

[illegible]

TEST DE AGRESIVIDAD

1. OBJETIVOS.

Establecer la metodología analítica para la determinación rápida de agresividad de PLS mediante método de cromatografía de capa fina.

2. TERMINOLOGÍA O SIGLAS TECNICAS.

2.1 TLC: sigla en inglés Thin Layer chromatography

2.2 PLS: se refiere a la solución rica que sale del proceso de lixiviación (Pregnant Leach Solution.).

2.3 EP: electrolito pobre.

2.4 NF: Nonilfenol son una familia de compuestos orgánicos.

2.5 Razón O/A: Razón Orgánico-Acuoso, Es la relación volumétrica entre ambas fases y se obtiene de la división del volumen Orgánico vs Volumen Acuoso.

2.6 Vórtice: flujo turbulento en rotación espiral con trayectorias de corriente cerradas.

2.7 RPM: revolución por minuto.

3. RECURSOS MATERIALES.

2.1 Regla de Medir.

2.2 Lápiz grafito (no portaminas).

2.3 Cronometro.

2.4 Micropipeta con punta de 1 ml o Dilutor Hamilton Microlab serie 600.

2.5 Campana extracción.

2.6 Pipetas Pasteur.

2.7 Solución de NF 100% Nitrada.

2.8 Solución STD de NF 1 %v/v Nitrada.

2.9 Solución S TD de NF 0.1% v/v nitrada.

Código: LB-ST-GPD-LQC-0122

Aprobado por: Maritza Jofre C

Última Revisión: 24-08-2025

Revisión: 01

**Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es valido solo para el día
21/01/2026**

2 de 6

TEST DE AGRESIVIDAD

- 2.10 Solución STD de NF 0.025% v/v nitrada.
- 2.11 Solución madre NF no nitrado
- 2.12 Solución NF al 1 %v/v no nitrado
- 2.13 Placa TLC Silica Gel 60 F254
- 2.14 Solución N-hexano/Tolueno 90/
- 2.15 Separador de fase Whatman 4 0 equivalente
- 2.16 Embudo de filtración de vidrio
- 2.17 Barra de agitación magnética de mínimo 30 mm
- 2.18 Equipo de agitación magnética de diez posiciones marca SCILOGEX
- 2.19 Lámpara UV
- 2.20 Cámara de desarrollo
- 2.21 Cámara de vidrio con soporte placa (29.5 x 27.7 x 9.7 cm)
- 2.22 Varilla teflón material hidrofóbico
- 2.23 Probeta 250 ml
- 2.24 Botella vidrio con tapa rosca azul de 250 ml

3. GENERALIDADES.

Al poner en contacto la solución con NF (Nonilfenol), este puede nitrarse y al recuperar el NF, aplicarle una cromatografía de capa fina, se puede medir cualitativamente la nitración o agresividad de la solución.

4. DESCRIPCIÓN DE LA ACTIVIDAD.

- 4.1. Tomar muestra a ensayar (PLS o EP) y medir aproximadamente 240 ml con la probeta y pasar a botella de vidrio de 250 ml.
- 4.2. Colocar barra magnética en la botella con la solución.
- 4.3. Agregar 335 PL de solución NF al 1% v/v con micropipeta de 1 ml o dilutor Hamilton. Esto equivale a una razón O/A 714.
- 4.4. Tapar botella procurando evitar el ingreso de aire.

Código: LB-ST-GPD-LQC-0122

Aprobado por: Maritza Jofre C

Última Revisión: 24-08-2025

Revisión: 01

**Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día
21/01/2026**

3 de 6

“““

TEST DE AGRESIVIDAD

- 4.5. Disponer la botella en equipo agitador magnético en uno de los platillos de agitación y llevar a 1100 RPM.
- 4.6. Verificar que no quede una gota grande de NF abajo del vórtice sin dispersión (velocidad demasiado lenta).
- 4.7. Verificar que no succione mucho aire (velocidad demasiado alta).
- 4.8. Agitar por un tiempo de 4 horas.
- 4.9. Esperar 10 min una vez terminada la agitación para proceder a la recuperación de la gota de NF.
- 4.10. Si solo se va a realizar TLC, se puede no filtrar y solo recuperar un poco de NF flotando en la superficie.
- 4.11. Sumergir la varilla de teflón de material hidrofóbico hasta la mitad de la botella para que las gotas de NF se adhieran a la varilla.

4.1 Recuperación gotas de NF para TLC.

4.1.1 Si solo se va a realizar TLC, se puede no filtrar y solo recuperar un poco de NF flotando en la superficie

4.1.2 Sumergir la varilla de teflón de material hidrofóbico hasta la mitad de la botella para que las gotas de NF se adhieran a la varilla.

4.1.3 Con las pipetas Pasteur tomar muestra de NF desde la gota que queda adherida en la varilla.

4.1.4 Llevar muestra directamente a la placa previamente marcada (ver 4.3.1).

4.2 Recuperación gotas de NF por filtración.

4.2.1 Si se realizan análisis posteriores, se debe recuperar la mayor cantidad de gotas de NF.

4.2.2 Filtrar toda la muestra con papel Whatman 4 previamente humedecido con agua destilada en embudo de filtración de vidrio.

4.2.3 Enjuagar/lavar la botella con agua destilada asegurando el arrastre y vaciado de todo el contenido.

4.2.4 Dejar separar hasta la retención única y total de NF.

4.2.5 Recuperar gotas de NF que quedan adheridas en el papel filtro W4 de inmediato una vez terminada la filtración.

4.2.6 Tomar muestra desde gota de NF con la pipeta Pasteur y llevar directamente a placa previamente marcada (ver 4.3.1).

4.2.7 Guardar gotas de NF restantes en vial procurando dejar bien tapado para posterior análisis.

Código: LB-ST-GPD-LQC-0122

Aprobado por: Maritza Jofre C

Última Revisión: 24-08-2025

Revisión: 01

**Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es valido solo para el día
21/01/2026**

4 de 6

“““

TEST DE AGRESIVIDAD

4.3 Medición Cualitativa en placa sílica gel TLC

4.3.1 En placa sílica gel TLC trazar una línea recta a 1 cm de borde inferior con lápiz grafito e identificar sobre esta línea los puntos de contacto separados por 1 cm entre sí, comenzando dicha identificación con los STD y luego las muestras a ensayar.

4.3.2 Las muestras solución de referencia corresponden a 1, 0.1 y 0.025 % v/v de NF nitrado.

4.3.3 Tomar la muestra con pipeta Pasteur y depositarla en los puntos previamente marcados sobre la placa.

4.3.4 Colocar la placa de forma vertical en cámara de vidrio cuyo lado de la marcación este sumergido a 0.2 cm (40 ml aproximadamente) en una mezcla solución de 10% Tolueno y 90% N-Hexano.

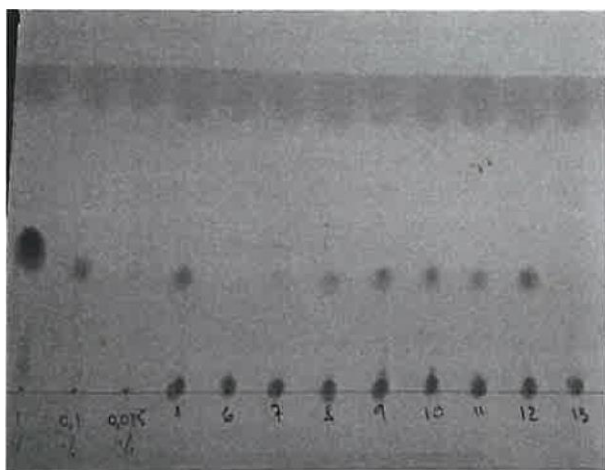
4.3.5 La solución será absorbida por la placa subiendo por la misma al tiempo que se comienzan a apreciar las marcaciones de nitración (tomar como guía la altura el STD 1% nitrado).

4.3.6 Sacar la placa de la solución en la cámara de vidrio cuando hayan transcurrido 10 minutos cronometrados, de lo contrario el punto aumentara de tamaño perdiendo nitidez dejando sin efecto el análisis.

4.3.7 Dejar secar por tiempo necesario entre 10 y 15 min en campana de extracción.

4.3.8 Colocar la placa totalmente seca en la cámara de desarrollo con lampara UV

4.4 Imagen referencial



Código: LB-ST-GPD-LQC-0122

Aprobado por: Maritza Jofre C

Revisión: 01

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es valido solo para el día 21/01/2026

Última Revisión: 24-08-2025

5 de 6

TEST DE AGRESIVIDAD

4.5 Interpretación resultados

Mediante esta técnica es posible determinar cualitativamente de forma rápida si la solución ensayada tiene capacidad de nitrar, la aparición de una marcación en la placa es indicativo de nitración y su intensidad aproximada se determina comparándola con las soluciones estándar.

Capacidad de nitración de la muestra	Rango %p/v NF nitrado
Sin capacidad	0
Trazas	0 – 0,024
Con capacidad de nitración	0,025 – 0,099
Fuerte	0,1 – 0,9
Completa	>1,0

5. MEDIDAS DE PREVENCIÓN.

Es muy importante que para cualquier actividad a realizar en el laboratorio químico se utilicen los equipos de protección personal (EPP), los que son de usos obligatorio y son: guantes de nitrilo, gafas de seguridad, tenida antiácida, delantal blanco y zapatos de seguridad.

Además, se debe revisar el material a utilizar y eliminar aquellos que se encuentren dañados.