
NORMA CUBANA

NC

ISO 3251: 2010
(Publicada por ISO en 2008)

**PINTURAS, BARNICES Y PLÁSTICOS — DETERMINACIÓN
DEL CONTENIDO EN MATERIA NO VÓLATIL
(ISO 3251:2008, IDT)**

Paints, varnishes and plastics — Determination of non-volatile-matter content

ICS: 87.040

1. Edición Abril 2010
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana. Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

NC-ISO 3251: 2010

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el comité técnico de normalización designado NC/CTN 41 de Pinturas y Barnices, integrado por representantes de las siguientes entidades:

- Empresa de Pinturas Vitral
- Ministerio de la Industria Alimenticia
- Ministerio de la Industria Sideromecánica y la Electrónica
- Ministerio de la Industria Ligera
- Ministerio del Comercio Exterior
- Ministerio de la Industria Pesquera
- Ministerio del Transporte
- Corporación CIMEX S.A
- CIIQ
- GEIQ
- MINBAS
- FERCIMEX S.A.
- ONN
- ABATUR S.A.
- CNIC
- MINFAR
- ENSUNA S.A.

- Es una adopción idéntica por el método de traducción de la norma ISO 3251: 2008 Paints, varnishes and plastics. Determination of non-volatile-matter content.

- Esta norma sustituye a la NC ISO 3251:2004 Pinturas y barnices — Determinación del contenido de la materia volátil y no volátil de pinturas, barnices y ligantes para pinturas y barnices

© NC, 2010

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

Índice

1 Alcance	4
2 Normas para consulta	4
3 Términos y definiciones	5
4 Aparatos	5
5 Toma de muestras	6
6 Procedimiento operatorio	6
7 Condiciones de ensayo adicionales	7
8 Expresión de los resultados	7
9 Precisión	8
10 Informe del ensayo	8
Anexo A	9
Bibliografía	10

PINTURAS, BARNICES Y PLÁSTICOS — DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN MATERIA NO VOLÁTIL

1 Objeto

Esta Norma Cubana especifica un método para la determinación del contenido en materia no volátil, en masa, de pinturas, barnices, ligantes para pinturas y barnices, dispersiones de polímeros y resinas de condensación, tales como resinas fenólicas (resoles, soluciones novolak, etc.). El método también es aplicable a dispersiones formuladas que contengan cargas, pigmentos y otras materias auxiliares (por ejemplo, espesantes y formadores de película). Para ser aplicable a dispersiones de polímeros no plastificados y látex de caucho, el residuo no volátil (que consistirá, esencialmente, en el polímero y pequeñas cantidades de materiales auxiliares, tales como emulsionantes, protectores del coloide, estabilizadores, disolventes añadidos como agentes para favorecer la formación de película y – especialmente en látex de caucho concentrados (agentes conservantes) ha de ser químicamente estable en las condiciones del ensayo.

Para muestras plastificadas, el residuo, por definición, incluye normalmente al plastificante.

NOTA 1 El contenido en extracto seco de un producto no es una cantidad absoluta, sino que depende de la temperatura y del tiempo de calentamiento utilizados para el ensayo. Por consiguiente, con este método solamente se pueden obtener valores relativos, y no exactos, del contenido en materia no volátil, debido a la retención del disolvente, a la descomposición térmica y a la evaporación de los constituyentes de baja masa molecular. El método está, pues, previsto, en primer lugar, para los ensayos sobre diversos lotes de un mismo tipo de productos.

NOTA 2 Este método es adecuado para látex de caucho sintético, siempre que se empleen calentamientos durante un período adecuado de tiempo (la Norma ISO 124 especifica que debe calentarse hasta que la pérdida de masa, para una muestra inicial de 2 g, tras sucesivos períodos de calentamiento, sea inferior a 0,5 mg).

NOTA 3 A veces, algunos procedimientos internos para determinar el contenido en materia no volátil, incluyen un secado con radiación infrarroja o microondas. La normalización de tales métodos no es posible, dado que no son aplicables de forma general. Algunas composiciones de polímeros tienden a descomponerse durante tales tratamientos y, por tanto, conducen a resultados incorrectos.

Las Normas ISO 3233 e ISO 23811 especifican métodos de ensayo para la determinación de la materia no volátil en volumen en pinturas, barnices y productos relacionados.

2 Normas para consulta

Las normas que a continuación se indican son indispensables para la aplicación de esta norma. Para las referencias con fecha, sólo se aplica la edición citada. Para las referencias sin fecha se aplica la última edición de la norma (incluyendo cualquier modificación de ésta).

ISO 123 Látex de caucho. Toma de muestras.

ISO 124 Látex, caucho. Determinación de contenido total en sólidos.

ISO 1513 Pinturas y barnices. Examen y preparación de las muestras para ensayo.

ISO 2431 Pinturas y barnices. Determinación del tiempo de flujo empleando copas de flujo.

ISO15528 Pinturas, barnices y materias primas para pinturas y barnices. Toma de muestras.

3 Términos y definiciones

Para los fines de este documento se aplican el término y definición siguientes:

3.1 materia no volátil (NV):

Residuo, en masa, obtenido por evaporación en condiciones específicas. NC ISO 4618

4 Aparatos

Material corriente de laboratorio, junto con el siguiente:

4.1 Para pinturas, barnices, ligantes para pinturas y barnices y dispersiones de polímeros:

Cápsula de fondo plano: de metal o de vidrio, de (75 ± 5) mm de diámetro y de, al menos, 5 mm de altura de borde. Pueden utilizarse cápsulas con diámetros diferentes, previo acuerdo entre las partes interesadas. El diámetro de cápsula acordado debe respetarse en el $\pm 5\%$.

NOTA 4 Para látex de caucho, se recomiendan cápsulas sin labio y con tapa.

NOTA 5 Para dispersiones de polímeros o látex muy viscosos, se recomienda usar láminas de aluminio, de unos 0,1 mm de espesor, cortadas en rectángulos de, aproximadamente, (70 ± 10) mm x (120 ± 10) mm que puedan ser dobladas por la mitad, para conseguir que el líquido viscoso reparta por las dos mitades al ejercer presión entre ellas.

4.2 Para resinas líquidas reticuladas (resinas fenólicas):

Cápsula de fondo plano: de metal o vidrio, con un diámetro interior en su base de (75 ± 1) mm y una altura mínima de borde de 5 mm, para usar con una masa de muestra de 3 g. Pueden emplearse cápsulas de diferente diámetro, siempre que se calcule la masa de muestra m , en gramos, según la ecuación siguiente, para asegurar un espesor de película comparable:

$$m = 3x \left(\frac{d}{75} \right)^2$$

Donde:

d es el diámetro, en milímetros, de la base de la cápsula;

3 es la masa nominal de la porción de ensayo (3 g);

75 es el diámetro nominal de la cápsula (75 mm).

4.3 Estufa de aire forzado: diseñada para realizar el ensayo en condiciones de seguridad y capaz de ser controlado a la temperatura especificada o acordada (véase el capítulo 7) con una tolerancia de ± 2 °C (para temperaturas de hasta 150 °C) o $\pm 3,5$ °C (para temperaturas superiores a 150 °C y hasta 200 °C). La estufa debe estar dotada de ventilación forzada, excepto en el caso de resinas fenólicas, para las que se emplea una estufa de convección natural con una bandeja metálica perforada, colocada a un tercio de la altura de la estufa.

ADVERTENCIA: Para prevenir fuego o explosiones, deben manipularse con cuidado los productos que contengan sustancias volátiles inflamables. Deberían seguirse las legislaciones nacionales.

Para ciertas aplicaciones, puede ser preferible el secado a vacío. En tales casos, deben acordarse las condiciones o emplearse el método especificado en la Norma ISO 124. Para ensayos de arbitraje, todas las partes deben emplear estufas de construcción equivalente.

4.4 Balanza analítica: capaz de pesar con una exactitud de 0,000 1 g.

4.5 Desecador: que contenga un agente de desecante adecuado, por ejemplo, gel de sílice deshidratado impregnado con cloruro de cobalto.

5 Toma de muestras

Se toma una muestra representativa de la pintura, barniz o ligante de pintura o barniz, de acuerdo con la Norma ISO 15528. Se toma una muestra representativa de la dispersión del polímero o del látex de caucho, tal como se describe en la Norma ISO 123.

Las muestras de pinturas y de barnices se examinan y preparan para el ensayo de acuerdo con la Norma ISO 1513.

6 Procedimiento operatorio

La determinación se realiza por duplicado.

Se desengrasa y limpia la cápsula (véanse los apartados 4.1 ó 4.2)

Para una mayor precisión, se recomienda secar la cápsula en la estufa (4.3) a la temperatura especificada o acordada, durante el tiempo especificado o acordado (véase el capítulo 7) y se guarda en el desecador (4.5) hasta su empleo.

Se determina la masa de la cápsula limpia y seca (m_0) con una aproximación de 1 mg. Se pesa (véase el capítulo 7) dentro de la cápsula (m_1), con una aproximación de 1 mg, una porción de ensayo y se distribuye de forma uniforme. En caso de productos altamente viscosos (viscosidad 500 mPa·s a un gradiente de velocidad de 100 s⁻¹, o con tiempos de flujo $t \geq 74$ s medidos con copa ISO de 6 mm, de acuerdo con la Norma ISO 2431) o que formen pieles, se distribuye uniformemente la porción de ensayo con un hilo metálico tarado (por ejemplo, un clip para papel curvado y no recubierto), si fuera necesario tras la adición de 2 ml de un disolvente adecuado.

Las resinas de condensación, como las utilizadas para pinturas y barnices y otras aplicaciones (por ejemplo, abrasivos, revestimientos de fricción, ligantes de fundición, materiales de moldeo), requieren porciones de ensayo mayores, pues los materiales utilizados en estas aplicaciones necesitan ser ensayados en capas más gruesas, de forma que los monómeros de las resinas de condensación puedan reaccionar durante la reticulación. Para ensayos comparativos, el espesor de la capa de la porción de ensayo en la cápsula debe ser uniforme. Por lo tanto, el diámetro de las cápsulas debe ser de (75 ± 1) mm, o debe emplearse la fórmula dada en el apartado 4.2.

NOTA 6 El contenido en materia no volátil de una porción de ensayo se encuentra altamente influenciado por la amplitud y la uniformidad de su distribución por la cápsula. Si una porción de ensayo se encuentra mal distribuida, por ejemplo, por causa de su alta viscosidad, el contenido aparente en materia no volátil será más alto.

Para mejorar la precisión cuando se ensayen pinturas, barnices y ligantes para pinturas y barnices, se recomienda añadir siempre 2 ml de un disolvente adecuado altamente volátil.

También se recomienda cubrir la cápsula durante la pesada.

En caso de productos muy volátiles, se recomienda llevar una porción de la muestra bien mezclada a un frasco tapado o, como alternativa, a una pipeta de pesada o una jeringa de 10 ml sin aguja. A continuación, se pesa por diferencia una porción de ensayo, con una aproximación de 1 mg, que se distribuye uniformemente por el fondo de la cápsula.

Cuando se ha añadido disolvente, se recomienda dejar la cápsula con la porción de ensayo a temperatura ambiente durante un tiempo de 10 min a 15 min.

Sistemas acuosos tales como dispersiones de polímeros y látex de caucho, pueden salpicar cuando se calientan, debido a la formación de una piel superficial por influencia de la temperatura, al flujo de aire en la estufa y, posiblemente, a la humedad relativa. En tales casos debe trabajarse con espesores de capa en la cápsula tan bajos como sea posible.

Después de la pesada y de la adición del disolvente, se lleva la cápsula a la estufa, dispuesta previamente a la temperatura especificada o acordada (véase el capítulo 7). La cápsula se mantiene en la estufa durante el tiempo especificado o acordado (véase el capítulo 7).

Una vez completado el período de calentamiento, se lleva la cápsula al desecador y se deja enfriar hasta alcanzar la temperatura ambiente u, opcionalmente, se deja en una atmósfera exenta de polvo hasta que se enfríe.

NOTA 7 La precisión del método puede verse afectada en caso de no utilizar el desecador.

Se pesan la cápsula y el residuo (m_2) con una aproximación de 1 mg.

7 Condiciones de ensayo adicionales

Para cualquier aplicación particular del método de ensayo especificado en esta norma internacional, pueden ser necesarios datos adicionales a los estipulados en los capítulos precedentes.

Los parámetros que deben ser especificados de forma adecuada para poder llevar a cabo el método son los siguientes:

- a) temperatura de ensayo;
- b) período de calentamiento;
- c) masa de la porción de ensayo.

En el anexo A se dan los valores usados normalmente para estos parámetros.

8 Expresión de los resultados

El contenido en materia no volátil NV, expresado como porcentaje en masa, se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$NV = \frac{(m_2 - m_0)}{(m_1 - m_0)} \times 100$$

Donde:

m_0 es la masa, en gramos, de la cápsula vacía;

m_1 es la masa, en gramos, de la cápsula con la porción de ensayo;

m_2 es la masa, en gramos, de la cápsula con el residuo.

Si los dos resultados (duplicados) difieren en más de un 2% (relativo a la media) para pinturas, barnices y ligantes, o en más de 0,5% para dispersiones de polímeros, por ejemplo, si son 53,7% y 53,1%, se repite el procedimiento descrito en el capítulo 6.

Se calcula la media aritmética de dos resultados válidos y se expresa el resultado con una aproximación del 0,1% (en masa).

9 Precisión

9.1 Límite de repetibilidad (r)

El límite de repetibilidad r es el valor por debajo del cual puede esperarse que se encuentre la diferencia absoluta entre dos resultados de ensayo, siendo cada uno la media de dos determinaciones, cuando se use este método en condiciones de repetibilidad. En tales casos, los resultados de los ensayos se obtienen sobre idéntico material, por un mismo operador, en un mismo laboratorio, dentro de un corto intervalo de tiempo, empleando el método de ensayo normalizado. Para esta norma internacional, r es

2% (en valor absoluto) para pinturas, barnices y ligantes,

0,6% (en valor absoluto) para dispersiones de polímeros con un 95% de probabilidad.

9.2 Límite de reproducibilidad (R)

El límite de reproducibilidad R es el valor por debajo del cual puede esperarse que se encuentre la diferencia absoluta entre dos resultados de ensayo, siendo cada uno la media de dos determinaciones, cuando se use este método en condiciones de reproducibilidad. En tales casos, los resultados de los ensayos se obtienen sobre idéntico material, por operarios en diferentes laboratorios, empleando el método de ensayo normalizado. Para esta Norma Internacional, R es

4% (en valor absoluto) para pinturas, barnices y ligantes,

1% (en valor absoluto) para dispersiones de polímeros con un 95% de probabilidad.

10 Informe del ensayo

El informe del ensayo debe contener, como mínimo, la información siguiente:

- a) referencia a esta Norma Internacional (NC ISO 3251);
- b) todos los detalles necesarios para la identificación del producto ensayado (fabricante, marca comercial, número de lote, etc.);
- c) el tipo de cápsula utilizado;
- d) el tipo de estufa utilizado;
- e) la temperatura de la estufa y el período de calentamiento;
- f) el tipo de disolvente añadido (si es aplicable);
- g) el resultado del ensayo, tal y como se indica en el capítulo 8;
- h) cualquier desviación respecto al método de ensayo especificado;
- i) la fecha del ensayo.

ANEXO A
(Informativo)

PARÁMETROS DE ENSAYO EMPLEADOS HABITUALMENTE

Tabla A.1 — Parámetros de ensayo empleados habitualmente para pinturas, barnices, ligantes para pinturas y barnices y resinas fenólicas líquidas

Periodo de calentamiento min	Temperatura °C	Masa de la porción de ensayo g	Ejemplos de clases de productos
20	200	1 ± 0.1 ^a	Resinas en polvo
60	80	1 ± 0.1 ^a	Nitrato de celulosa, lacas de nitrato de celulosa, resinas de poliisocianato ^b
60	205	1 ± 0.1 ^a	Derivados de celulosa, pinturas y lacas de celulosa, pinturas de secado al aire, resinas de poliisocianato ^b
60	125	1 ± 0.1 ^a	Resinas sintéticas (incluidas resinas de poliisocianato ^b), pinturas de curado en horno, resinas de acrilato (condiciones preferidas)
60	150	1 ± 0.1 ^a	Pinturas de imprimación de curado en horno, resinas de acrilato
30	180	1 ± 0.1 ^a	Pinturas para electrodeposición
120	80	1 ± 0.1 ^a	Sistemas de acabado reactivo, por ejemplo, pinturas para el acabado de vehículos
60	135 ^c	3 ± 0.5	Resinas fenólicas líquidas

^a Por acuerdo entre las partes interesadas, pueden usarse porciones de ensayo distintas de 1 g. Si así se hace, se recomienda que la porción no sea superior a (2 ± 0,2) g. Para resinas que contengan disolventes con punto de ebullición de 160 °C a 200 °C, se recomienda una temperatura de estufa de 160 °C. Si se encuentran presentes disolventes con un punto de ebullición incluso superior, las condiciones deben ser acordadas entre las partes interesadas.

^b Los parámetros de ensayo dependerán del tipo particular de resina de poliisocianato sometida a ensayo.

^c Puede emplearse una temperatura alternativa. Temperaturas alternativas recomendadas son 120 °C y 150 °C.

Tabla A.2 — Parámetros de ensayo para dispersiones de polímeros

Periodo de calentamiento min	Temperatura °C	Masa de la porción de ensayo g	Método ^a
120	80	1 ± 0.2 ^b	A
60	105	1 ± 0.2 ^b	B
60	125	1 ± 0.2 ^b	C
30	140	1 ± 0.2 ^b	D

^a Las condiciones a emplear dependerán del tipo de polímero o látex ensayado y deben seleccionarse por acuerdo entre las partes interesadas.

^b Por acuerdo entre las partes interesadas, pueden usarse porciones de ensayo distintas de 1 g. Sin embargo, la masa de la porción de ensayo no debe ser superior a 2,5 g.

Pueden emplearse porciones de ensayo de 0,2 g a 0,4 g, pesadas con una aproximación de 0,1 mg. En estos casos, se puede reducir el período de calentamiento siempre que se haya probado (por determinaciones con el mismo tipo de dispersión que la sometida a ensayo) que se obtienen los mismos resultados que con las condiciones dadas en esta tabla.

Bibliografía

[1] ISO 3233, Pinturas y Barnices. Determinación del porcentaje en volumen de materia no volátil mediante la medición de la densidad en un recubrimiento seco.

[2] NC ISO 4618:2009 Pinturas y barnices. Términos y definiciones.

[3] ISO 23811 Pinturas y Barnices. Determinación del porcentaje en volumen de materia no volátil. Método por cálculo teórico.