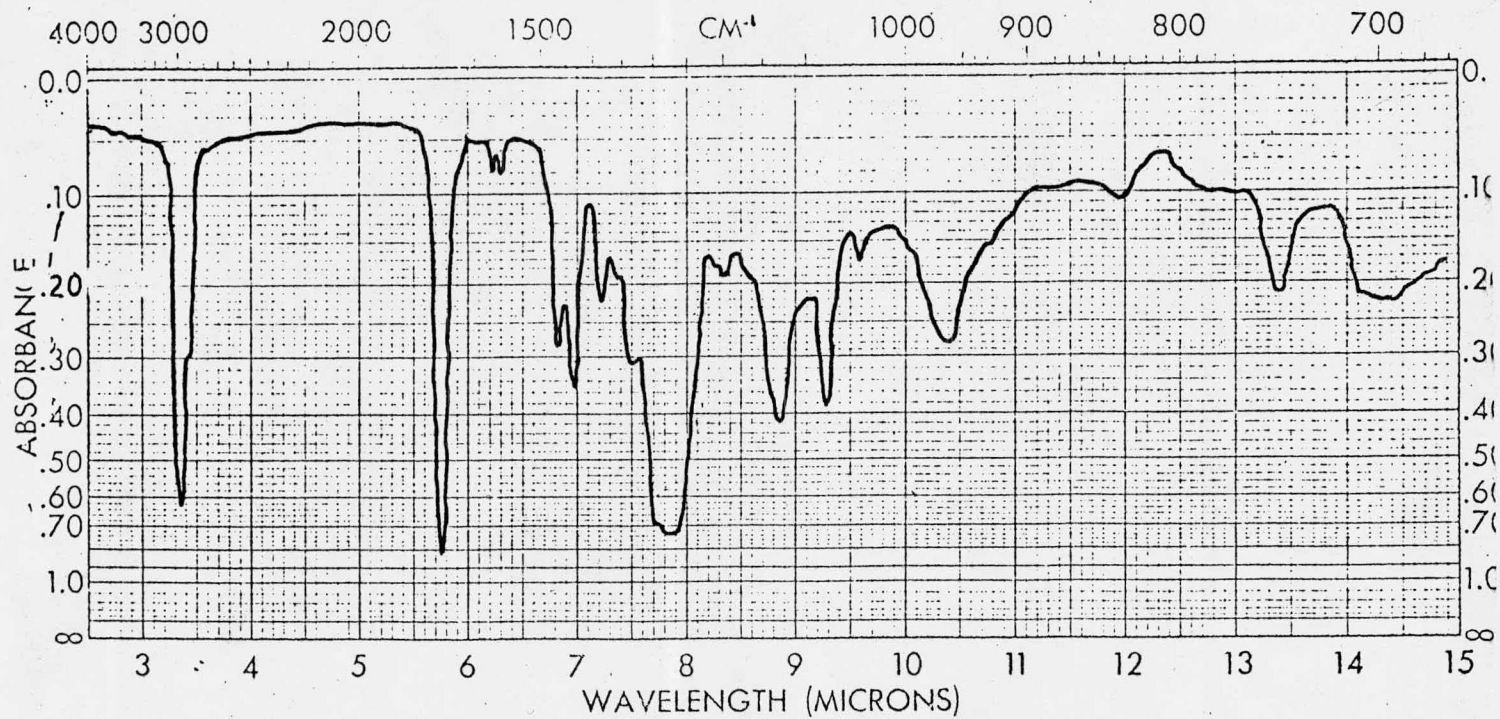
Composición: Celulosa regenerada (Predominantemente celulosa II)

Preparación de la muestra: Película

CELOFAN



P.V.C.



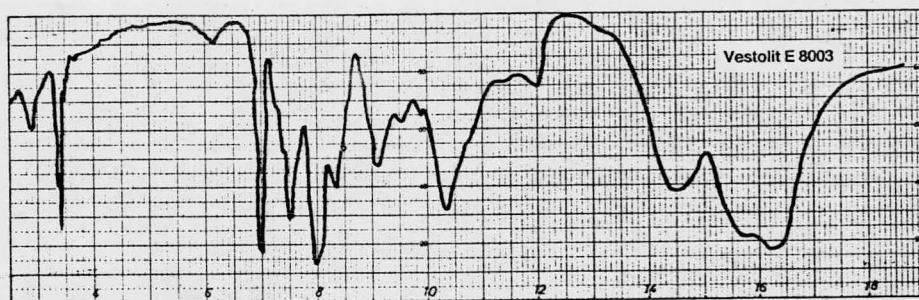
ESPECTRO I. R. DEL  
PVC.



Manufactura: HOECHST

Composición: Cloruro de polivinilo

Preparación: de la muestra: Método 2



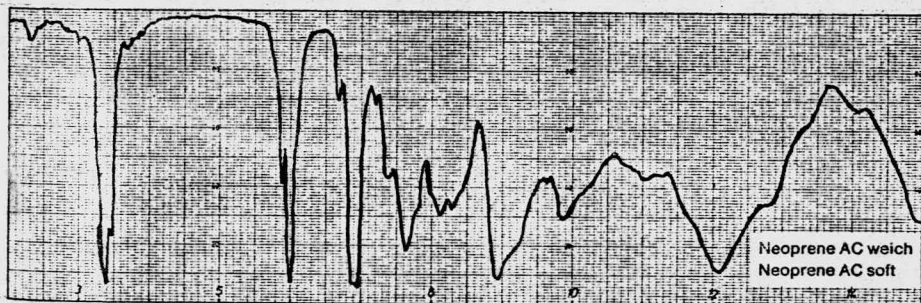
Manufactura: CWH

Composición: Cloruro de polivinilo

Preparación de la muestra: Método 2



ESPECTRO I.R. DEL  
NEOPRENO.

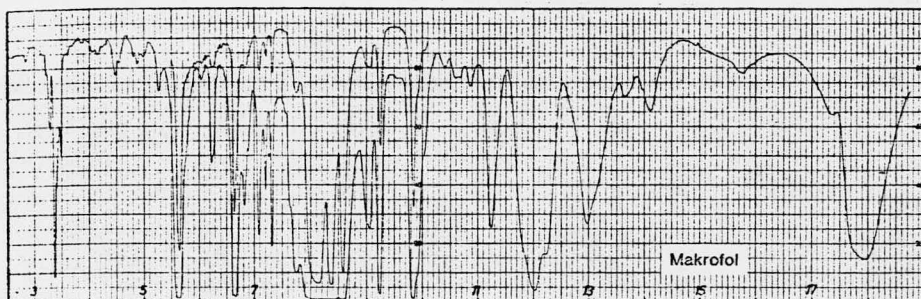


Manufactura: DUPONT

Composición: Poli 2 clorobutadieno.

Preparación de la muestra: Método 1

ESPECTRO I. R. DEL  
POLICARBONATO



Manufactura: BAYER

Composición: Policarbonato de bisfenol A

Preparación de la muestra: Método 2 y método 1

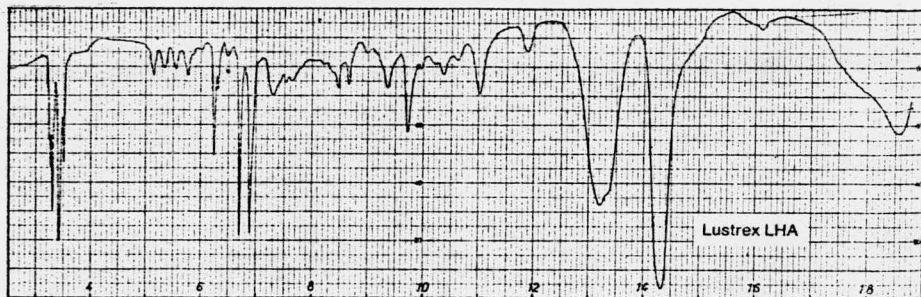


Manufactura: BAYER

Composición: Policarbonato de bisfenol A

Preparación de la muestra: Método 2 y Método 1

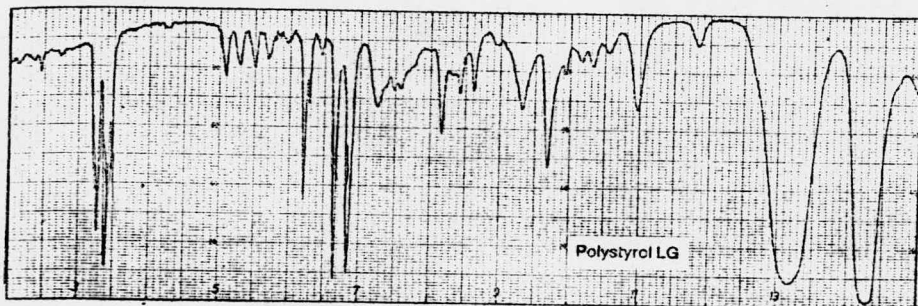
ESPECTRO I. R. DEL  
POLIESTIRENO



Manufactura: Monsanto

Composición: Poliestireno atáctico

Preparación de la muestra: Método 2

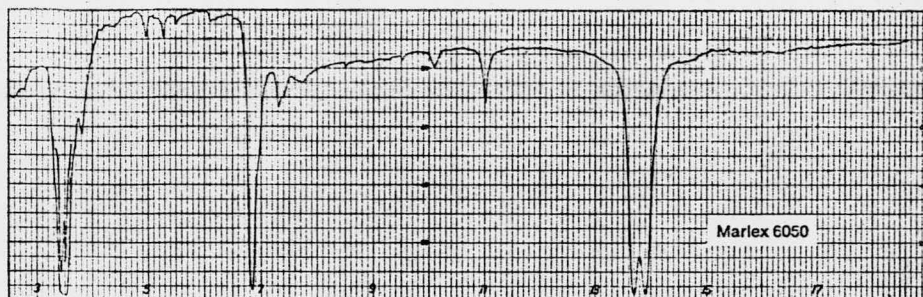


Manufactura: BASF

Composición: Poliestireno atáctico

Preparación de la muestra: Método 2

ESPECTRO I. R. DEL  
POLIETILENO.



Manufactura: PHILLIPS PETROLEUM

Composición: Polietileno lineal.

Preparación de la muestra: Método 1

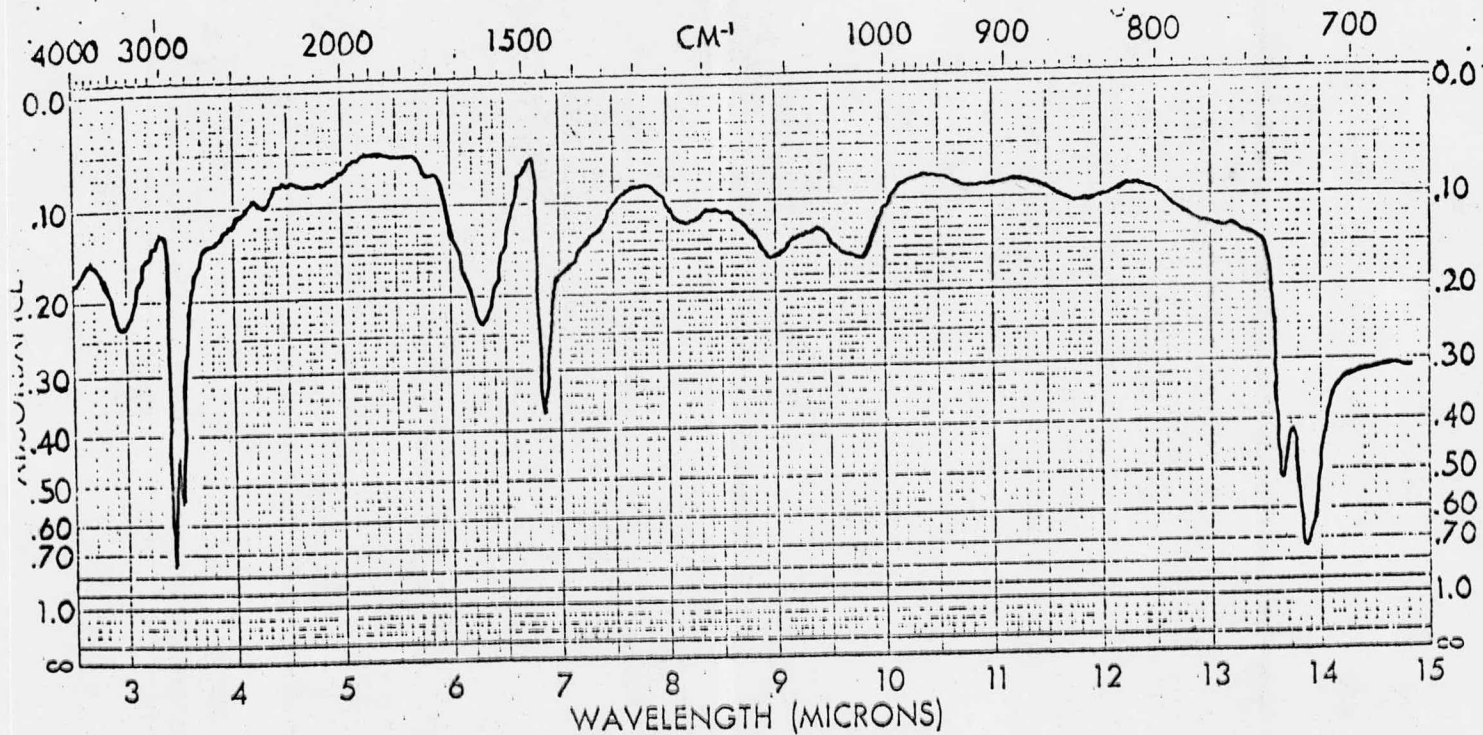


Manufactura: CWF

Composición: Polietileno lineal.

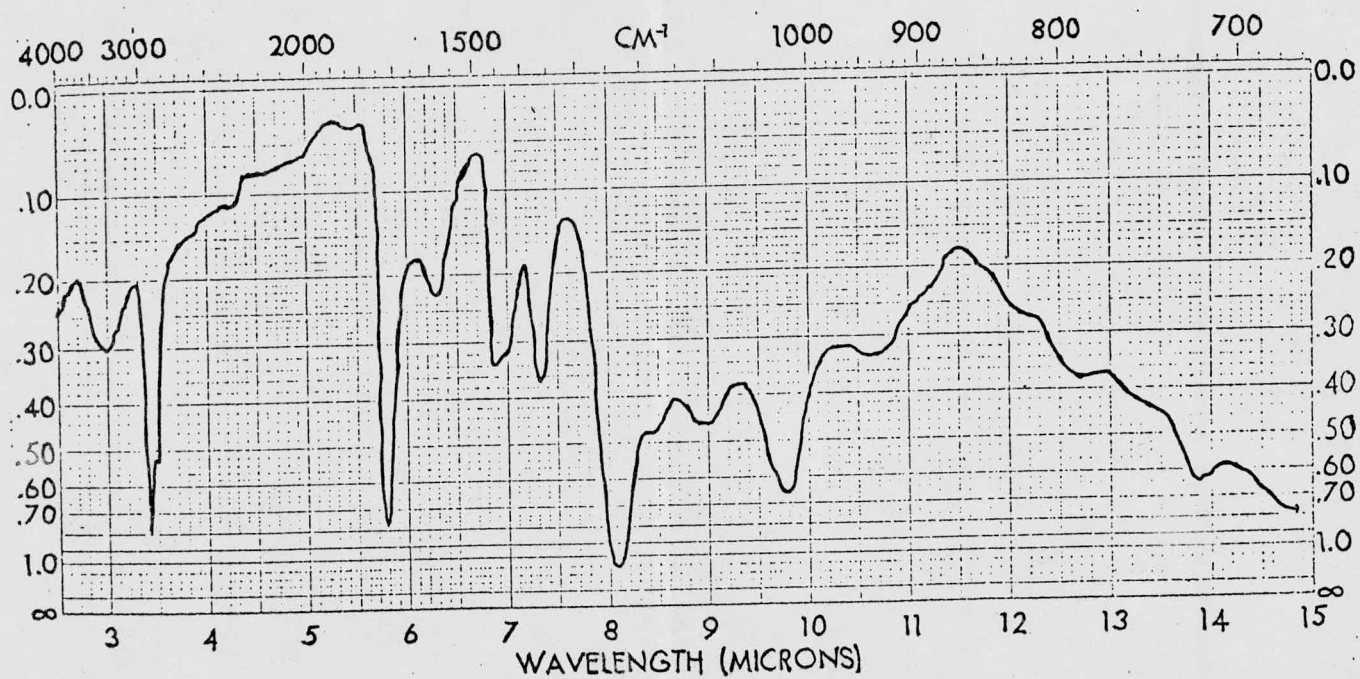
Preparación de la muestra: Método 1

POLIETILENO



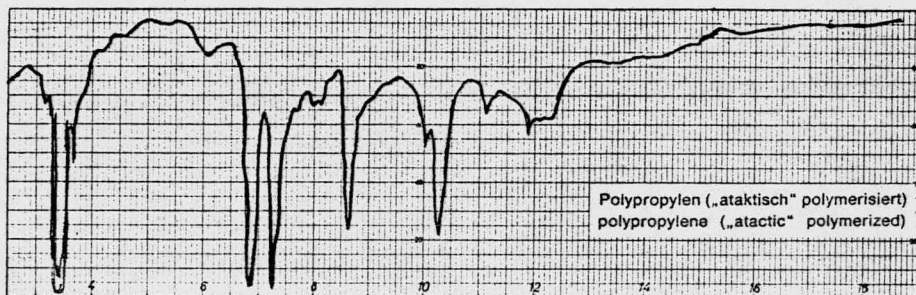
(A.T.R.) Printed Side (lado impreso)

POLILENE



(A.T.R.) Adhesive Side (lado adhesivo)

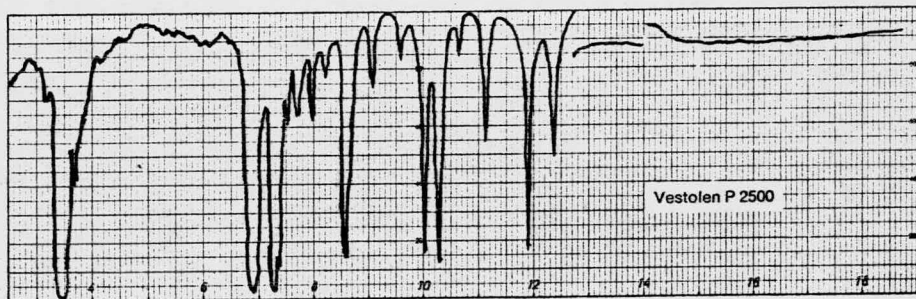
ESPECTRO I.R. DEL  
POLIPROPILENO.



Manufactura: CWH

Composición: Polipropileno atáctico

Preparación de la muestra: Método 1



Manufactura: CWH

Composición: Polipropileno isostético cristalino

Preparación de la muestra: Método 1

## CAPITULO V

# APLICACIONES

El uso de los materiales aquí tratados, tiene un campo de aplicación muy amplio, entre los cuales está el de la Industria Farmacéutica, Cosmética y Alimenticia.

Estos materiales de acuerdo a su composición pueden emplearse de diferente forma, dependiendo del uso que se les desee dar, ya sea como recipientes primarios o secundarios. Los tipos de envase primario, los cuales están disponibles para tabletas y cápsulas pueden ser considerados como:

Vidrio: Frascos y viales.

Plástico: Frascos, viales, tubos, cajas, etc.

Aluminio: Tubos, latas y bandas de empaque.

Las aplicaciones típicas de los laminados en la Industria Farmacéutica, las encontramos en la siguiente tabla:

Papel/PE	Tabletas analgésicas.
Celofán/PE	Tabletas de antiácidos y vitaminas.
Al/PE	Analgésicos efervescentes.
Al/PVC	Pomadas, jarabes para la tos.
Acetato/Al/laca	Tabletas de antibióticos y vitaminas.
Acetato/Al/saran	Cápsulas de antibióticos y pomadas.
Celofán/PE/saran	Antibióticos en cápsulas, vitaminas en tabletas.
Celofán/PE/Al/laca	Tabletas antiácidas.
Celofán/PE/Al/PE	Tabletas analgésicas y pomadas.
Papel/PE/Al/PE	Tabletas vitamínicas.



*todo* ✓

El tipo de empaque llamado Blister empleado normalmente para formas farmacéuticas sólidas o semisólidas presenta las siguientes características:

- Costo y velocidad de empaque
- Protección mecánica y climática
- Compatibilidad
- Inviolabilidad
- Facilidad de Dosificación
- Peso y presentación.

Los blisters ofrecen también las ventajas de formar, llenar y sellar dos tiras en una sola máquina. El almacenamiento de rollos ofrece la ventaja sobre los paquetes más rígidos, como frascos, tubos, etc., en un volumen de espacio requerido en bodegas para el material básico de empaque. Los rollos requieren también un manejo cuidadoso y adecuado idealmente para las facilidades de almacenamiento. El costo del blister puede ser menor o al menos igual que el vidrio para una cantidad superior de cien tabletas y puede dar mucho mejor costo de comparación que los empaques en tira.

Las máquinas blister se basan en el hecho de que una película que es ablandada por calor puede ser formada en moldes hembras sobre moldes machos con el uso de presión o vacío; o entre macho y hembra por simple formación mecánica; o por una combinación de estos dos métodos.

Las tiras o láminas pueden consistir de dos o más pliegos. Entre los materiales empleados encontramos: *para supositorios*

- 1.—Papel.
- 2.—Celulosa Regenerada.
- 3.—Películas Plásticas
- 4.—Laminados de Aluminio.
- 5.—Recubrimientos.

Cada pliego o recubierta puede cumplir con una o más funciones, por ejemplo:

- 1.—Apariencia, brillo, refractibilidad.
- 2.—Protección, humedad, luz y gases, etc.
- 3.—Rígidez o soporte.
- 4.—Flexibilidad y resistencia al desgarrar.
- 5.—Facilidad de sellado por calor.
- 6.—Doblez agudo.
- 7.—Facilidad de impresión.

8.—Costo mínimo.

9.—Facilidad de laminación.

Los laminados están especificados del exterior hacia el interior.

Los materiales base pueden estar en cualquier orden dependiendo de los requerimientos del empaque y lo económico del proceso de laminación.

En la mayoría de las aplicaciones la capa más interna es la sellable por calor.

Las capas pueden estar unidas por adhesivos, ceras, lacas y troquelado.

De esta manera pueden los laminados ser usados como empaque primario directo, es decir:

- Empacado en tira
- Empacado en sobre
- Empaques Blister

o como una sobrecaja secundaria para cartones exteriores, o como parte integral de un sistema de empackado, por ejemplo:

- Bolsa encartonada
- Cartones forrados.

Los laminados son termosellados usualmente, pero ocasionalmente se puede emplear pegado mecánico.

### **VENTAJAS Y DESVENTAJAS DE PAPELES, CELULOSA REGENERADA, PELICULAS PLASTICAS, LAMINADOS DE ALUMINIO:**

#### **Ventajas del PAPEL como capa o pliego:**

- 1.—Origen no tóxico.
- 2.—Relativo bajo costo.
- 3.—Variedad de tipos, sustancias y cantidades, ejemplo: Fibra larga y método de laminación.
- 4.—Los aditivos pueden ser incorporados en la etapa de "Batida" o en la etapa de "Terminado", ejemplo: Aditivos y cubiertas, esto se puede hacer para favorecer usos específicos.
- 5.—Impresión por amplio rango de procesos.
- 6.—Puede ser cubierto por emulsión, laca, calor de fusión o cubierta de polietileno por extrusión.
- 7.—Puede ser laminado a otros materiales como adhesivos acuosos de bajo costo debido a su naturaleza absorbente (porosa).

8.—La rigidez lo hace un material resistente.

9.—La porosidad puede ser ajustada para permitir la difusión de gases (esterilización por óxido de etileno) y al mismo tiempo previene el paso de bacterias.

10.—La opacidad puede ser variada de acuerdo con sus requerimientos de materiales inertes.

#### **Las principales desventajas son:**

1.—El papel es sensible a la humedad (su contenido de humedad promedio es de 7%).

2.—Son necesarios recubrimientos a prueba de humedad para varias aplicaciones del empaque.

3.—Cuando se requiere sellado por calor se necesita dicho recubrimiento.

4.—Opacidad y brillo comparado con películas.

5.—La superficie es rugosa, aun cuando los papeles más finos son comparados con las películas.

6.—Debido a la porosidad se encuentra aire entre las fibras actuando como un aislante haciendo más difícil la transmisión de calor principalmente en máquinas de alta velocidad.

7.—Más pesado que las películas de plástico dando así menor protección por el mismo peso.

#### **PELICULAS DE CELULOSA:**

La película de celulosa natural regenerada es similar en propiedades al papel, ejemplo: Sensible a la humedad. La permeabilidad a la humedad es mejorada cubriendo la película con nitrocelulosa o PVDC (Dicloruro de Polivinilo).

Las películas de celulosa regenerada conservan la sensibilidad a la humedad. En condiciones secas la película se deshidrata y se vuelve quebradiza. En condiciones húmedas la humedad es tomada por la película haciéndola menos rígida y más flexible. La mayor parte de estas películas contienen humectantes tales como glicerina, así que los cambios de humedad (particularmente secándose) son reducidos. Si los rollos son almacenados bajo condiciones húmedas o secas, se producirá una expansión o contracción en el borde del rollo. Esta distorsión alterará la tensión del riel, exponiéndose el mecanismo o haciéndose totalmente impráctico su uso.

## PELICULAS PLASTICAS:

Las películas plásticas están elaboradas como una tira continua, pero puede tenerse en forma de hojas.

Las razones principales de su uso como pliego en laminados dependen de las propiedades generales siguientes:

- 1) Apariencia.
- 2) Transparencia.
- 3) Resistencia y flexibilidad.
- 4) Sellabilidad al calor.
- 5) Protección a la humedad.

Se debe notar que todos los plásticos son permeables en algún grado a la humedad (vapor) y gases. Son, sin embargo, superiores al papel en este aspecto.

Los factores a considerar en la selección de películas plásticas son:

- Peso por unidad de área ( $\text{g/m}^2$ ) y/o calibre
- Producción y costo
- Transparencia, transmisión de luz, bruma
- Resistencia a la tensión
- Características de envejecimiento
- Funcionamiento a alta y baja temperatura
- Permeabilidad del vapor de agua
- Permeabilidad de gas (nitrógeno, oxígeno, bióxido de carbono)
- Permeabilidad al olor
- Resistencia al agua, solventes, aceites y grasas
- Facilidad de impresión
- Facilidad de sellado por calor
- Libertad de estática
- Propiedades eléctricas
- Olor y sabor
- **Absorción de conservadores**
- No inflamable
- Presencia de aditivos, plastificantes, etc.
- Características de deslizamiento, coeficiente de fricción
- Toxicidad
- Irritabilidad
- Formación de bloques-tendencia de dos capas de laminado a pegarse
- Estabilidad dimensional
- Brillo.

Las propiedades de las películas pueden ser alteradas por:

### 1) Orientación:

Aquí la película es estirada en una o en ambas direcciones. Esto provoca un aumento en el alineamiento molecular con cambios tanto en las propiedades químicas (menor permeabilidad a la humedad, gases, etc.), como en las propiedades físicas (resistencia a la tensión aumentada) lo cual es benéfico.

### 2) Recubrimientos:

Ya sea que mejore las propiedades de barrera o imparta propiedades termosellantes o ambos.

### 3) Tratamiento Superficial:

Por procedimiento eléctrico (descarga luminosa de un conductor).

Por procedimiento químico (peróxido de hidrógeno). Por estos procedimientos la superficie de la película es oxidada dando entonces una superficie mejorada con la adhesión de tintas de impresión, recubrimientos o adhesivos.

## HOJAS LAMINADAS DE ALUMINIO:

Los laminados metálicos ofrecen las siguientes propiedades:

- Brillantez y flexibilidad
- No transmisión de la luz
- Inodoro, insaboro, no tóxico
- Higiénico (el proceso de manufactura elimina cualquier contaminación microbiana, por lo que no permitiría crecimiento de bacterias o moho)
- Excelente barrera para humedad y gases, aún variedades con poros ofrecen mejor protección que plásticos y papeles
- Puede ser impreso o estampado en relieve
- Puede ser suave y flexible con doblez muerto, o dura y elástica.

### Poros:

Los laminados metálicos de 0.038 mm es garantizado libre de poros, de 0.025 mm puede ser considerado comercialmente para la mayoría de los propósitos. Menores calibres gradualmente incrementa en el número posible de poros. Por ejemplo, laminados metálicos de 0.009 mm puede contener de 100-700 poros/m<sup>2</sup> y de 0.012 mm, de 30-150 poros/m<sup>2</sup>. Si

estos son laminados a plásticos, entonces, la permeabilidad estará relacionada al área de los poros y al tipo de plástico, cuando son igualados al área total del laminado metálico. La permeabilidad permanece baja a menos que las perforaciones sean incrementadas o alargadas durante la laminación y operaciones en la máquina subsecuente en el equipo de empaclado.

### **RECUBRIMIENTOS:**

La nitrocelulosa fue uno de los primeros recubrimientos usados, como en el celofán.

#### **Saran o PVdC:**

Es ampliamente usado para recubrimientos, con solventes o en dispersiones acuosas. En los recubrimientos de muy alto peso (arriba de 60 g/m<sup>2</sup>) se pueden emplear un número variado de recubrimientos. El PVdC puede ser usado como un pliego de termosellado interno o como una capa externa de protección y lustre.

#### **Lacas:**

Son también muy usadas como una recubierta externa para adicionar lustre; proporciona además una cubierta protectora a la impresión y proporciona un acabado resistente al producto.

#### **Ceras:**

Las ceras microcristalinas por sus propiedades pueden ser usadas como barrera o como sello de calor.

#### **Calores de fusión y adhesivos:**

Pueden ser usados en el proceso de laminación, pero son considerados normalmente como recubiertas.

#### **SELLADO POR CALOR:**

Básicamente cualquier operación de sellado por calor depende de la correcta combinación de:

- 1.—Temperatura.
- 2.—Permanencia.
- 3.—Presión.
- 4.—Separación del calor.

todo

Siendo la menos crítica, la presión. Pero si la presión es excesiva, el sellante puede ser expulsado de la zona de sello.

Para tener un sello efectivo se debe considerar, además:

- a) El tipo de engranes para el sellado: en línea, diagonal, piramidal, en barra.
- b) El área no amplitud de sello. Si el área es estrecha, el sello no puede ser completamente efectivo.
- c) Estado de la máquina, del molde de sello, alineamiento correcto de los engranes.
- d) Tipo de control de temperatura y rango operacional.
- e) Contaminación del producto, puede influir con el sellado.
- f) Material: Este debe cumplir con las especificaciones, como las variaciones del calibre.
- g) Obtención del sello: Por contacto plano o tangencial. En el primero el área es sellada por un contacto parejo. En el segundo proceso sólo existe un punto de contacto, entre el engrane de sellado sobre el laminado.
- h) Exactitud y tolerancia de corte.
- i) Adecuada remoción del calor implicado en la operación de sellado.
- j) Número de uniones en el carrete. Como regla general se recomiendan márgenes de por lo menos 5 mm.

Los pliegues en el área de sello, se presentan como fallas de sello, lo que ocasiona fugas del producto por capilaridad, pero mayor posibilidad de contaminación microbiana.

La pérdida de alineamiento de los engranes, así como mucha tensión en el rollo de la envoltura, o presión desigual del producto, puede provocar fugas. Esto puede ser detectado colocando los empaques en agua y aplicando vacío (de 8 a 20 pulg de mercurio por un tiempo de 10 seg a 1 min, esta prueba puede variar. Un colorante en el agua puede ayudar a la detección. Los empaques limpiados en seco y cuidadosamente abiertos para checar la entrada de agua o colorante.

En el caso de empaques múltiples, algunos pliegos, particularmente el laminado metálico, pueden ser perforados, pero como otros pliegos pueden tener fugas continuas, no será detectado por prueba de vacío. Este tipo de fuga puede ser detectado por medios visuales (microscopio), o por la cuidadosa separación de pliegos con solventes adecuados. La otra alternativa es sujetar el empaque a una prueba de ciclo climático, por ejemplo: a 15° a 50% de humedad relativa y a 37°C con 90% de humedad relativa de 12 horas.

## SELECCION DE LAMINACION:

Entonces cualquier laminado puede consistir de varios pliegues de papel, celulosa, películas y laminados metálicos. Las permutaciones posibles son enormes, sin embargo, esta variedad se reduce por:

- Exigencia técnica
- Costo de los materiales base
- Costo del proceso de laminación
- Costo del cilindro y proceso
- Cantidad del laminado requerido
- Rendimiento.

Uno de los laminados más complejos comúnmente usados es el laminado para pasta dental. Esta compuesto de:

LDPE transparente/LDPE blanco/papel/LDPE/LDPE copolímero/Laminado metálico de Aluminio de 30-50 micras/LDPE copolímero/LDPE transparente. Es decir, 8 pliegos.

LDPE= Polietileno de Baja Densidad.

Se enlistarán algunos de los materiales flexibles más ampliamente usados. Algunos de ellos son usados para casos muy específicos.

Papel/PVdC y PVdC/papel/PVdC

Papel/LDPE

Celulosa regenerada/LDPE

Laminado metálico/LDPE

Laminado metálico/Surlyn

Laminado metálico/Sello por calor de laca

Papel/laminado metálico/LDPE

Papel/Laminado metálico/Surlyn

Poliéster/Laminado metálico/Polietileno

Nylon/Polipropileno

**Surlyn:** Es un monómero del ácido etilen acrílico. Da buen sellado a bajas temperaturas. Exhibe buen sellado, aún en presencia de líquidos y polvos. Las propiedades de barrera son más pobres que las del LDPE, pero es mejor en resistencia a grasas. Muestra buena resistencia a picaduras. Puede ser usado en aproximadamente casi el espesor del LDPE para una capa sellada por calor, pero aún así, el costo es más alto.

El surlyn es mucho más costoso que el LDPE como un sellante por calor, pero da un mejor sello, si es probable que el área sea contaminada por el producto.



## CAPITULO VI

### **CONCLUSIONES**

En este trabajo hemos reunido la información extractada de diferentes autores acerca de los controles que a nuestro parecer son los más importantes para los hules, plásticos y aluminio de uso farmacéutico.

La metodología químico-biológica de los materiales citados se formuló de acuerdo a las condiciones inherentes de los laboratorios de Control de Calidad.

Debido a la complejidad de estos materiales, se tomará un criterio para su análisis y aprobación, concentrándose fundamentalmente, en los puntos críticos referidos a su elaboración y/o uso.

# BIBLIOGRAFIA

## I. GENERALIDADES:

- BISHOP, William R. y Aution John. "Toxicología de Plásticos en Medicina", 1970-1971. Modern Plastics Encyclopedia Special International Supplement, New York NY Mc GRAW-HILL.
- KIRK-Othmer, Enciclopedia de Tecnología Química. Unión Tipográfica Editorial Hispano Americana, México 1961.
- LACHMAN León. "The theory and Practice of Industrial Pharmacy". Philadelphia Lea & Fehiger 1970.
- MODERN Plastics Encyclopedia 1968-1969.  
Vol. 45 No. 14-A, Octubre 1968, New York NY Mc GRAW-HILL.
- SIMONDS, Herbert Rumsey. "Tratado General de Plásticos". Barcelona Ed. Reverté 1953.

## II. MONOGRAFIAS:

- A review of Blister and Strip Packaging of Tablets and Capsules. D.A. Dean Interphex 1974.
- Aluminium Foils. The effects of pinholes on their barrier properties. Pack. Technology. Vol. 21 No. 36-74 Lott and Cairns.
- Barrier Properties of Aluminio Foil. Bafra Information Section. P.D. Box 92 EPSOM, KT187PW U.K.
- Films, Papers and Laminated Packaging Materials for Packaging Applications Verpack Folien/Papiers. Vol. 17, 1974.
- The Blister Packaging of Pharmaceuticals. D.A. Dean Pharma International 1972. 1.
- "Manual del Aluminio". Alcan Aluminio, S. A. México 1975.
- Eric W. Martin "Dispensing of Medication", 7a. Ed. 1971, U.S.A. Mack Publishing Co.
- KIRK-Othmer. Enciclopedia de Tecnología Química. Unión Tipográfica Editorial Hispano Americana. México 1961.
- MODERN Plastics Encyclopedia 1968-1969. Vol. 45 No. 14-A, Octubre 1968. New York NY Mc GRAW-HILL.

MODERN Plastics Encyclopedia 1970-1971 Special International Supplement. New York NY Mc GRAW-HILL.  
SAECHTLING Zebrowski. "Manual de Plásticos". Barcelona' Reverté 1963.

### III. METODOLOGIA ANALITICA:

#### Pruebas Mecánicas:

Propiedades Tensiles: ASTM D638-61T  
1)                   ASTM D1248-63T  
2)                   ASTM 412-64T  
Propiedades de Flexión: ASTM D790-63  
3)                   ASTM D618  
Impacto Tensil: ASTM D1822-61T  
Impacto Izod: ASTM D256-56  
Dureza Rockwell ASTM D785-62  
Propiedades de Compresión de plásticos rígidos:  
                          ASTM D695-63T

#### Propiedades Ópticas:

Haz y Transmitancia Luminosa de Plásticos Transparentes:  
                          ASTM D1003-61  
Refractancia Luminosa, Transmitancia y Color: ASTM D791-61T

#### Pruebas de Permanencia:

Desgaste Externo: ASTM D1435-65T  
Pérdida de Peso por Calentamiento: ASTM D706-63  
Desgaste Acelerado: ASTM E42  
Efecto Permanente del Calor: ASTM D794-64T.

#### Identificaciones de Materiales Plásticos:

                          ASTM D297-72A  
Residuos de Ignición  
                          USP XIX pág. 620  
Densidad  
                          ASTM D1501-71

#### Asénico, Cobre, Cromo, Estaño, Níquel, Zinc:

                          FRICS J. "Análisis de Trazas". Métodos Fotométricos Comprobados. E. Merck, Dearmstadt 1971.

Azufre Total:

TUTTE J. "The Analysis of Rubber". London England 1976.

Bario:

NF XIV pág. 899; USP XIX pág. 615; FNEUM pág. 130.

Fierro:

NF XIV pág. 901; USP XIX pág. 616.

Nitrógeno:

USP XIX pág. 626.

Silicio:

Métodos Estándar para exámen de aguas y aguas de deshecho.  
APHA AWWA. WPCF pág. 237.

Sulfatos:

NF XIV pág. 902; USP XIX pág. 617.

Titanio como  $TiO_2$ :

ASTM D297-72A.

Metales Pesados:

USP XIX pág. 619.

Absorción U.V. en Isoctano:

ASTM D297-72A.

Sustancias Extractables:

USP XIX pág. 645; NF XIV pág. 958.

Absorción de Agua en Plásticos:

ASTM D570-63.

Envejecimiento:

ASTM E 42

Pruebas Biológicas:

USP XIX págs. 644-647; NF XIV págs. 956-958

BP 1973 Appendix XVIII A 129

A 131.