

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

**Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la
Producción**

“Evaluación de Pinturas Arquitectónicas de tipo Látex con Fibras
Naturales de Tagua y Cabuya”

TESIS DE GRADO

Previo a la obtención del Título de:

INGENIERA MECANICA

Presentada por:

María Belén Salazar Villón

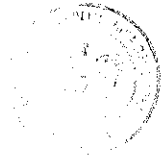
GUAYAQUIL - ECUADOR

Año: 2006

AGRADECIMIENTO

A Dios, mi familia y amigos, quienes me apoyaron en cada momento. A las empresas: FANAPISA, PINTURAS UNIDAS, las cuales me ofrecieron facilidades para tomar muestras, a PINTUCO por permitirme realizar ensayos, al Ing. Hernando Villegas, al Dr. Silvio Delvasto, al Ing. Pierre Pierrottet, por sus valiosas contribuciones, al Tng. Marco Rojano, por su ayuda en los Laboratorios de Materiales, la Dra. Cecilia Paredes, por permitirme participar de esta investigación, y a mi director de tesis, M. Sc. Andrés Rigail, por su invaluable apoyo, ayuda y paciencia.

DEDICATORIA



1981

A DIOS

A MIS PADRES

A MI HERMANA

A MIS ABUELOS

TRIBUNAL DE GRADUACIÓN



Ing. Omar Serrano V.
DELEGADO DEL
DECANO DE LA FIMCP
PRESIDENTE

Ing. Andrés Rigail C.
DIRECTOR DE TESIS



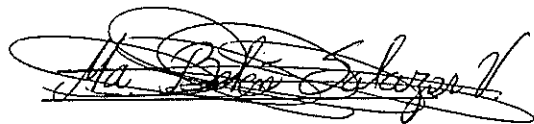
Ph. D. Cecilia Paredes V.
VOCAL

Ing. Javier Villacís G.
VOCAL

DECLARACIÓN EXPRESA

"La responsabilidad del contenido de esta Tesis de Grado, me corresponden exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL"

(Reglamento de Graduación de la ESPOL)

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'María Belén Salazar Villón', written over a horizontal line.

María Belén Salazar Villón

RESUMEN

En la actualidad muchas investigaciones han obtenido diferentes logros y avances en el uso de las fibras naturales en aplicaciones cotidianas. Estas investigaciones han permitido nuevos enfoques en el campo de los materiales compuestos, consiguiendo con esto la búsqueda de diferentes aplicaciones con la finalidad de reemplazar materiales típicos por los nuevos materiales con el uso de fibras naturales. El uso de materiales renovables como las fibras naturales, permite beneficios en el ámbito económico y social, pero en especial la conservación del medio ambiente.

Las pinturas orgánicas por lo general son reforzadas o rellenadas con materiales inorgánicos como carbonatos de calcio o talco o fibras sintéticas como fibra de vidrio. Sin embargo, pocas investigaciones se han desarrollado utilizando fibras naturales en conjunto con polímeros para aplicaciones en pinturas o recubrimientos. Esta tesis investiga la generación de materiales compuestos amigables al medio ambiente, capaces de reemplazar a los tradicionales, mediante la incorporación de un 10% por peso de partículas de fibras naturales en matrices poliméricas obteniendo materiales biocompuestos.

El presente trabajo tiene como objetivo analizar las propiedades mecánicas, reológicas, y de barrera de la pintura arquitectónica de látex basada en copolímeros de estireno y acrílico con la incorporación de partículas de fibras de tagua, y cabuya tratadas con hidróxido y agente de enlace tipo organo silano

Para su desarrollo se ha considerado la división del mismo de la siguiente forma: En el primer y segundo capítulo se hace una introducción sobre las pinturas orgánicas con énfasis en pinturas arquitectónicas, y las fibras naturales, indicando sus características y propiedades. Una revisión de las principales características y propiedades de los compuestos de fibras naturales. En el tercer capítulo se expondrá los diferentes procesos, pruebas y metodologías empleadas bajo normas INEN o ASTM o procedimientos encontrados en artículos de revistas reconocidas internacionalmente, que serán aplicadas en las pruebas en esta tesis. En el siguiente capítulo se analizarán y discutirán los resultados conseguidos, indicando así sus factibilidades de aplicación y demás beneficios que consigo surjan del desarrollo de este estudio.

De estos resultados se espera obtener una pintura más amigable al medio ambiente con mejores rendimientos a las propiedades arquitectónicas, mecánicas y de barrera obteniendo una pintura de mejor calidad, económica, con valor agregado para beneficio de la industria ecuatoriana de pinturas. Adicionalmente el uso de fibras en la industria promueve la industrialización

de fibras naturales, lo cual generará empleo por el cultivo y explotación de fibras. Esto genera nuevas aplicaciones y campos de trabajo para nuestras fibras que mayormente han incursionado en el área de los tejidos. Por tal motivo, el presente estudio espera despertar un nuevo interés en el ámbito ambiental, industrial y tecnológico, en el que todos podamos ser beneficiados.

ÍNDICE GENERAL

	Pág.
RESUMEN.....	II
INDICE GENERAL.....	III
ABREVIATURAS.....	IV
SIMBOLOGÍA.....	V
INDICE DE FIGURAS.....	VI
INDICE DE TABLAS.....	VII
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPITULO 1.	
1. INFORMACIÓN GENERAL.....	3
1.1 Objetivos de la Tesis.....	3
1.1.1 Objetivo General de la Tesis.....	3
1.1.2 Objetivos Específicos de la Tesis.....	3
1.2 Antecedentes de la Tesis.....	4
1.3 Importancia de la Tesis.....	6
CAPITULO 2.	
2. PINTURA ARQUITECTÓNICA DE LÁTEX Y FIBRAS NATURALES DE TAGUA Y CABUYA.....	8

2.1	Introducción General de las Pinturas Orgánicas.....	8
2.2	Descripción General de las Pinturas Arquitectónicas de Látex...	15
2.2.1	Propiedades Físicas.....	24
2.2.2	Propiedades Químicas.....	27
2.3	Introducción General de las Fibras Naturales.....	28
2.4	Descripción General de la Fibra Natural de Tagua.....	41
2.4.1	Propiedades Físicas.....	44
2.4.2	Propiedades Químicas.....	45
2.5	Descripción General de la Fibra Natural de Cabuya.....	46
2.5.1	Propiedades Físicas.....	47
2.5.2	Propiedades Químicas.....	49
2.6	Revisión de compuestos de polímeros y fibras naturales.....	50
2.6.1	Características de las fibras para uso en compuestos.....	52
2.6.2	Interfase Polímero/fibra.....	55
2.6.3	Propiedades generales de los compuestos de polímeros y fibras naturales.....	74
CAPITULO 3.		
3.	PARTE EXPERIMENTAL.....	78
3.1	Descripción de Materiales y reactivos.....	78
3.2	Equipos y accesorios necesarios.....	80
3.3	Proceso de preparación de las Fibras de Tagua y Cabuya.....	82

3.4	Proceso de Alcalinización y Blanqueo de las Fibras de Tagua y Cabuya, por medio de Tratamiento Químico con Hidroxido de Sodio.....	88
3.5	Proceso de tratamiento con organo-silano de las fibras de cabuya y tagua.....	93
3.6	Ensayos y Pruebas a realizarse.....	98
3.6.1	Método para producir películas uniformes ASTM D-823...	101
3.6.2	Resistencia al Agua y a los Álcalis INEN-1539.....	104
3.6.3	Resistencia a la Abrasión ASTM D-2486.....	107
3.6.4	Resistencia a la Estabilidad Acelerada INEN-1540.....	111
3.6.5	Resistencia al Lavado INEN-1543.....	114
3.6.6	Resistencia al Intemperie INEN 1541.....	117
3.6.7	Resistencia al Cambio de Temperatura INEN-1538.....	120
3.6.8	Prueba de Densidad ASTM D-1475.....	123
3.6.9	Prueba de Viscosidad ASTM D-2196.....	124
3.6.10	Prueba de Medición de pH.....	126
3.6.11	Prueba de Medición de porcentaje de Sólido ASTM D-2369.....	128
CAPITULO 4.		
4.	DISCUSIÓN Y RESULTADOS.....	132
4.1	Análisis de preparación de la Fibra de Tagua.....	132

4.2	Resistencia al Agua y a los Álcalis INEN-1539.....	144
4.3	Resistencia a la Abrasión ASTM D-2486.....	147
4.4	Resistencia a la Estabilidad Acelerada INEN-1540.....	151
4.5	Resistencia al Lavado INEN-1543.....	155
4.6	Resistencia al Intemperie INEN 1541.....	158
4.7	Resistencia al Cambio de Temperatura INEN-1538.....	161
4.8	Prueba de Densidad ASTM D-1475.....	165
4.9	Prueba de Viscosidad ASTM D-2196.....	167
4.10	Prueba de Medición de pH.....	184
4.11	Prueba de Medición de porcentaje de Sólido ASTM D-2369.....	187
4.12	Comparación de propiedades físicas, mecánicas, reológicas y barrera de las pinturas con las diferentes fibras naturales.....	190

CAPITULO 5.

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	195
--	-----

APÉNDICES

BIBLIOGRAFÍA

ÍNDICE DE FIGURAS

		Pág.
FIGURA 2.1	Propiedades de Aplicación de las Pinturas.....	13
FIGURA 2.2	Morfología de polímero de emulsión diferente en el mercado.....	20
FIGURA 2.3	Diagrama de Producción de Pinturas Arquitectónicas....	24
FIGURA 2.4	Dependencia del esfuerzo de tensión en el refinamiento de fibra	32
FIGURA 2.5	Molécula de Celulosa.....	35
FIGURA 2.6	Molécula de Lignina.....	37
FIGURA 2.7	Constitución de una célula de fibra natural.....	38
FIGURA 2.8	Semilla de Tagua.....	41
FIGURA 2.9	Adornos con semilla de Tagua.....	44
FIGURA 2.10	Clasificación de los Polímeros.....	51
FIGURA 2.11	Estructura de fibra tratada con PMPPIC.....	66
FIGURA 2.12	Estructura con tratamiento con Triazianuro.....	67
FIGURA 2.13	SEM de fibra de aceite de palma tratada con acetileno (x200).....	71
FIGURA 2.14	Efecto de tiempo de remojo sobre el ultimo esfuerzo de tensión (UTS) de fibra de sisal, las fibras fueron remojadas en 5% de solución acuosa de NaOH (speed 0.02 m/min).....	73
FIGURA 2.15	SEM de fibra de aceite de palma tratada con mercerización (x400).....	74
FIGURA 3.1	Proceso de Preparación de la semilla de Tagua.....	87
FIGURA 3.2	Típica estructura de una fibra celulósica (a) sin tratamiento (b) alcalinizada.....	89
FIGURA 3.3	Representación esquemática de las interfases formadas en la fibra para:(a) sin tratamiento (b) tratada en solución acuosa alcalina.....	90
FIGURA 3.4	Proceso de preparación de la fibra de Cabuya por tratamiento de Alcalinización y Blanqueo.....	92
FIGURA 3.5	Polvo de Semilla esmerilada.....	93
FIGURA 3.6	SEM de la superficie de fibra de aceite de palma (a) sin tratamiento (x400), (b) tratada con silane (x200).....	94
FIGURA 3.7	Representación esquemática de las interfases formadas en la fibra para:(a) sin tratamiento (b) tratada primero en solución acuosa alcalina, y luego con silane.....	95

FIGURA 3.8	Proceso de Preparación de fibra de Cabuya por tratamiento de Alcalinización y Organo-Silane.....	96
FIGURA 3.9	Proceso de preparación de la semilla de Tagua por tratamiento Organo-Silane.....	98
FIGURA 3.10	Preparación de las muestras.....	100
FIGURA 3.11	Pinturas obtenidas previo tratamientos aplicados a las fibras (a) Con Cabuya (b) Con Tagua.....	101
FIGURA 3.12	Preparación de Películas de pinturas.....	103
FIGURA 3.13	Proceso de Prueba de Resistencia al Agua y Álcalis.....	106
FIGURA 3.14	Proceso de Preparación de la Prueba de Abrasión.....	111
FIGURA 3.15	Proceso de preparación de Prueba de Estabilidad Acelerada.....	114
FIGURA 3.16	Proceso de preparación de Prueba de Lavado.....	117
FIGURA 3.17	Proceso de preparación de Prueba de Resistencia al Intemperie.....	119
FIGURA 3.18	Proceso de preparación de la prueba de Cambio de Temperatura.....	122
FIGURA 3.19	Prueba de Densidad.....	124
FIGURA 3.20	Medición de viscosidad.....	126
FIGURA 3.21	Medición de pH.....	127
FIGURA 3.22	Medición de porcentaje de sólido.....	131
FIGURA 4.1	Curva de Granulometría: % Retenido acumulado vs. Tamaño de grano.....	140
FIGURA 4.2	Curva de granulometría: % Pasante acumulado vs. Tamaño de grano.....	141
FIGURA 4.3	Resultados de la Prueba de resistencia al álcalis de la muestra A.2.....	147
FIGURA 4.4	Prueba de Abrasión (a) A.2 (b) B.5.....	151
FIGURA 4.5	Estabilidad Acelerada. (a) A.3 (b) B.6.....	155
FIGURA 4.6	Prueba de Lavado (a) A.2, (b) B.2.....	158
FIGURA 4.7	Muestras de la Resistencia al Intemperie (a) Muestra con Cabuya (b) Muestra con Tagua.....	160
FIGURA 4.8	Cambio de Temperatura (a) B.6, (b) B.3 (c) Aplicación...	164
FIGURA 4.9	Prueba de Viscosidad (Datos Reales Con Fibra de Cabuya, Muestra A).....	177
FIGURA 4.10	Prueba de Viscosidad (Datos Reales Con Fibra de Tagua, Muestra A).....	178
FIGURA 4.11	Prueba de Viscosidad (Datos Reales Con Fibra de Cabuya, Muestra B).....	179
FIGURA 4.12	Prueba de Viscosidad (Datos Reales Con Fibra de Tagua, Muestra B).....	180

ÍNDICE DE TABLAS

		Pág.
TABLA 1	Propiedades que se asocian con los pigmentos orgánicos e inorgánicos.....	11
TABLA 2	Beneficios de usar emulsiones acrílicas puras.....	16
TABLA 3	Típicos monómeros de látex y su contribución para las propiedades de las películas.....	17
TABLA 4	Pasos de formación de película de látex.....	18
TABLA 5	Requisitos para las pinturas al agua tipo emulsión.....	26
TABLA 6	Propiedades mecánicas de las Fibras naturales comparadas con fibras reforzadas convencionalmente.....	31
TABLA 7	Producción anual de algunas Fibras Naturales y su Composición Química.....	34
TABLA 8	Parámetros estructurales de las fibras naturales en base celulosa.....	40
TABLA 9	Análisis Químico de la Tagua.....	46
TABLA 10	Reporte de trabajos sobre Compuestos con Fibras Naturales.....	55
TABLA 11	Representantes de Agentes de Acoplamiento.....	57
TABLA 12	Influencia de los agentes acoplantes en las propiedades mecánicas de plásticos reforzados con fibras naturales.....	64
TABLA 13	Humedad de equilibrio en 65% humedad relativa y 27°C en dependencia del contenido de acetileno después de acetilenización, CHE=Contenido de humedad de equilibrio.....	70
TABLA 14	Reactivos empleados en las diferentes pruebas.....	79
TABLA 15	Equipos empleados para las pruebas.....	81
TABLA 16	Porcentajes de Carga y Solventes a utilizar en cada muestra de pintura.....	99
TABLA 17	Peso obtenido a través del proceso de esmerilado, taladrado, limado y molienda. Método 1.....	136
TABLA 18	Resultados del proceso de tamizado. Método 1.....	136
TABLA 19	Análisis de resultado del proceso de tamizado. Método 1...	137
TABLA 20	Resultado del proceso de tamizado. Método 2.....	137
TABLA 21	Análisis de resultado del proceso de tamizado. Método 2...	138
TABLA 22	Resultado del proceso de tamizado. Método 3.....	138
TABLA 23	Análisis de resultado del proceso de tamizado. Método 3...	139
TABLA 24	Resultados de la prueba de resistencia al Agua y Alcalis, muestras de tipo A.....	144

TABLA 25	Resultados de la prueba de resistencia al Agua y Álcalis, muestras de tipo B.....	145
TABLA 26	Resistencia a la Abrasión. Muestra tipo A.....	148
TABLA 27	Resistencia a la Abrasión. Muestra tipo B.....	148
TABLA 28	Ranking de la Prueba de Abrasión.....	149
TABLA 29	Estabilidad Acelerada. Muestra A.....	152
TABLA 30	Estabilidad Acelerada. Muestra B.....	152
TABLA 31	Ranking de la prueba de Estabilidad Acelerada.....	153
TABLA 32	Resistencia al lavado. Muestra A.....	156
TABLA 33	Resistencia al Lavado. Muestra B.....	156
TABLA 34	Cambio de Temperatura. Muestra A.....	161
TABLA 35	Cambio de Temperatura. Muestra B.....	161
TABLA 36	Ranking de prueba de Cambio de Temperatura.....	162
TABLA 37	Prueba de Densidad. Muestra A.....	165
TABLA 38	Prueba de Densidad. Muestra B.....	166
TABLA 39	Fibra de Cabuya (Alcalinización y Blanqueo), Muestra A...	167
TABLA 40	Fibra de Cabuya (Alcalinización y Blanqueo) y 15% de Agua, Muestra A.....	168
TABLA 41	Fibra de Cabuya (Alcalinización y Organo-Silane), Muestra A.....	168
TABLA 42	Fibra de Cabuya (Alcalinización y Organo-Silane) y 15% de Agua, Muestra A.....	169
TABLA 43	Fibra de Tagua, Muestra A.....	169
TABLA 44	Fibra de Tagua y 15% de Agua, Muestra A.....	170
TABLA 45	Fibra de Tagua (Organo-Silane), Muestra A.....	170
TABLA 46	Fibra de Tagua (Organo-Silane) y 15% de Agua, Muestra A.....	171
TABLA 47	Fibra de Cabuya (Alcalinización y Blanqueo), Muestra B...	171
TABLA 48	Fibra de Cabuya (Alcalinización y Blanqueo) y 15% de Agua, Muestra B.....	172
TABLA 49	Fibra de Cabuya (Alcalinización y Organo-Silane), Muestra B.....	172
TABLA 50	Fibra de Cabuya (Alcalinización y Organo-Silane) y 15% de Agua, Muestra B.....	173
TABLA 51	Fibra de Tagua, Muestra B.....	173
TABLA 52	Fibra de Tagua y 15% de Agua, Muestra B.....	174
TABLA 53	Fibra de Tagua (Organo-Silane), Muestra B.....	174
TABLA 54	Fibra de Tagua (Organo-Silane) y 15% de Agua, Muestra B.....	175
TABLA 55	Máxima Fracción de Empaquetamiento.....	181
TABLA 56	Medición de pH. Muestra A.....	185
TABLA 57	Medición de pH. Muestra B.....	185

TABLA 58	Porcentaje de Sólidos. Muestra A.....	187
TABLA 59	Porcentaje de Sólidos. Muestra B.....	187
TABLA 60	Espesor de Capa seca y Rendimiento teórico de la pintura.	189
TABLA 61	Muestras A sin Agua.....	191
TABLA 62	Muestras A con Agua.....	192
TABLA 63	Muestras B sin Agua.....	193
TABLA 64	Muestras B con Agua.....	194

ABREVIATURAS

ABS	Acrylonitrile-butadiene-styrene
ASTM	American Society for Testing and Materials
AVVE S.A.	Laboratorio Avilés y Veléz
C	Carbono
CH ₂	Alkane
Cl ⁻	Ión de Cloro
Cl ₂	Cloro gaseoso
cm	Centímetros
cm ³	centímetros cúbicos
COOH	Peroxido
COOR	Peroxido
E	Fibras de vidrio para aplicaciones electrónicas
ECM	Contenido de humedad relativa
EHAM	Etilo hydroxyl methyl acrylate
EP	Ethylene-propylene
EPDM	Ethylene-propylene-diene monomer (elastomer)
EPR	Ethylene-propylene rubber = EPM
g	gramos
g/cm ³	Gramos / centímetros cúbicos
GPa	Giga Pascal
h	Hora
H ⁺	Ión de Hidrógeno
H ₂ O	Agua
HDPE	Polietileno de alta densidad
HO	Oxidrilos
HOCl	Ácido Hipocloroso
HR	Humead Relativa
in	pulgadas
INC.	Incorporation
INEN	Instituto Ecuatoriano de Normalización
kcal	Kilo Calorías
kg	Kilogramos
KU	Unidades de Krebs
lbs/gls	Libras por galones
m	Metros
m / min.	Metros / minutos
máx.	Máximo

MF	Melamine-formaldehyde
MFFT	Temperatura mínima de formación de películas.
mín.	Mínimo
ml	mililitro
mm	Milímetros
m/m	Metro/ metro
μm	Micras
MN/m	Mega Newton / metros cuadrados
MPa	Mega Pascal
NaOCl	Hipoclorito de Sodio
NaOH	Hidróxido de Sodio
NH	Amina
NH ₂	Amina
nm	Nanómetro
O	Oxígeno
OCH ₃	Alkyl
PA	Polyamide
PC	Polycarbonate
PE	Polyethylene
PET	Poly(ethylene terephthalate)
PF	Phenol-formaldehyde
PI	Polyimide
PMMA	poly(methyl methacrylate)
PMPPIC	Polymethylene-polyphenyl-isocyanate
PP	Polipropileno
PS	Poliestireno
PUR	Polyurethane
PVC	Polivinilcloruro
RPM	Revoluciones por minuto
s ⁻¹	1/ segundo
SBR	Styrene butadiene rubber
SEM	Microscopio electrónico de barrido
Si	Silane
Tg	Temperatura de Transición vítrea
TGA	Análisis Termogravimétrico
U.	Unidades
UP	Poliéster no saturado
UR	Urethane
UTS	Último esfuerzo de Tensión
vol.	Volumen

wt contenido de humedad

SIMBOLOGÍA

%	Porcentaje
A	Pinturas Superior Látex
β	Beta, unidad de un tipo de azúcar que contiene la hemicelulosa
B	Pintura Excello Látex
D	Unidad de un tipo de azúcar que contiene la hemicelulosa
D	Dimensiones
D_m	Diámetro del molino por el interior del blindaje
ϕ_2	Porcentaje de volumen
ϕ_m	Máxima fracción de empaquetamiento
η	Viscosidad de la suspensión
η/η_1	Viscosidad de la Muestra/ Viscosidad de la Muestra con Fibra (Matriz)
η/η_2	Viscosidad de la Muestra/ Viscosidad de la Muestra con Fibra y 15% de Agua
Hc	Distancia interior de la parte superior del molino a la parte superior de la carga estacionaria
κ_E	Constante de Einstein
L/D	Longitud/Diámetro de la celda
N	Material no volátil
°	Grado
°C	Grados Centígrados
Ph	Potencial de Hidrógeno
θ	Ángulo microfilar
S	Peso de la Pintura
Σ	Sumatoria
S_1	Pared primaria
S_2	Pared secundaria
S_3	Lumen
SV%	Porcentaje de Sólido por Volumen
V	Material volátil
W_1	Peso del Aluminium Foil Dish
W_2	Peso de la muestra, después de ser expuesta a alta temperatura

INTRODUCCIÓN

Las fibras naturales están incrementando su atención debido a sus diversas aplicaciones, con la finalidad de sustituir con eficacia materiales sintéticos en diversos campos tales como, materiales de construcción, partes de estructuras de automóviles, embalajes, etc... Siendo un material renovable nos ofrece una ventaja en cuanto a su obtención y desarrollo local. Los científicos ven muchas ventajas en el empleo de estos materiales que nos da la naturaleza, porque se requiere de pocas herramientas, son de bajo costos, y pueden cultivarse de manera intensiva, presentan propiedades de dureza y flexibilidad sorprendente y son reciclados. Además, los productos fabricados con fibras vegetales son totalmente inocuos para el medio ambiente.

Las pinturas de látex son considerados elementos indispensables en la decoración, que mediante el color nos permite crear ambientes cálidos, relajantes o alegres, y al mismo tiempo prevenir el deterioro de las superficies. Al usar una pintura de látex, los principales factores que se tienen en cuenta son que proporcione un buen acabado y que sea duradera, manteniendo costos bajos. La incorporación de fibras naturales permite reducir las materias primas importadas y alternativos materiales no renovables de consumo local, para desarrollar pinturas látex amigables al medio ambiente.

La presente investigación establecería nuevos materiales compuestos, mediante la composición entre pintura arquitectónica de látex basada en copolímeros de estireno y acrílico, y partículas de fibras de cabuya y tagua, buscando una rica adherencia entre la matriz polimérica, que en este caso es la pintura, y la fibra, siendo este el principal y más importante problema al que hay que enfrentarse, debido a que el rol de la matriz en el compuesto de fibra nos ayudará a mejorar sus propiedades mecánicas, su capacidad de ser explotada y no ser tan fácilmente atacada por el entorno.

Teniendo como uno de los objetivos de esta investigación, conseguir una pintura más amigable al medio ambiente, buscando mejoras en su viscosidad, tensión, rayado, lavado, adhesión, y transferencia de vapor de agua, es decir, mejorar su calidad, y con ello influir en el costo del mismo, haciéndolo económico, a pesar de su nuevo aditivo añadido, recalcando el beneficio que se dará en las industrias ecuatorianas tanto de pintura como de agricultura, y a nivel social de la humanidad.

CAPÍTULO 1

1. INFORMACIÓN GENERAL

1.1 Objetivos de la Tesis

1.1.1. Objetivo General de la Tesis.

Desarrollar nuevas aplicaciones de las fibras naturales ecuatorianas en pinturas o recubrimientos, desplazando con ello a los materiales típicos, generando materiales compuestos amigables al medio ambiente, con la cooperación de los sectores industriales de pinturas y agrícolas del país.

1.1.2. Objetivos Específicos de la Tesis.

1. Analizar las propiedades mecánicas, reológicas, y de barrera de la pintura arquitectónica de látex basada en copolímeros de estireno y acrílico con la incorporación de partículas de fibras de tagua, y cabuya tratadas con hidróxido y agente de enlace tipo organo silano.
2. Obtener una pintura más amigable al medio ambiente con mejores rendimientos a las propiedades mecánicas y de

barrera obteniendo una pintura de mejor calidad, económica, con valor agregado para beneficio de la industria ecuatoriana de pinturas.

3. Promover la industrialización de fibras naturales, lo cual generará empleo por el cultivo y explotación de fibras.
4. Despertar un nuevo blanco de interés en el ámbito ecológico, industrial y tecnológico, en el que todos podamos ser beneficiados.

1.2 Antecedentes de la Tesis

Debido a los diferentes casos de contaminación ambiental que se han ido incrementando paulatinamente en nuestros días, se está buscando conseguir de los recursos de la naturaleza ya existentes, otros tipos de aplicaciones en el sector industrial y tecnológico, donde su etapa de retorno al medio ambiente sea un proceso amigable al mismo, hasta el punto de ser en lo posible inocuo para el entorno.

Actualmente, y dentro del contexto internacional, las fibras naturales recuperan espacio en el mercado mundial como insumos ventajosos en sostenibilidad y protección del ambiente. Precisamente los intereses o preferencias ambientales de la sociedad están creando un nuevo concepto de mercado global, con énfasis en la disminución del deterioro del planeta, y en la innovación de las tecnologías de cultivo, procesamiento y aplicación.

Ante el nuevo panorama mundial de apertura de los consumidores a la utilización de las fibras naturales, es necesario impulsar su cultivo, transformación, uso y comercialización. Por eso, el enfoque de esta tesis se dirige a la aplicación de ellas, con el afán de cambiar los materiales tradicionales; es decir, fibras sintéticas; así como también la etapa de degradación, cuyo proceso no es considerado de total agrado para el ambiente, buscando nuevas alternativas mediante el ingreso de estas fibras naturales en la formulación de pinturas.

Además, hay que tomar en cuenta de que muchas investigaciones realizadas en este campo han dado favorables resultados, consiguiendo de manera efectiva mejoras en sus propiedades mecánicas y costos económicos en los proyectos ya tratados con

estos, siendo el caso de la elaboración de accesorios de vehículos en Alemania, sin omitir el nuevo estudio del reemplazo del asbesto por fibras en la elaboración de materiales de construcción (2, 16,72, 118).

1.3 Importancia de la Tesis

El Ecuador es una de las regiones con mayor diversidad biológica en el mundo, las cuales, no han sido explotadas de manera favorable, y esto no nos ha permitido desarrollarnos con éxitos, y lograr con ello, la modernización de nuestra sociedad, tomando como enfoque de esta tesis, el campo de la agricultura, la cual, en varios países latinoamericanos les ha resultado favorable, debido a que han buscado sistemas de innovación, en los cuales, los cambios no han sido solo tecnológicos sino también organizacionales y gerenciales, y adicionalmente, porque el estado ha facilitado este proceso, esperando a través de esta investigación surja el interés tanto en el campo industrial, como gubernamental.

Sondeando por ello, nuevas alternativas para el sector de la industria de pinturas con la intervención de las fibras naturales, y a su vez una nueva razón económica para el sector agrícola.

La importancia de esta tesis se vislumbra en la creación de un escenario de eficiencia y diversificación en la actividad económica nacional, respondiendo con oportunidad a los requerimientos de la dolarización, modernización y globalización, mediante la industrialización y comercialización de las fibras naturales, cuya aplicación tenga una nueva perspectiva dirigiéndola a un nuevo sector, la industria de las pinturas. Analizando su comportamiento en mejoras de las propiedades mecánicas, reológicas y la calidad del nuevo material compuesto que se obtendría, teniendo en cuenta como principal barrera a la que se deberá enfrentar en este estudio, la adherencia adecuada de la matriz polimérica.

CAPÍTULO 2

2. PINTURA ARQUITECTÓNICA DE LÁTEX Y FIBRAS NATURALES DE TAGUA Y CABUYA.

2.1 Introducción General de las Pinturas Orgánicas.

Podemos definir en forma simplificada, que una pintura es una dispersión coloidal de un pigmento (fase dispersa) en una solución de polímero (fase continua). Así como la estructura química del polímero determina las propiedades físico-químicas de la pintura, el tipo y estado de dispersión de los pigmentos en el polímero afectan las propiedades ópticas, opacidad, teñido, brillo, durabilidad, flujo y estabilidad en el almacenamiento.

La finalidad de la pintura es decorar y proteger. La decoración esta relacionada con el embellecimiento de la superficie. Por otro lado una pintura protege al sustrato del deterioro y la corrosión (34).

Para calificar como una pintura, hay varios requisitos que tienen que ser satisfecho antes de que realmente pudiéramos considerar algo como una pintura.

Primero, se debe poder aplicar la pintura de la manera en la que se usará, sea por brocha, rodillo, spray, o inmersión. Una pintura con alta viscosidad no puede aplicarse posiblemente, es completamente inútil. Pero se debe poder reducir la viscosidad con solventes apropiada para darle al producto la viscosidad correcta para el tipo particular de aplicación. En otras palabras, la pintura debe tener una viscosidad conveniente para la aplicación o, reducirla por la cantidad apropiada de solvente recomendado.

Segundo, después que la pintura se ha aplicado; debe solidificarse y adherirse a la superficie en la que se aplica. Si no se pega a la superficie no se la puede considerar una superficie cubierta propiamente.

Tercero, la pintura debe hacer el trabajo para el que está usándose. Ese trabajo podría ser uno o más de lo siguiente tres:

- a. Proteger la superficie en la que se aplica.
- b. Servir como una capa decorativa, la mayoría para interior, y un buen género para cubierta exterior.
- c. Un tercer tipo de pintura que se usa y que realmente no entra en cualquiera de las dos categorías anteriores podría ser considerado

la pintura que se diseña para hacer trabajos especiales o funciones anti-fouling, para los exteriores de los barcos, de fuego-retardante, fosforescente, etc., (30).

Componentes de la Pintura:

Básicamente puede decirse que una pintura está compuesta de dos partes principales:

- Pigmento
- Vehículo

Pigmentos: Se define a una sustancia colorida, finamente dividida, que es esencialmente insoluble en el medio en el cual va a ser dispersado.

La clasificación de manera general de los pigmentos es (85):

- Pigmentos de color:
 - Orgánicos
 - Inorgánicos.
- Pigmentos Blancos:
 - Principales ó Primarios
 - Suplementarios (ampliadores, rellena-dotes, cargas ó inertes).

- Polvos y pastas de aluminio:
 - Para pintura de aluminio.

Las propiedades que tradicionalmente se asocian con pigmentos orgánicos e inorgánicos se resumen en la Tabla 1 (34).

TABLA 1 (34)

Propiedades que se asocian con los pigmentos orgánicos e inorgánicos		
Propiedad	Inorgánico	Orgánico
Color	Sucios	Limpios
Opacidad	Alta	Transparente
Fuerza de teñido	Baja	Alta
Resistencia al Sangrado	Buena	Variable
Resistencia química	Variable	Variable
Resistencia térmica	Buena	Variable
Resistencia a la intemperie	Buena	Variable
<i>Precio</i>	<i>Bajo</i>	<i>Medio a Alto</i>

Vehículo: Se define como la parte líquida de ella, en la cual están dispersados los pigmentos (85).

El vehículo consiste esencialmente en dos partes (85)

- Formador de película (Ligante)

- Solvente

Aditivos: Sustancias químicas usadas en la composición de una pintura en cantidades relativamente pequeñas con el propósito de contribuir con un beneficio significativo a la facilidad de fabricación, estabilidad de la pintura en el envase, facilidad de aplicación, mejora la calidad o apariencia de la película aplicada (85).

Las clasificaciones de los aditivos son (85):

- *Secantes.*
- *Anti-nata.*
- *Anti-espumante.*
- *Espesantes.*
- *Preservativos.*
- *Fungicidas.*
- *Coalescentes.*

Perfil Reológico óptimo

Las propiedades de aplicación de pinturas de emulsión, formación, nivelación y resistencia, derivan esencialmente de su viscosidad bajo condiciones variantes.

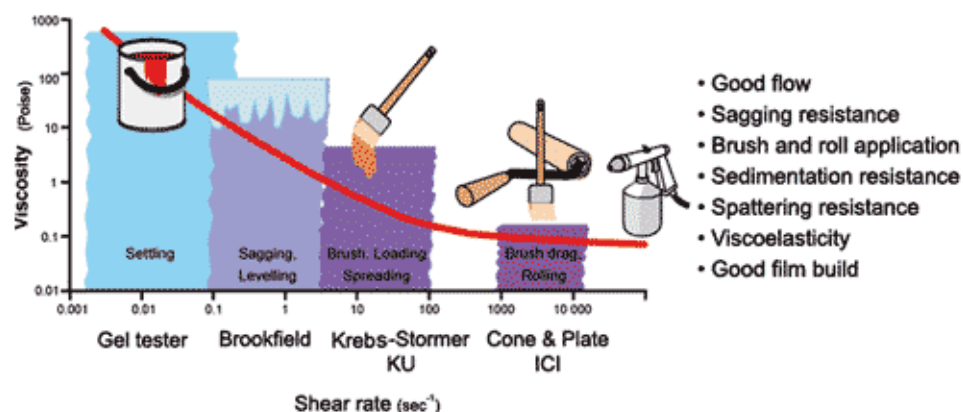


FIGURA 2.1: Propiedades de Aplicación de las Pinturas (84).

El tamaño de la partícula y distribución de emulsiones acrílicas influyen en la reología de la pintura húmeda, en la habilidad de formar la película, y el brillo potencial del látex.

La viscosidad de la pintura de emulsión no sólo es determinada por el tamaño de las partículas de látex basado en acrílicos, también por una combinación de factores incluso el tipo de modificador reológico, fragmento de volumen de látex, proporción del dispersante/surfactante, coalescente/co-solvente y opción de pigmentos.

Pruebas de Control

La evaluación de las propiedades de las pinturas tiene por objeto, ejercer un control de calidad de los productos terminados, y lo que es más importante, asegurar una calidad uniforme en los diferentes

lotes de producción que sea reproducible con el comportamiento real de la película en condiciones normales de servicio (85).

Las pruebas de evaluación a las cuales son sometidas, las pinturas pueden ser divididas en dos grupos (85):

En forma líquida:

- Viscosidad
- Densidad
- PH (base acuosa)

Película aplicada

- Brillo
- Adherencia
- Lavabilidad
- Tiempo de secado

2.2 Descripción General de las Pinturas Arquitectónicas de Látex.

El desarrollo de productos libres de solvente son uno de los adelantos más significantes en la industria de la pintura. Pinturas basadas en agua se usan ahora de manera mundial en muchas aplicaciones. Las emulsiones acrílicas puras permiten los enlaces para un alto rendimiento de las pinturas basadas en agua debido a su único equilibrio de propiedades: calidad, versatilidad, fácil de formular y amigable al medio ambiente.

En general, pinturas basadas en emulsiones acrílicas puras tienen durabilidad exterior mejor que las basadas en aceite o de alkyd. Ellas tienen retención de color, resistencia de chalking, y resistencia mejor al embrittlement a largo período y grietas.

En la Tabla 2 está algunos de los beneficios de usar emulsiones acrílicas puras comparadas a otras tecnologías para producir una calidad de punta de la pintura basada en agua:

TABLA 2

Beneficios de usar emulsiones acrílicas puras (84).

Exterior	Interior
<ul style="list-style-type: none"> • Adhesión superior, sin presencia de descascararse o ampollarse. • Resistencia a la tiza, retención excelente del color. • Mejor resistencia a la suciedad, por lo que se manifiesta una pintura fresca. • Mejor resistencia al moho. • Durabilidad superior 	<ul style="list-style-type: none"> • Se mantiene sin mostrar marcas de cepillo o rodillo. • Mínima salpicadura durante la aplicación. • Mayor poder de cubrimiento. • Menos tendencia al bloque, mientras la superficie esté fresca no se pegará alguna cosa. • Mejor resistencia a la mancha y suciedad, y tendrá facilidad de limpiar y mantenimiento.

Los productos acrílicos puros deben su estado a la combinación notable de sus propiedades; es decir la buena adherencia a todos los tipos de sustratos, la durabilidad exterior excelente, resistencia de agua, permeabilidad del vapor, la retención del tinte, estabilidad excelente a rayos Ultra Violetas, calor, y alcalinidad.

Para una correcta formulación de pintura de emulsión acrílica debe tener las siguientes características esenciales:

- *Composición de Monómero*: Controla la durabilidad, resistencia de agua y potencial de textura del polímero de látex. Los monómeros naturales tienen una influencia fuerte en las propiedades de la película. En la Tabla 3 se listan los típicos monómeros de látex y su contribución para las propiedades de las películas.

TABLA 3

Típicos monómeros de látex y su contribución para las propiedades de las películas (84).


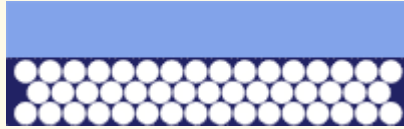

Propiedades de las películas	Típicos monómeros de látex
Durabilidad externa	Metacrílicos y Acrílicos
Dureza	Metil Metacrílico Estireno Ácido Metacrílico y Acrílico
Flexibilidad	Etil Acrílico Butil Acrílico 2-Etilexilacrílico
Resistencia a mancha	Cadena corta de Metacrílicos y Acrílicos
Resistencia al Agua	Metilmetacrílico
Resistencia al Mar	Metacrilamida Acrilonitruro
Resistencia al Solvente y grasa	Acrilonitruro Metacrilamida Ácido Metacrílico

- *Dureza del polímero (Tg, MFFT)*: La dureza del polímero es determinada por su temperatura de transición de vítrea (Tg), la temperatura a la que las moléculas empiezan a obtener libertad parcial de movimiento. Mientras más bajo es Tg, más suave es el polímero. La Tg del polímero impacta la temperatura mínima de formación de película (MFFT), temperatura a la que una película se forma.

Como se muestra en la Tabla 4, la formación de película de látex ocurre en tres pasos en que la naturaleza y tamaño de la partícula del polímero toma un papel importante:

TABLA 4

Pasos de formación de película de látex (84).

	<p>1) Evaporación de agua</p>
	<p>2) Empaquetamiento más compacto de partículas látex</p>
	<p>3) Difusión de secado de agua de la película y coalescencia del látex</p>

Dependiendo del polímero escogido, el látex puede llevar a la formación de una película muy flexible recomendada para la aplicación de madera, o una película que posee resistencia química muy buena, recomendada para las aplicaciones industriales (84).

- *Tamaño y Distribución de partícula:* La habilidad de formación de la película de una emulsión, así como la capacidad de enlazar su pigmento, es dependiente del tamaño de la partícula, siendo mejor un tamaño de partícula más pequeño. El tamaño de la partícula afecta la viscosidad, en donde tamaño de partículas grandes generalmente se asocian con baja viscosidad.

Tamaño <200 nm da mejor brillo, unión y adherencia. Tamaño >500 nm da propiedades reológicas como tixotropía, formación de película, pero menos eficiente los enlaces y poco brillo. Tiende a la sedimentación.

El gráfico 2.2 muestra la morfología de polímero de emulsión diferente que uno puede encontrar en el mercado.

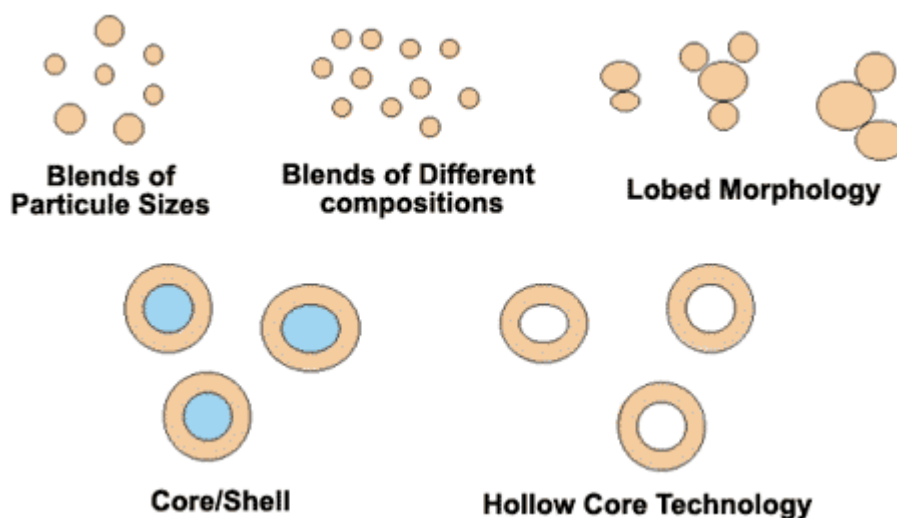


FIGURA 2.2: Morfología de polímero de emulsión diferente en el mercado (84).

- *Influencia de Otros Ingredientes:* La presencia de estabilizar ingredientes o adherencia que promueven en un polímero también puede influir en sus características de formación.

Funciones específicas de los monómeros pueden agregarse a los paquetes de monómeros básicos para poner a punta la serie estandarizada de desempeño de sus propiedades.

No todas las variaciones de propiedad relacionadas a la composición se originan por diseño. Ellas también pueden ser el derivado involuntario de ciertas opciones de la materia prima.

Por ejemplo, la presencia de cantidades del exceso de surfactantes y dispersantes en un polímero también puede influir en las funciones características.

Los *surfactantes* controlan la estabilidad y tamaño de la partícula del látex. La selección apropiada involucra un balance de estas características contra las negativas como hinchamiento y sensibilidad al agua en la película de pintura seca.

Los *estabilizadores coloidales* son usados a menudo para prevenir sedimentación de partículas grandes de látexs. Ellos pueden contribuir significativamente a la reología de látex y pintura, pero también adversamente afecta la formación de la película y la sensibilidad al agua.

Pinturas Arquitectónicas

Generalmente se considera que las pinturas arquitectónicas son esas pinturas para la aplicación en sitio residenciales, comerciales, o institucionales. La salud, seguridad, calidad de aire, y preocupaciones de olor asociadas con los solventes en pinturas

basadas en aceite han motivado a las personas hacia las pinturas de látex basadas en agua (84).

Las emulsiones acrílicas puras son el ingrediente de opción para la actuación a largo plazo y protección en la mayoría de las aplicaciones arquitectónicas, sobre todo donde la actuación y durabilidad son esenciales, teniendo (84):

- Pinturas para interior de paredes (liso y brillo).
- Brillo y pinturas de semi-brillos para uso de interiores y exteriores.
- Pinturas para la fachada (película delgada).
- Pinturas elastoméricas.
- Múltiples primers.
- Tinte de Madera para el interior y exterior.
- Pinturas para el exterior de madera.

Fabricación de Pintura Arquitectónica

En términos generales, la fabricación de pintura consta de las siguientes etapas fundamentales:

Premezcla. En esta primera etapa realiza un mezclado preliminar de los pigmentos con vehículo suficiente para lograr una buena humectación y obtener una pasta que tenga la consistencia necesaria y correcta para ser dispersada.

Dispersión (molienda). Esta etapa de proceso se lleva a cabo en un molino para incorporar íntimamente el pigmento en el vehículo líquido, hasta producir una fina dispersión de la partícula que se obtiene mediante el ensayo de finura de molienda.

Complementación. El propósito de esta etapa es reducir apropiadamente la dispersión en el molino con vehículo adicional y aditivos necesarios para obtener la composición final de la pintura que tenga las propiedades de aplicación y funcionamiento óptimas. En esta etapa también se entona el producto de acuerdo a un color de referencia.

Filtración y envasado. Estas operaciones en forma consecutiva son la etapa final del proceso de fabricación, quedando el material listo para su expedición (85).

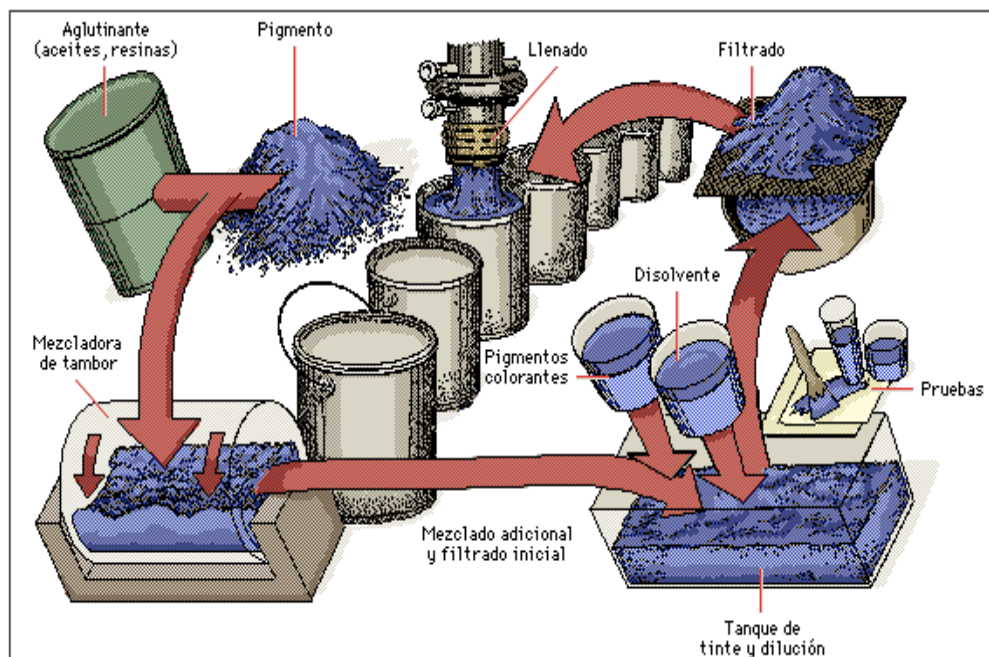


FIGURA 2.3: Diagrama de Producción de Pintura Arquitectónica

(31).

2.2.1 Propiedades Físicas

Las Pinturas Arquitectónicas de Látex deben de cumplir ciertos requisitos para poder ser consideradas como tal, basados en la Norma INEN 1544, la cual se encuentra adjunto en el Apéndice E, siendo estos los siguientes:

- Vehículo
- Color

- Olor
- Almacenamiento
- Los pigmentos empleados en la preparación de este tipo de pinturas deben cumplir con los requisitos en las áreas de utilización.
- Cuando se ensayan las pinturas no deben formar nata (piel).
- Propiedades de aplicación
- Aspecto de la película seca
- Propiedades de repintado
- Vetas
- Resistencia al cambio de temperatura.
- Resistencia al agua
- Resistencia a los álcalis
- Resistencia a la estabilidad acelerada
- Resistencia a la intemperie
- Las pinturas al agua tipo emulsión deben cumplir con los requisitos establecidos en la Tabla 5.

TABLA 5

Requisitos para las pinturas al agua tipo emulsión						
Requisitos	Unidad	Tipo 1		Tipo 2		Método de ensayo
		mín.	máx.	mín.	máx.	
Brillo especular						INEN 1003
Pinturas mates	a 85°	-	15	-	15	
Pinturas semimates	a 85°	-	30	-	30	
Pinturas semibrillante	a 60°	-	60	-	60	
Finura de dispersión	U. Hegman	3	-	3	-	
Tiempo de secado	H					INEN 1007
al tacto		-	1	-	1	INEN 1011
para repintar		4	-	4	-	
Viscosidad a 200 rpm	U. Krebs	85	110	85	110	INEN 1013
Sólidos totales	% (m/m)	45	-	40	-	
Resistencia a la abrasión húmedo (Restragado)	Ciclos	700	-	100	-	INEN 1542
Lavabilidad	Ciclos	-	30	-	40	INEN 1543

2.2.2 Propiedades Químicas.

Para poder analizar las propiedades químicas de las pinturas arquitectónicas se debe analizar su comportamiento a diferentes tipos de exposiciones hostiles, que puedan perjudicar a la misma, originando con ello la presencia de algún tipo de falla, como serían las manchas, ablandamiento, hinchazón, ó cualquier otro tipo de deterioro permanente en la pintura.

Propiedades de Resistencia altas: La única composición química de las emulsiones acrílicas puras resulta en resistencia a la radiación ultravioleta y humedad que normalmente causan pinturas que se degradan lentamente con el tiempo. La tendencia de pinturas normales es fallar por grietas, descascarado, y ampolla, resultado principalmente del hecho que el enlace no proporciona adherencia suficiente a los materiales como madera, metal, albañilería y pintura basada en aceite-alkyl (84). Los defectos de las pinturas se pueden revisar en el Apéndice A.

La durabilidad inherente de los polímeros de látex acrílicos es reforzada por sus propiedades de adherencia excelentes. Las capas acrílicas puras proporcionan adherencia de la película excelente, incluso cuando una pintura se expone a humedad (84).

2.3 Introducción General de las Fibras Naturales.

Se subdividen las fibras naturales basada en sus orígenes, siendo estas de las plantas, animales o minerales. Las fibras de plantas pueden incluir pelusas (algodón, kapok), fibra de hoja de plantas, es decir bast (lino, cáñamo, yute, el ramie) y fibras duras (sisal, henequén, coco).

Tanzania y Brasil son los productores más grandes de sisal. El henequén se produce en México, abacá, y cáñamo en Filipinas. Los productores más grandes de yute son India, China y Bangladesh.

La disponibilidad de grandes calidades de las fibras con propiedades mecánicas bien definidas es un general pre-requisito para su uso exitoso. Además, en las partes técnicas, las fibras tienen que ser especialmente preparadas o modificadas con respecto a:

- Homogenización de sus propiedades;
- Grados de elementarización y degumming;
- Grados de polimerización y cristalización;
- Buena adherencia entre fibra y matriz;
- Repelencia a la humedad; y
- Propiedades retardantes a la llama.

Existen procesos de deterioración microbiana, que pueden ser reemplazados por lo menos en parte por procesos químico-físicos.

En recientes años, los precios para las fibras naturales no han sido estables. El precio depende de la magnitud de preparación de fibra y pre tratamiento, por ejemplo tamaño y acabado incluyen un agente de acoplamiento y otros surfactantes que se establezcan bien para fibras de vidrio. Para tales aplicaciones, las fibras naturales tienen que ser pre tratados de una manera similar. En la mayoría de los casos, la sustitución de fibras de vidrio por fibras naturales es evitada en primer lugar por razones económicas. Pero, las fibras naturales ofrecen varias ventajas sobre las fibras de vidrio:

Las fibras vegetales son un material renovable y su disponibilidad es más ó menos ilimitada. La naturaleza abrasiva de las fibras naturales es muy baja comparada a la fibra de vidrio, las que llevan ventajas en lo técnico, material reciclado o proceso de materiales compuestos.

Plásticos reforzados con fibra natural usan polímeros biodegradables como matriz y son los materiales más amigables al medioambiente que pueden ser abonos al final de su ciclo de vida. Desgraciadamente, las propiedades físicas de esos compuestos están lejos de reforzar termoplásticos de fibras de vidrio. Además, debe existir un equilibrio entre el desarrollo de vida y biodegradación (15).

Propiedades mecánicas de las fibras naturales

Las fibras naturales son en general convenientes para reforzar plásticos (termoestables y termoplásticos) debido a su relativo alto esfuerzo, rigidez y baja densidad, datos que se pueden encontrar en la Tabla 6.

Los valores característicos para el lino y la fibra kraft de madera suave alcanzan niveles cerca de los valores de las fibras de vidrio,

tipo E ("E " debido a su uso en aplicaciones electrónicas y hoy en día las fibras de vidrio típicamente más se usan para refuerzo plásticos en medios de comunicación). Pueden procesarse fibras naturales de

TABLA 6

Propiedades mecánicas de las Fibras naturales comparadas con fibras reforzadas convencionalmente						
Fibra	Densidad (g/cm ³)	Diámetro (μm)	Elongación (%)	Esfuerzo de Tensión (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Referencia
Algodón	1,5-1,6	-	7,0-8,0	287-800	5,5-12,6	(11,14,23,111,129)
Jute	1,3-1,45	25-200	1,16-1,8	393-773	13-26,5	(10,11,14,23,92,105,111,115)
Lino	1,5	-	2,7-3,2	345-1100	27,6	(10,14,111,115)
Hemp	-	-	1,6	690	-	(115,117)
Ramie	1,5	-	1,2-3,8	400-938	61,4-128	(14,111,115,129)
Sisal (Cabuya)	1,45-1,5	50-200	3,0-7,0	468-635	9,4-22	(11,10,14,18,23,58,111,115)
PALF	-	20-80	1,6	413-1627	34,5-82,51	(23)
Coco	1,15-1,2	100-450	15-40	131-175	4,0-6,0	(11,18,23,58)
Viscose	-	-	11,4	593	11	(129)
Madera suave de kraft	1,5	-	-	1000	40	(73)
Fibra de vidrio-E	2,5	-	2,5	2000-3500	70	(18,95,96,115)
Fibra de vidrio-S	2,5	-	2,8	4570	86	(11,10,18,95,96,115)
Aramidos (normal)	1,4	-	3,3-3,7	3000-3150	63-67	(18,95,96,115)
Carbon (estándar)	1,4-1,7	-	1,4-1,8	4000	230-240	(18,95,96,115)

maneras diferentes para rendir como elementos de refuerzos teniendo propiedades mecánicas diferentes.

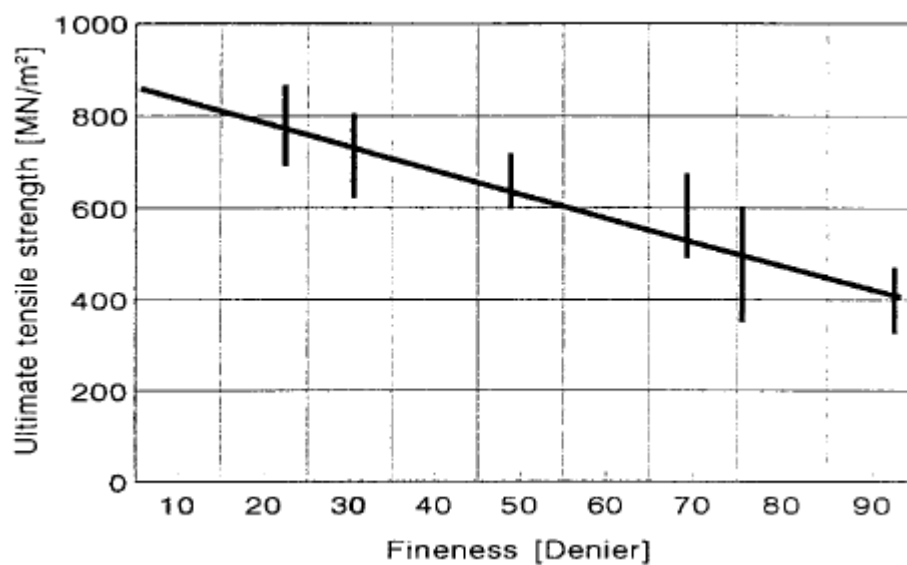


Fig. 2.4. Dependencia del esfuerzo de tensión en el refinamiento de fibra (79).

Las propiedades de fibra y sus estructuras son influenciadas por varias condiciones y varía el crecimiento, clima y edad de la planta. El desarrollo técnico de la fibra es otro factor importante que determina la estructura así como los valores característicos de las fibras (15).

Como en el caso con las fibras de vidrio, el esfuerzo de tensión de las fibras naturales depende también de la prueba de longitud de las muestras, las cuales son de principal importancia reforzando con eficiencia. El esfuerzo de tensión actual de una fibra típicamente es dado por una prueba de longitud de cero como en el caso para fibras de vidrio.

Composición Química

Las condiciones climáticas, edad y el proceso de desarrollo influyen en la estructura y composición química de las fibras. Valores que se reflejan en la Tabla 7, indicando la composición química de las fibras naturales. Los componentes de fibras naturales son celulosos, hemi-celulosa, lignina, pectina, ceras y sustancias solubles en agua, con celulosa, hemi-celuloso y lignina como los componentes básicos con respecto a las propiedades físicas de las fibras.

Celulosa: Es el componente esencial de todas las fibras de planta. En 1838, Anselme Payen sugirió que las paredes de la célula de numerosas plantas consisten en la misma sustancia a la que él dio el nombre de celulosa.

Generalmente se acepta que la celulosa es un polímero de condensación lineal (81). La fórmula de proyección de Haworth de celulosa está da por la Figura 2.5 (60,81):

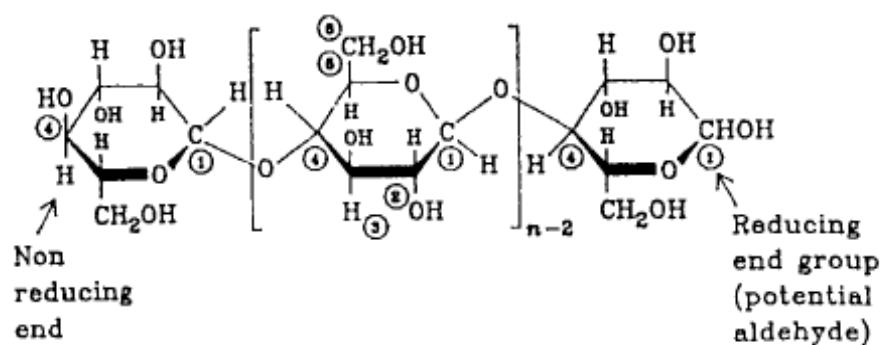


FIGURA 2.5: Molécula de Celulosa (60,81)

La estructura molecular de celulosa es responsable de su estructura y esto, a su vez, determina muchas de sus propiedades químicas y físicas (10).

Las propiedades mecánicas de las fibras naturales dependen de su tipo de celuloso, porque cada tipo de celulosa tiene su propia geometría de la célula y las condiciones geométricas determinan sus propiedades mecánicas.

Hemicelulosa: Comprende a un grupo de polisacáridos (excluyendo la pectina), los cuales se asocian con la celulosa una vez que la lignina ha sido removida. La hemicelulosa difiere de la celulosa en tres aspectos importantes. En primer lugar ellas contienen varias unidades de azúcar diferentes considerando que la celulosa contiene sólo unidades de 1,4 - β -D-glucopyranose. Segundo, exhiben un grado considerable de ramificaciones de cadena, considerando que la celulosa es un polímero estrictamente lineal. En tercer lugar, el grado de polimerización de la celulosa es diez a cien veces más alto que el de la hemicelulosa.

Es diferente a la celulosa, los constituyentes de hemicelulosa difieren de planta a planta (81).

Ligninas: Son polímeros de hidrocarburos complejos con alifáticos (aliphatics) y los constituyentes aromáticos (60,81):

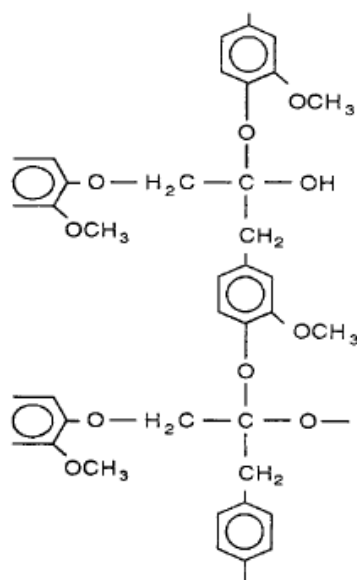


FIGURA 2.6: Molécula de Lignina (60,81)

Las unidades del monómero son varios anillos sustituidos por phenyl-propano enlazados (81).

Las propiedades mecánicas son más bajas que las de la celulosa. Al valor de 4 GPa, las propiedades mecánicas de lignina isotrópica son distintamente bajas que aquellas de celulosa (35).

La *pectina* es un nombre colectivo para el heteropolisacaridas que consiste esencialmente en ácido polygalacturon. La pectina es soluble en agua después de una parcial neutralización con álcali o hidróxido de amonio (35).

Las ceras constituyen la parte de las fibras, que pueden extraerse con soluciones orgánicas. Estos materiales cerosos consisten en tipos diferentes de alcoholes, que son insolubles en agua así como en varios ácidos (35).

Estructura física de fibras celulósicas naturales y artificiales

Una sola fibra de toda la planta basada de fibras naturales consiste en varias células. Estas células se forman fuera de las microfibrilas cristalinas basado en celulosa que se conecta a una capa completa, por lignina y hemicelulosa amorfas. Múltiples capas de celuloso-lignina/hemicelulosa en uno primaria y tres células de paredes secundarias se pegan junto a compuestos de múltiples capas, la célula, como se muestra en la Figura 2.7.

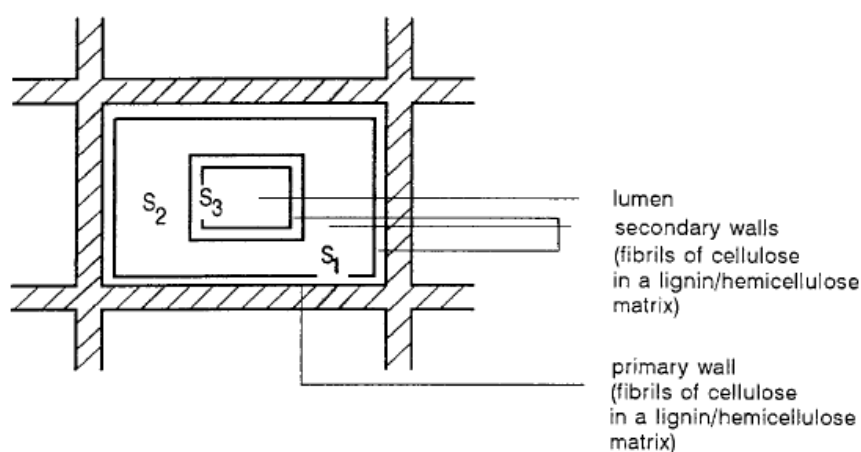


FIGURA 2.7. Constitución de una célula de fibra natural (111).

Estas paredes de la célula difieren en su composición (proporción entre celulosa y lignina/hemicelulosa, (Tabla 7) y en la orientación (ángulo espiral, Tabla 8 (79)) de celulosa microfibrilas. Los valores característicos para estos parámetros estructurales varían de una fibra natural a otro, así como por tratamientos físico-químicos de fibra como mercerización ó acetilización.

El ángulo espiral de la fibra y el contenido de celulosa, generalmente determinan las propiedades mecánicas de las fibras naturales basadas en celulosas.

El uso de diferentes tipos de tratamientos físico (es decir la descarga de la corona) y los métodos de tratamiento de superficie químicos (agentes acoplantes como silanes) lleva a los cambios en la estructura y energía de la superficie de las fibras.

TABLA 8

Parámetros estructurales de las fibras naturales en base celulosa (79)					
Fibra	Contenido de Celulosa (wt%)	Ángulo espiral (°)	Área de Sección de Cruce A x 10⁻² (mm²)	Longitud de Celda L (mm)	Porcentaje L/D (D, diámetro de celda)
Jute	61	8	0,12	2,3	110
Lino	71	10	0,12	20	1687
Hemp	78	6,2	0,06	23	960
Ramie	83	7,5	0,03	154	3500
Sisal	67	20	1,1	2,2	100
Coco	43	45	1,2	3,3	35

2.4 Descripción General de la Fibra Natural de Tagua.

La Tagua es una *Angiosperma*, cuya división es *Magoliophyta*, clase *Liliopsidae*, orden *Arecales*, familia *Palmae*, género *Phytelephas*, especie *aecuatoralis* (Spruce), cuyo nombre botánico es *Phytelephas Macrocarpa Palmae* (51).



FIGURA 2.8: Semilla de Tagua (26).

La nuez de marfil también se llama (26):

Nuez de marfil vegetal o nuez de tagua (EE.UU.)

Nuez de Corozo (Gran Bretaña)

Nuez de Binroji (Japón)

Nuez de Coquilla (Brasil)

Steinnuss (Alemania)

Homero o pullipunta (Perú)

Usos de la Tagua

Casi todas las partes de la nuez de marfil se usan.

- Raíces: Es medicinal por sus propiedades diuréticas.
- Tallos: Para los suelos.
- Retoños: Una vez cocinados, son comestibles.
- Hojas: Constituyen un material de buena calidad vegetal para el techado de viviendas y de grandes explotaciones avícolas. Es una importante fuente de ingreso monetario en la economía de los pobladores rurales que manejan poblaciones naturales de tagua.
- Palmito de tagua (yarina): Es también consumido, aunque en menor proporción, por la prioridad en el comercio de la hoja.
- Flores de paja: Para las escobas industriales.
- Semillas: Según *Taguamanta* (2003), cuando los frutos son tiernos tienen un líquido claro (como el agua de coco); este es muy apetecido, porque posee algunas propiedades medicinales

y afrodisíacas. Cuando el fruto madura se solidifica y se convierte en una pepa dura cubierta por una corteza amarilla de exquisito sabor, la cual sirve como alimento para animales silvestres e inclusive para preparar un sabroso manjar.

Sotomayor (2001) manifiesta que el mesocarpio del fruto maduro es comestible con sabor ligeramente dulce en estado y un aroma muy agradable. Sin embargo, es considerado un bocado exquisito, al azar directamente el fruto entero, tres días después de su recolección; el mesocarpio se ablanda y adquiere una consistencia suave y de sabor delicioso. La fauna silvestre consume ávidamente el mesocarpio del fruto maduro.

El endosperma de la semilla del fruto inmaduro, en su estado líquido o semi-sólido es también comestible en su estado natural. En el estado de madurez fisiológica, es utilizado en la industria de fabricación de botones y en artesanías de tallados de adornos, piezas de ajedrez y figuras diversas. El mesocarpio del fruto maduro contiene aceite, con potencial de uso doméstico. En medicina tradicional, el endosperma inmaduro al estado líquido o semilíquido, se utiliza para controlar la diabetes. El polvo de tagua (que es el residuo de la fabricación

de botones) tiene valor comercial de exportación en los mercados de Estados Unidos y del Japón.

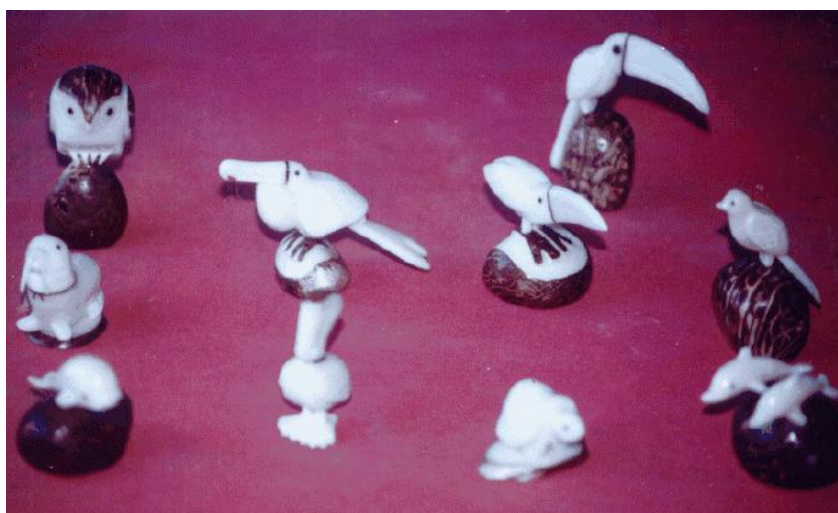


FIGURA 2.9: Adornos con semilla de Tagua (26).

2.4.1 Propiedades Físicas

Las semillas de tagua van en tamaño de una cereza a una nuez, y el color varía de azul-blanco a ámbar con la mayoría de nueces de marfil-ámbar. Cuelga de la palma en racimos (26).

La estructura celular y el grano son similares al marfil del elefante, pero es más denso y elástico. Se parece al más fino marfil, en textura y color y, es ligeramente más suave que el

marfil del mamífero, normalmente contiene un vacío en el centro de la semilla (29).

Es una palmera dióica, hasta de 12 m de altura total y 3 m de altura hasta la base de las hojas en plantas adultas. Estípote de 25-30 cm de diámetro, con cicatrices conspicuas de hojas prominentes en arreglo espiral. Generalmente se han observado, numerosos hijuelos (hasta 20) alrededor del tallo principal. El tallo en plantas adultas es coronado por hasta 30 hojas pinnadas de tamaño máximo de 8 m de longitud. Las flores cuentan con 68 sépalos de hasta 15-20 cm de longitud y un pistilo con un estigma grande de hasta 9 cm de longitud (51).

2.4.2 Propiedades Químicas.

Fischer y Bolen, 1955. El verdadero marfil está compuesto de una mezcla de materiales inorgánicos y orgánicos. Se conoce que contiene aproximadamente 55% de material inorgánico (calcio fosfato 82%, magnesio fosfato 15%, carbonato de calcio 2%, fluoruro de calcio 0.25%) y aproximadamente 45% el material del colágenos orgánicos con cantidades pequeñas de lípidos (29).

La semilla de tagua químicamente es pura celulosa (26). Sin embargo, se han realizados estudios de la misma en el Laboratorio "AVVE" S. A., cuyos resultados son expuestos en la Tabla 9. Este laboratorio consideró al producto como alimento para balanceado, para poder realizarlo bajo alguna referencia, ya que el mismo como tal no figura en ningún grupo específico. Se adjunta en el Apéndice B los resultados de este análisis.

TABLA 9

Análisis Químico de la Tagua		
Parámetros	Unidad	Resultados
Humedad a 100°C	g %	8,9
Cenizas	g %	1,39
Grasa	g %	0,83
Proteínas (N x 5,7)	g %	3,51
Carbohidratos por diferencia	g %	85,37
Energía	Kcal/100 g	326,06
Fibra	g %	17,93

2.5 Descripción General de la Fibra Natural de Cabuya.

Fibra del sisal es una fibra fuerte extraída de las hojas de la planta de sisal (*Agava sisalana*). Es una de las cuatro fibras naturales ampliamente usadas y casi cuenta con la mitad la producción total para fibras de textil. Esto se debe a la facilidad de cultivo de plantas del sisal y de su tiempo corto de cultivo (78).

Proceso de extracción

Los métodos de proceso para extraer fibras del sisal han sido reportados por *Chand et al.* (24) y *Mukherjee y Satynarayana* (78).

Los métodos incluyen:

- a) Retting seguido del desecho.
- b) Medios Mecánicos que usan decorticadores.

Se muestra que el proceso mecánico rinde aproximadamente 2-4% fibra con buena calidad teniendo color lustroso mientras los procesos de retting rinden una cantidad grande de fibras de baja calidad.

Después del extracto, las fibras se lavan completamente en agua limpia suficiente para quitar el sobrante como clorofila, jugos de la hoja, y los sólidos adhesivos (108).

2.5.1 Propiedades Físicas

Las fibras de sisal tienen componentes cristalinos y no-cristalino cuando están sujetos a tensión se espera que sufra deformación (63). El esfuerzo aplicado es inicialmente compartido entre el componente cristalino y no-cristalino en compuestos fibrosos y hasta el punto de la fibra que resiste esta deformación, en esta región de bajo esfuerzo se llama módulo inicial de la fibra. La estructura y propiedades de fibras naturales dependen de su fuente, edad, etc.

Fue reportado, que las propiedades de tensión de fibra de sisal no son uniformes a lo largo de su longitud. La raíz o la parte más baja tienen esfuerzo de tensión y módulo bajos, pero alto esfuerzo a la fractura. La fibra se pone más fuerte y más rígida en el medio y en la punta tiene propiedades moderadas. *Mukherjee y Satyanarayana* (78) han estudiado los efectos de diámetro de fibra, prueba de la longitud, y

prueba de velocidad en el esfuerzo de tensión, módulo inicial, y porcentaje de elongación para ruptura de las fibras de sisal, concluyendo que ninguna variación significativa de propiedades mecánicas con cambio en diámetro se observa. Sin embargo, el esfuerzo de tensión y porcentaje de elongación a la ruptura disminuye mientras el módulo de Young aumenta con la longitud de la fibra. Con la prueba de velocidad creciente, el módulo de Young y el esfuerzo de tensión aumentan pero la deformación lineal no muestra ninguna variación significativa. En la tabla 6 se presentan valores característicos del sisal. El esfuerzo de tensión, módulo, y dureza de la fibra de sisal disminuye con aumento de temperatura.

2.5.2 Propiedades Químicas.

La fibra de sisal está compuesta de celuloso, lignina, hemicelulosa, ceras, y ceniza a través de peso, cuyos porcentajes varían como se puede ver en la Tabla 7.

Químicamente, puede considerarse por consiguiente que la fibra de sisal está compuesta de cadenas de celulosas y

hemicelulosas íntimamente asociadas con lignina. La longitud de fibra del sisal está entre 1 a 1.5m y el diámetro tiene casi 100-300 μm (9). La fibra realmente es un bulto de fibras subalterno. Las paredes de sus células se refuerzan con celulosa orientada espiralmente en una matriz hemicelulosa y lignina. Así, la pared de la célula es una estructura compuesta de materiales del lignocelulósico reforzada por ataduras helicoidales microfibrilar de celulosa. La composición de la superficie externa de la pared de la célula es una capa de material de lignaceous y sustancias cerosas que unen la célula a sus vecinos adyacentes. De esta superficie no se forman enlaces fuertes con una matriz del polímero. También, la celulosa es un polímero del glucan hidrófilo que consiste en cadenas lineales de 1,4 unidades de enlaces de anhidroglucosa garantizadas y estas cantidades grandes de grupos de hidroxil dan propiedades hidrófilas a la fibra de sisal (69). Esto lleva a una interfase muy pobre entre fibra de sisal y la matriz hidrófoba y resistencia de absorción de humedad muy pobre (108).

2.6 Revisión de compuestos de polímeros y fibras naturales

El tema de fibras naturales ya ha sido abarcado de manera general en la Sección 2.3, por consiguiente, así también se hará un enfoque general de los polímeros.

Los polímeros se producen por la unión de cientos de miles de moléculas pequeñas denominadas monómeros que forman enormes cadenas de las formas más diversas. Algunas parecen fideos, otras

tienen ramificaciones, algunas más se asemejan a las escaleras de mano y otras son como redes tridimensionales (86), es decir:

Polímeros: son macromoléculas generadas a través de una secuencia repetitiva de unidades denominadas monómeros (91).

Monómeros: molécula con una mínima finalidad que reacciona para formar una estructura denominada polímero (91).

Lo que distingue a los polímeros de los materiales constituidos por moléculas de tamaño normal son sus propiedades mecánicas. En general, los polímeros tienen una excelente resistencia mecánica

debido a que las grandes cadenas poliméricas se atraen. Las fuerzas de atracción intermoleculares dependen de la composición química del polímero y pueden ser de varias clases. (86)

Clasificación general

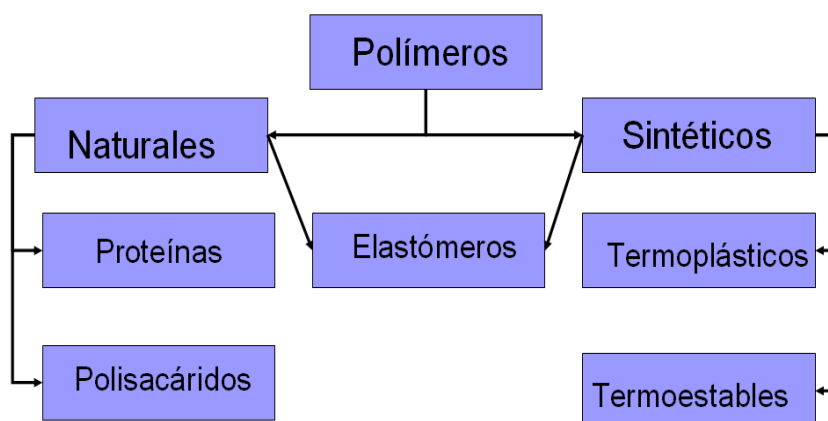


FIGURA 2.10: Clasificación de los Polímeros (91)

2.6.1 Características de las fibras para uso en compuestos

La influencia de humedad en el proceso de compuestos reforzados con fibra natural

El Secado de fibras antes de procesar es importante, porque el agua en la superficie de la fibra actúa como agente de separación en la interfase de la fibra-matriz. Adicionalmente, debido a la evaporación de agua durante el proceso de la

reacción, los vacíos aparecen en la matriz. Ambos fenómenos llevan a una disminución de propiedades mecánicas de compuestos reforzados con fibras naturales (10).

Estabilidad Térmica de las Fibras Naturales

Las fibras naturales son mezclas complejas de materiales orgánicos y como resultado, el tratamiento térmico lleva a una variedad de cambios físicos y químicos. La estabilidad térmica de fibras naturales puede estudiarse por análisis termogravimétricos (TGA). La degradación térmica de las fibras naturales es un proceso de dos fases, uno en el rango de temperatura, 220-280°C (degradación de hemicelulosa) y otro en el rango 280-300°C (degradación de lignina), que permite pobres propiedades organolépticas como olor y color y también el deterioro de sus propiedades mecánicas (27).

Biodegradación y Fotodegradación de Fibras Naturales

Las Fibras naturales (lignocelulósica) son degradadas por organismos biológicos desde que ellos pueden reconocer los polímeros del hidrato de carbono en la pared de la célula. Los lignocelulósicos expuestos al aire libre sufren una degradación fotoquímica causada por la luz ultravioleta. La resistencia a la biodegradación y radiación ultra violeta puede

ser mejorada uniendo químicos a la pared de la célula del polímeros ó agregando polímero a la matriz de la célula (27).

A continuación se muestra como los componentes lignocelulósicos interactúan de diferentes maneras (94):

- Degradación Biológica: Hemicelulosa >>> Accesible Celulosa cristalina > Celulosa no cristalina >>>> Lignina.
- Absorción de humedad: Hemicelulosa >> Celulosa Accesible >> Celulosa no cristalina > Lignina >>> Celulosa cristalina.
- Degradación ultravioleta: Lignina >>>>> Hemicelulosa > Celulosa accesible > Celulosa no cristalina >>> Celulosa cristalina.
- Degradación térmica: Hemicelulosa > Celulosa >>>>> Lignina.
- Esfuerzos: Celulosa cristalina >> Celulosa no cristalina + Hemicelulosa + Lignina > Lignina.

Las biofibras cambian sus dimensiones con el contenido de humedad variante porque los polímeros de la pared de la célula contienen hidroxilo y otros grupos que contiene oxígeno

los cuales atraen humedad a través de enlaces de hidrógeno (93). Las lignocelulósicas se encogen cuando pierden humedad.

En la Tabla 10 (27), se presenta un resumen de numerosos estudios realizados con fibras naturales y las diferentes matrices poliméricas correspondientes.

TABLA 10

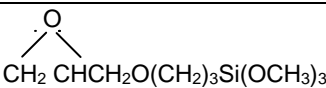
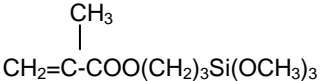
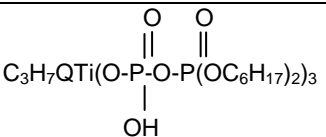
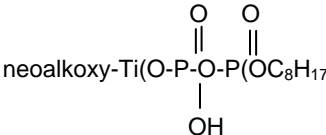
Reporte de trabajos sobre Compuestos con Fibras Naturales (27)		
Fibra	Matriz Polimérica	Referencia
Fibra/harina de madera	PE	(6,7)
	PP	(70,82)
	PVC	(59,66)
	PS	(101,106)
	POLYURETANO	(90)
Yute	PP	(38,55)
	SBR, rubber nitrile	(8,80)
	Epóxico	(64,76)
	Poliéster	(77,112)
	Fenol-formaldehyde	(43)
Sisal	PE	(53,54)
	Natural rubber	(65,125)
	Poliéster epóxico	(10,52,107)
Abacá	Epóxico	(114)
Piña	PE, poliéster	(4,41,42)
Sunhemp	Poliéster, PP	(100)
Aciete de palma	Caucho	(21)
Kenaf	PE,PP	(25,99)
Coco	Caucho natural	(40)

Banana	Poliéster	(113,130)
Lino	PP	(46,74)
Wheat straw	PP	(74)
Bambú	Epóxico	(50)

2.6.2 Interfase Polímero/fibra

La incorporación de fibras naturales hidrófilas en los polímeros, permiten a los sistemas heterogéneos cuyas propiedades son inferiores, a la falta de adherencia entre las fibras y la matriz. Por eso, es importante el tratamiento de fibras para mejorar la adherencia, siendo este un paso crítico en el desarrollo de tales compuestos. El tratamiento de las fibras puede ser el blanqueo, uniendo de monómeros, acetilización, y así sucesivamente, como se analizará más adelante. Además, del tratamiento de la superficie de las fibras, uso de compatibilizadores o agentes de acoplamiento para transferir los esfuerzos eficazmente por la interfase pueden ser explorados. Los compatibilizadores pueden ser polímeros con grupos funcionales unidos hacia la cadena del polímero. Los agentes de acoplamiento son compuestos tetrafuncionales organometálicos, basado en silicón, titanio, y circonio, normalmente conocido como silane, zircoaniuros, o

titaniuros agentes acoplantes. La tabla 11, presenta las estructuras, grupos funcionales, y aplicaciones de algunos agentes acoplantes a nivel comercial.

TABLA 11: Representantes de Agentes de Acoplamiento (49)			
No.	Grupo Funcional	Estructura Química	Polímeros aplicables
1	Vinyl	$\text{CH}_2=\text{CHSiCl}_3$ $\text{CH}_2=\text{CHSi}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$	Elastomers, polyethylene, silicone elastomern, UP, PE, PP, EPR
2	Chloropropyl	$\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	EP
3	Epoxy	 $\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	Elastomern, especially butyl elastomers, poxy, phenolic and melamine, PC, PVC, UR
4	Melhacryl	 $\text{CH}_2=\text{C}-\text{COO}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	Unsaturated polyestern, PE, PP, EPM
5	Amine	$\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ $\text{HN}(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	Unsaturated polyestern, PA, PC, PUR, MF,PF, PI
6	Calionic slyryl	$\text{CH}_2\text{CHC}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{H}+\text{H}_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3\text{Cl}$	Allpolymern
7	Phenyl	$\text{C}_6\text{H}_5\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	PS, addition to amine silane
8	Mercapto	$\text{HS}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ $\text{HS}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	EP, PUR, SBR, EPDM
9	Phosphale (tilanate)	 $\text{C}_3\text{H}_7\text{QTi}(\text{O}-\text{P}-\text{O}-\text{P}(\text{OC}_6\text{H}_{17})_2)_3$	Polyolefins, ABS, phenolics, polyeslern, PVC, polyurethane, styrenics
10	Neoalkoxy (zirconate)	 $\text{neoalkoxy-Ti}(\text{O}-\text{P}-\text{O}-\text{P}(\text{OC}_8\text{H}_{17})_2)_3$	Polyolefins, ABS, phenolics, polyeslern, PVC, polyurethane, styrenics

Los diferentes métodos existentes para la modificación de la superficie de las fibras naturales que pueden usarse son físicos y químicos, para perfeccionar esta interfase (17).

Métodos físicos

Reforzando fibras pueden modificarse por los métodos físicos y químicos. Los métodos físicos, como estirar (128), calandring (102,103), tratamiento térmicos (89), y la producción de estambres híbridos (104,124) no cambian la composición química de las fibras. Los tratamientos físicos cambian estructuras y propiedades de la superficie de la fibra y por eso influye en las vinculaciones mecánicas a los polímeros.

La descarga eléctrica (la corona, el plasma frío) es otra manera de tratamiento físico. El tratamiento de la corona es una de las técnicas más interesantes para la activación de oxidación de superficie. Este proceso cambia la energía de la superficie de las fibras celulósicas (5) y en caso de la activación de superficie de madera la cantidad de grupos de aldehído aumenta (98).

Los mismos efectos se alcanzan por el tratamiento del plasma frío. Dependiendo del tipo y naturaleza de los gases usados, una variedad de modificación de la superficie podría lograrse. Podrían introducirse los crosslinkings de la superficie, la energía de la superficie podría aumentarse o podría disminuirse, los reactivos de radicales libres (5) y grupos (122) podría producirse.

Los métodos de la descarga eléctricos son conocidos (44) por ser muy eficaces para los substratos del polímero “no activos” como el poliestireno, polietileno, el polipropileno, etc. Ellos se usan con éxito para la modificación de la celuloso de fibras, para disminuir la viscosidad de la fusión de compuestos del celuloso-polietileno (28) y mejora las propiedades mecánicas de los compuestos celuloso-polipropileno (5).

Un método viejo de modificación de fibra celulosa es la mercerización (61, 81, 97, 116, 128), se ha usado ampliamente en los textiles de algodón. Mercerización es un tratamiento alcalino de fibra celuloso, depende del tipo y concentración de la solución alcalina, su temperatura, tiempo de tratamiento, la tensión del material así como los aditivos

(81,97). Hay una tendencia a usar la mercerización también en las fibras naturales en la actualidad.

Las condiciones óptimas de mercerización aseguran la mejora de las propiedades de tensión (81,61, 180) y, características de absorción (81, 61,116), importantes en el proceso.

Métodos Químicos

Las fibras celulósicas fuertemente polarizadas (123) son inherentemente incompatibles con los polímeros hidrófobos (5, 32, 40, 71). Cuando dos materiales son incompatibles, es a menudo posible provocar la compatibilidad introduciendo un tercer material que tiene las propiedades intermedias entre ambos. Hay varios mecanismos (75) de acoplamiento en los materiales:

- Las capas de límites débiles - acoplado a agentes eliminan las capas del límite débiles,
- Las capas Deformables - acoplado a agentes producen un tough, la capa flexible,
- Las capas refrenadas - acoplado a agentes desarrollan favorablemente la región de interfase de crosslinked, con

un intermedio del módulo entre el de substrato y del polímero,

- Humedad (Wettability) - acoplado a agentes mejoran la humedad entre el polímero y substrato (el factor de tensión de superficie crítico),
- Enlace químico - acoplado a agentes forma enlaces covalentes con ambos materiales, y
- Efecto del ácido-base - acoplado a agentes alteran acidez superficial del substrato.

El desarrollo de una teoría definitiva para el mecanismo de unir agentes de enlaces en los compuestos es un problema complejo. La principal teoría de enlace químico sola, no es suficiente. Así que la consideración de otros conceptos parece ser necesaria, que incluye la morfología de interfase, las reacciones del ácido-base en la interfase, energía de la superficie y los fenómenos de humedad.

Cambio de tensión de la superficie

Se relaciona la energía de la superficie de fibras estrechamente al hidrófilo de la fibra (123). Algunas investigaciones se preocupan por los métodos para disminuir

el hidrófilo. La modificación de fibras madera-celulosas con el ácido esteárico (88), mejora su dispersión en el polipropileno. Como puede observarse en el yute reforzó los compuestos de resina de poliéster no saturado, el tratamiento con el polivinilacetato aumenta las propiedades mecánicas (102) y rechaza la humedad.

Silane, como agente acoplante puede contribuir las propiedades hidrófilas a la interfaz. Sobre todo cuando se usan silanes de aminofuncional, como epóxicos y silanes del uretanos, como los primers para los polímeros reactivo. El primer puede proporcionar mucho más funcionalidad de amino que posiblemente puede reaccionar con la resina en la interfase. Esos aminos que no podrían reaccionar, son hidrófilos y por consiguiente responsable para la resistencia de agua pobre de enlaces. Una manera eficaz de usar el silane hidrófilo es mezclarlos con el silane hidrófobo como el feniltrimetoxysilano. Los mezcladores de primer del siloxano también tienen una estabilidad termal mejorada que es típico para silicones aromáticos (75).

Impregnación de fibras

Para este propósito soluciones (32,57) ó dispersiones (39) de polímeros de viscosidad baja son usadas. Para varios polímeros interesantes, la falta de solventes limita el uso del método de impregnación. Cuando las fibras celulósicas son impregnadas con una dispersión de butilbenzil plastificado de polivinilcloruro (PVC), pueden lograrse las particiones excelentes en el poliestireno (PS). Esto baja la viscosidad del compuesto significativamente, de los plásticos y resultados en la acción del co-solvente para PS y PVC (39).

Químicos acoplantes

El método de modificación química importante es de químicos acoplantes, el cual permite la adhesión interfacial. La superficie de la fibra es tratada con un compuesto, el cual forma un puente de enlace químico entre la fibra y la matriz.

En la tabla 12 se muestra la Influencia de los agentes acoplantes en las propiedades mecánicas de plásticos reforzados con fibras naturales (36).

TABLA 12

Influencia de los agentes acoplantes en las propiedades mecánicas de plásticos reforzados con fibras naturales (36)					
Fibra/Matriz	Agente acoplante	Incremento en % de las propiedades:			
		Esfuerzo de Tensión	Módulo de Young	Esfuerzo de compresión	Energía de Impacto
Termoestables					
Yute/PE	Ácido acrílico	Constante	-	-	100
Yute/UP y PE	Polyesteramid Polyol	10	10	-	-
Sisal/PE	Silane	25	-	30	-
Celulosa/UP	Dimethanolmelamine	Constante	-	-	100
Termoplásticos					
Celulosa/PS	Isocianuro	30	Constante	-	50
Celulosa/PP	Ácido stearinic	30	15	-	50
	Maleinanhidride-PP-copolímero	100	Constante	-	-
Lino/PP	Silane	Constante	50	-	-
	Maleinanhidride	50	100	-	-

Unión por Copolimerización

Esta reacción comienza por los radicales libres de molécula de celulosa. La celulosa se trata con una solución acuosa con los iones seleccionados y se expone a una radiación de energía alta. Entonces la molécula de celulosa se agrieta y se forman los radicales. Esta reacción comienza por los radicales libres de molécula de celulosa. La celulosa se trata con una solución acuosa con los iones seleccionados y se expone a una radiación de energía alta. Esta reacción comienza por los radicales libres de molécula de celulosa.

El co-polímero resultante posee característica de propiedades de ambos, celulosa fibrosa y polímero unido (10).

Tratamiento con compuestos que contienen grupo de metanol.

El tratamiento de celulosa con el compuesto de metanolmelamina antes de formar los compuestos de la celulosa no saturada de los poliésteres, disminuye el porcentaje de humedad, y aumenta la fuerza de humedad de plástico reforzado (47,48).

Tratamiento con Isocianuro

Polymethylene-polyphenyl-isocyanate (PMPPIC) en estado puro o solución puede usarse en plastificantes. PMPPIC se une químicamente a la matriz celulosa a través de fuertes enlaces covalentes. PMPPIC y PS contienen el benceno cerca, y sus π electrones deslocalizados proporcionan interacciones fuertes, para que haya una adherencia entre PMPPIC y PS (71), reforzando así sus propiedades mecánicas:

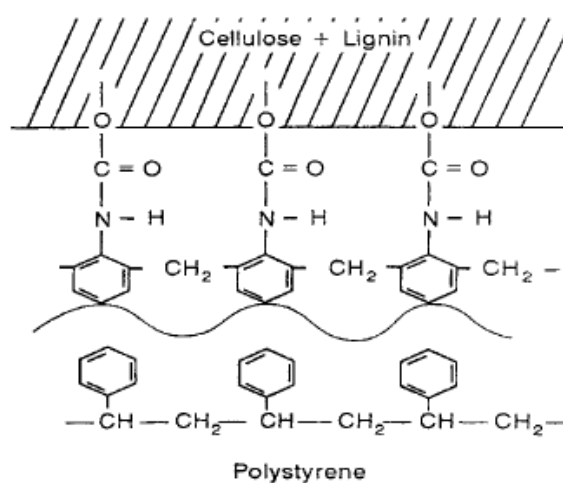


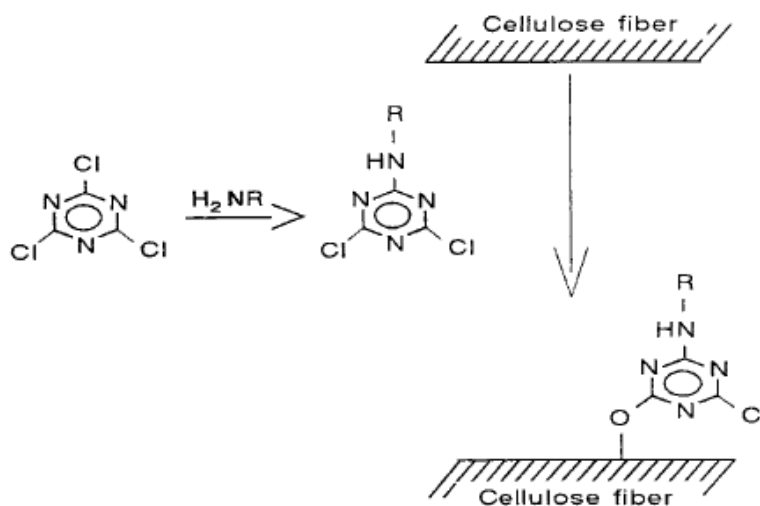
FIGURA 2.11: Estructura de fibra tratada con PMPPIC (71)

Comparando ambos métodos, tratamiento con silanes o con isocianuro, el tratamiento con isocianuro resulta ser más

eficaz que con silane. Se obtienen resultados iguales, cuando PMPPIC se usa para la modificación de las fibras o matriz del polímero (71).

Agentes acoplantes de Triazianuro.

Los derivados de Triazianuro forman enlaces covalentes esquemáticamente con fibras celulosas:



**FIGURA 2.12. Estructura con tratamiento con Triazianuro
(126,127)**

La reducción de la absorción de humedad de celuloso-fibras y sus compuestos, tratada con derivado de triazianuro se explica por (126,127):

- Reducir el número de grupos de celulosa de hidroxilo, los cuales están disponible para la humedad seleccionada,
- Reducir el hidrofilito de la superficie de la fibra,
- El refrenamiento del hinchazón de la fibra, creando una red debido a enlaces covalentes, entre la matriz y fibra.

Agentes acoplantes con Organosilanos.

Organosilanos son el grupo principal de agentes de acoplamiento para polímeros reforzados con plástico-fibra. Ellos se han desarrollado para acoplar virtualmente cualquier polímero a los minerales, los cuales se usan en compuestos reforzados (75,79). Análogo a plástico-fibra, se usan silanos como agentes acoplantes para los compuestos de natural-fibra-polímero.

Acetilenización de fibras naturales

Significa la introducción del grupo de acetileno en combinaciones orgánicas que contienen grupos de OH, SN, ó NH/2. Normalmente las combinaciones para la acetilenización con ácido acético o acetilcloruro están acaloradas en la presencia de un solvente, por ejemplo bencol o el ácido acético. En algunos casos, la acetilenización es acelerada

usando catalizadores. Sin un buen catalizador o cosolvente, uno alcanza normalmente solo los grupos accesibles del hidroxilo.

Acetilenización, con sólo ácido acético, probablemente no alcanza otro grupo tan fácilmente accesible como los de hidroxilo.

La Tabla 13 muestra la humedad de equilibrio de absorción al 65% de humedad relativa y 27° C de diferencia acetileno de las fibras naturales. Uno reconoce que, en todas las fibras, la humedad de equilibrio disminuye con el incremento de contenido de acetileno que demuestra la efectividad del proceso.

TABLA 13

Humedad de equilibrio en 65% humedad relativa y 27°C en dependencia del contenido de acetileno después de la acetilización. ECM: Contenido de humedad de equilibrio (33)			
Material	Reacción adicionando peso (wt. %)	Contenido de acetyl (wt. %)	ECM (wt. %)
Pino	0,0	1,1	12,0
	6,0	7,0	9,2
	14,8	15,1	6,0
	21,1	20,1	4,3
Raspen	0,0	3,9	11,1
	7,3	10,1	7,8
	14,2	16,9	5,9
	17,9	19,1	4,8
Bambú	0,0	3,2	8,9
	10,8	13,1	5,3
	14,1	16,6	4,4
	17,0	10,3	3,7
Yute	0,0	3,0	9,9
	15,6	16,5	4,8



FIGURA 2.13: SEM de fibra de aceite de palma tratada con acetileno (x200) (109).

En la figura 2.13 se puede apreciar el resultado del tratamiento de la fibra de aceite de palma al ser tratada con acetileno.

Tratamiento de álcali de fibras naturales

La definición normal de mercerización propuesta por ASTM D 1965 es: el proceso de exponer una fibra vegetal a una interacción con una solución acuosa justamente concentrada de una base fuerte, produce gran hinchazón, lo cual resulta un cambio en la estructura fina, dimensión, morfología y propiedades mecánicas (1).

El aumento en el porcentaje de índice de cristalinidad de fibras tratadas con alkali ocurre debido al levantamiento en los

materiales, consolidando que llevan a un mejor empaquetamiento de cadenas de celulosas (121).

Adicionalmente, el tratamiento con NaOH lleva a una disminución en el ángulo espiral, es decir más cerca al eje de fibra, y aumenta en orientación molecular. Una cantidad justa de aleatoriedad se introduce en la orientación de los cristales debido al levantamiento de materia no-celulósica (110). El módulo elástico de fibras, por ejemplo, se espera que aumente con grado creciente de orientación molecular. Las fibras celulósicas bien orientadas como lino tienen módulo de Young mayor que el de fibras con orientación elemental, como el algodón. Además de la modificación de orientación y la consolidación de puntos débiles, otros factores importantes con respecto a las propiedades mecánicas podrían ser la longitud de cristalinidad y grado de cristalinidad así como la remoción de fragmentos de celulosa a un grado muy bajo de polimerización (10).

Pruebas hechas por *Chaud* et al. (22) en fibras de sisal muestran cambios de distintos índices logrados por un proceso de alcalinización en un 8 % la solución de NaOH. Un

aumento de 25% en esfuerzo de tensión se alcanzó en fibras de cuero y de 100% en las fibras de sisal, depende del tiempo de remojo respectivo, que se puede ver en la figura 2.14.

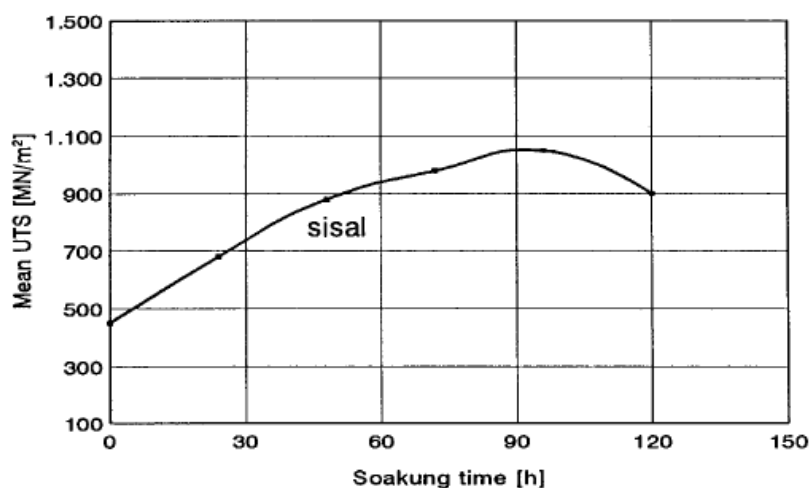


FIGURA 2.14: Efecto de tiempo de remojo sobre el esfuerzo último de tensión (UTS) de fibra de sisal, las fibras fueron remojadas en 5% de solución acuosa de NaOH (speed 0.02 m/min) (87).

Adicional al aumento de las propiedades mecánicas a través de la alcalinización (37,87), un aumento de calidad del compuesto que se esperaba de las láminas, era la mejora en la adhesión de la fibra-matriz.

Una tensión de desenlace principalmente similar era registrado con compuestos de fibra de coco y poliéster (59).

En la figura 2.15, se puede apreciar el resultado de cambio en la superficie de la fibra tratada por mercerización.

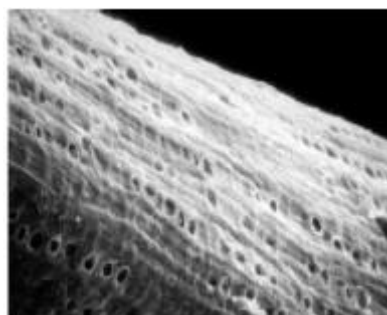


FIGURA 2.15: SEM de fibra de aceite de palma tratada con mercerización (x400) (109).

2.6.3 Propiedades generales de los compuestos de polímeros y fibras naturales

Los materiales compuestos pueden ser definidos como materiales compuestos de dos o más componentes y consiste de dos o más fases. Estos materiales deben ser por lo menos heterogéneos en una escala microscópica. Los materiales compuestos pueden ser divididos en tres clases generales: 1, partícula-relleno que consisten en una fase continua, la matriz y una fase dispersa, el relleno; 2, fibra-relleno; 3, esqueleto o interpenetración en red que consisten en dos fases continuas.

Hay muchas razones para usar materiales compuestos en lugar de los polímeros homogéneos más simples. Algunas de estas razones son:

- Aumento de rigidez, esfuerzo, y la estabilidad dimensional
- Aumento dureza o fuerza de impacto
- Aumento temperatura de distorsión de calor
- Aumento humedeciendo mecánico
- Reducción de permeabilidad para los gases y líquidos
- Modifica propiedades eléctricas
- Reducción de costo.

No todos estos rasgos deseables se encuentran en un solo compuesto. Las ventajas que los materiales compuestos deben ser equilibradas contra sus propiedades indeseables que incluyen conducta reológica compleja y técnicas de fabricación difíciles, reduciendo algunas propiedades físicas y mecánicas. Las propiedades de materiales compuestos son determinadas por las propiedades de los componentes, la forma de la fase del relleno, la morfología del sistema, y la naturaleza de la interfase entre las fases (67).

Propiedades mecánicas de Compuestos de Fibras Naturales

Las propiedades de compuestos reforzados con fibras naturales dependen de varios parámetros como el porcentaje de contenido de las fibras, proporción de aspecto de fibra, adherencia de la fibra-matriz, transferencia de tensión a la interfase, y orientación. La mayoría de los estudios en compuestos de fibra naturales involucran estudios de propiedades mecánicas, como una función del contenido de fibra, efecto de varios tratamientos de fibras, y el uso de agentes acoplantes externos. Otros aspectos incluyen la predicción de módulo y esfuerzos que usan modelos bien establecidos para los sistemas de dos fases y comparación con datos experimentales. La matriz y propiedades de fibra son importantes para mejorar propiedades mecánicas de los compuestos.

El esfuerzo de tensión es más sensible a las propiedades de la matriz, considerando que el módulo es dependiente de las propiedades de fibra. Mejorar este esfuerzo, requiere la orientación de fibra considerando su concentración, su

humedad en la fase de la matriz, y el alto porcentaje de fibra que determina el módulo de tensión.

En compuestos reforzados con fibras cortas, existe una longitud crítica de la fibra necesario desarrollar para su total condición en la matriz del polímero, y analizar la fractura. Longitudes de fibras más cortas ó mayores podrían dar resultados aparentes llevando al fracaso debido a desenlaces en la interfase a carga más baja, ó resultaría esfuerzos más altos de los reales.

En la fuerza de impacto, es necesario un enlace óptimo, entre el grado de adherencia, y un mecanismo para absorber energía, parámetros que pueden influir en esta tipo de fuerza de un compuesto con fibras cortas. Las propiedades varían principalmente en composición según las mezclas y aumento lineal con la composición. Sin embargo, se ha observado que esta dependencia lineal en el porcentaje de volumen de fibra no se mantiene en altos porcentajes (>80%), probablemente debido a la falta de humedad de la superficie de fibra por el polímero (27).

CAPÍTULO 3

3. PARTE EXPERIMENTAL

3.1 Descripción de Materiales y reactivos.

Materiales:

A continuación se describirá los materiales empleados en las diferentes pruebas que se han realizado:

Fibra de Cabuya. Producto que fue comprado en la Provincia de Imbabura, ciudad de Ibarra, trámite realizado con la ayuda del Ing. Andrés Simbaña, (2 kilos).

Fibra de Tagua. Producto que fue comprado en la Provincia de Manabí, ciudad de Manabí, (5 kilos).

Pinturas:

Muestra de pinturas, donación de PINTURAS UNIDAS, color blanco. (10 galones).

Muestra de pinturas, donación de FANAPISA, color blanco. (10 galones).

Reactivos:

A continuación, se detallan los reactivos empleados para la realización de las diferentes pruebas:

TABLA 14

Reactivos empleados en las diferentes pruebas

Reactivo	Proveedor
Agua Destilada	Laboratorio de Materiales de FIMCP
Hidróxido de Sodio	Merck

Hipoclorito de Sodio	Merck
Carbonato de Sodio	Merck
VINYLTRIMETHOXYSILANE	Degusta (APÉNDICEC)
Alcohol Industrial	Merck
Medium Abrasive Scrub	ASTM D-2486(Preparado en Laboratorio de PINTUCO.
Detergente	INEN 849

3.2 Equipos y accesorios necesarios.

Para el desarrollo de las diferentes fases de este estudio, se hizo el empleo de los equipos mencionados a continuación, cuyos usos son especificados en cada una de las pruebas.

Equipos:

Los cuales son detallados en la Tabla 15.

Accesorios:

Se requirieron de diferentes accesorios, entre ellos tenemos:

Láminas de yeso, 29*27 mm

Láminas de madera, playwood, 150*450*6 mm

Láminas de vidrio templado, 29*27*5 mm. Las cuales fueron prestadas gentilmente por el laboratorio de Materiales de la Facultad.

LENETA P121-10N, de tamaño 6. ½ * 17 in. (165*432 mm)

Vidrio de reloj, de 7 mm de diámetro

Pipeta, Gardco, 2 ml

Papel aluminio, Fisherbrand, Aluminum weighing dish w/handel.

Esponja, de 9x5x4 mm.

Cepillo de Nylon con base de aluminio.

Brocha.

TABLA 15: Equipos empleados para las pruebas

Equipo	Marca	Modelo	Prestado gentilmente por:
Agitador			Laboratorio Pintec
Agitador de tamices	RODTAP		Laboratorio de Cerámica de FIMCP
Aplicador	GARDCO	8 Path wet film	Laboratorio de Materiales de FIMCP
Aplicador	GARDCO	3 y 6 Path wet film	Laboratorio Pintec
Balanza analítica	Mettler TOLEDO	PB4022-S/FACT	Laboratorio Pintec
Balanza analítica	SARTORIUS	BL210S	Proyecto VLIR/Componente 6
Equipo de Abrasión y Lavado	Gardner Straight Jine		Laboratorio Pintec
Esmeril	TORKO BENCH GRINDER		
Higrómetro y Termómetro digital			
Hornilla eléctrica	RIVAL		Laboratorio de Materiales de FIMCP
Horno	Precision Scientific, C.O.	SEM	Laboratorio de Materiales de FIMCP
Incubadora	Mermert		Laboratorio Pintec
Medidor de pH	FISHER SCIENTIFIC		Laboratorio Pintec
Molino de tambor giratorio	SIEMENS	Con bolas de alúminas	Laboratorio de Cerámica de FIMCP
Pichómetro	GARDCO		Laboratorio Pintec
Taladro	POWER PRO RAFT		
Tamices	FISHER SCIENTIFIC	# 10,60,100,200,325	Laboratorio de Cerámica de FIMCP
Termocupla	Cooper	HT 1000	Laboratorio Pintec
Viscosímetro	Brookfield KU	KU-1	Laboratorio Pintec

Papel damero. FORM 9B-OPACITY-DISPLAY, donado generosamente por el Laboratorio de Pintec.

Vasos precipitados de 50, 250, 1000 y 2000 ml, prestados gentilmente por el Laboratorio de Materiales de la Facultad, y el Laboratorio de Pintec.

Proceso de preparación de las Fibras de Tagua y Cabuya.

Fibra de Tagua:

Este proceso tiene como finalidad cambiar el aspecto de la semilla de tagua, a uno más fácil de manipular y trabajar, es decir polvo.

La importancia de la semilla de la tagua en el campo de las artesanías es muy desarrollado y conocido como hemos indicado en la Sección 2.4, referencia que tomamos para conseguir un proceso eficiente, y con ello, optimizar el material recuperado de la semilla, al llevarla a polvo.

Para realizar la preparación de esta fibra se debe:

Extraer las primeras capas de las semillas (epicarpio) con ayuda de espátulas y dando golpes entre ellas mutuamente.

Esmerilar la siguiente capa de la semilla (mesocarpio), para poder trabajar con la parte blanca de la misma (tegumento).

Secar las semillas, exponiéndolas a la intemperie de uno a dos días, según lo requiera.

Medir el peso de la semilla o semillas a trabajar, en la balanza analítica SARTORIUS.

Realizar una perforación en el centro de la semilla con ayuda de un taladro y colocarle en el centro una varilla de acero, para facilidad de manipuleo.

Esmerilar la parte blanca de la semilla (tegumento) con mucho cuidado de que no se quemé la tagua. Proceso que debe ser dinámico, para obtener las virutas de color blanquinoso, o crema en algunos casos. Pero, es necesario tratar de cerrar la zona de esmerilado de la semilla, para que se pierda la menor cantidad posible de este polvo.

Medir el peso del polvo, tratando de recoger la mayor cantidad de polvo posible, y del sobrante no contaminado.

Realizar el proceso de molienda del material en seco, teniendo en cuenta que se requiere para el material un bajo contenido de humedad, pero para ello es necesario conocer las características del molino y poder realizar el cálculo respectivo de volumen de carga.

El trabajo de molienda se lo operó a 45 rpm, durante 2 horas, y condiciones ambientales, con una masa inicial de 250 gramos.

El volumen de carga de un molino de tambor giratorio es el porcentaje del volumen interior del molino que está ocupado por los medios de molienda e incluye los espacios huecos que existen entre los medios (56). Este valor puede obtenerse en forma aproximada a la relación (19):

$$\text{Volumen de Carga } (\%) = 113 - 126 \frac{H_c}{D_M} \quad (\text{Ec. 3.1})$$

Donde:

H_c = Distancia interior de la parte superior del molino a la parte superior de la carga estacionaria.

D_M = Diámetro del molino por el interior del blindaje.

Los molinos de bola del tipo de derrame, que es nuestro caso, están restringidos a menos del 45% de carga para evitar que se descarguen las bolas. La medida del diámetro del molino del interior del blindaje D_M , es de 17,9 cm, y con estos datos reemplazamos en

la ecuación 3.1, despejando como incógnita H_c , el cual va a dar un valor de 9.6 cm. El mismo cálculo se realiza para un volumen de carga al 11%, teniendo como H_c , 14.45 cm.

La selección del tamaño de las bolas depende de cuan fino se desee obtener el tamaño de grano, y mientras más grandes se tendrán tamaños grandes de grano, mientras más pequeñas, más pequeño el tamaño de grano a conseguir, siendo en nuestro caso la opción tentativa, la segunda, ya que requerimos del menor tamaño posible para la aplicación realizada en este estudio. El tamaño de diámetro de las bolas va desde aproximadamente 1,5 cm a 4 cm, siendo empleadas en su mayoría bolas de tamaño de diámetro entre 1,5 y 2,5, y las restantes fueron de tamaño de diámetro entre 2,6 y 4 cm.

Hay que recalcar que se hicieron diferentes cambios en el contenido de las bolas para buscar la máxima eficiencia del método de molienda, por ello hay dos volúmenes de carga.

Medir el peso del polvo de la semilla de tagua, después de realizar la molienda.

Realizar el proceso de tamizado del polvo molido, tomando como referencia la Norma ASTM C-92-95 (Apéndice D), la cual se encuentra en la sección de Apéndices, de la siguiente manera:

Pesar 250 gr. de este polvo en la balanza analítica SARTORIUS.

Pesar cada uno de los tamices a emplear y el envase de fondo.

Armar el tamizador con los tamices # 10, 60, 100, 200, 325, sin olvidarnos del fondo.

Colocar los 250 gr. en el primer tamiz y éste se coloca en el tamizador.

Encender la máquina por diez minutos.

Pesar cada porción de polvo en los tamices y anotar sus valores respectivamente.

Este procedimiento se lo hizo a condiciones ambientales.

Guardar las muestras preparadas en un lugar fresco, preferentemente en fundas o recipientes de plásticos.



FIGURA 3.1. Proceso de Preparación de la semilla de Tagua.

Fibra de Cabuya:

En la fibra de Cabuya no se requirió de algún tipo de preparación previa, debido a que la entregaron lista, picada en pedazos de 0.5 a 1.5 cm y humedecida, razón por la cual, fue indispensable

mantenerla bajo refrigeración hasta el momento en que se la empleó para conservarla en buen estado.

Proceso de Alcalinización y Blanqueo de las Fibras de Tagua Y Cabuya, por medio de Tratamiento Químico con Hidróxido de Sodio.

El objetivo de esta prueba, es dar un tratamiento a la superficie de la fibra con la finalidad de cambiar sus propiedades, buscando mejorar la adherencia entre la fibra y la matriz polimérica, siendo en este caso la pintura de tipo látex, como fue mencionado con detalle en la Sección 2.6.2 de esta tesis, pero además darle una tonalidad clara, como en el caso de cabuya.

Fibra de Cabuya:

La preparación de las muestras de Cabuya para la realización de Alcalinización (20, 56, 109,118) y Blanqueo (20) fueron los siguientes:

Pesar la cantidad de cabuya a trabajar con ayuda de la balanza analítica.

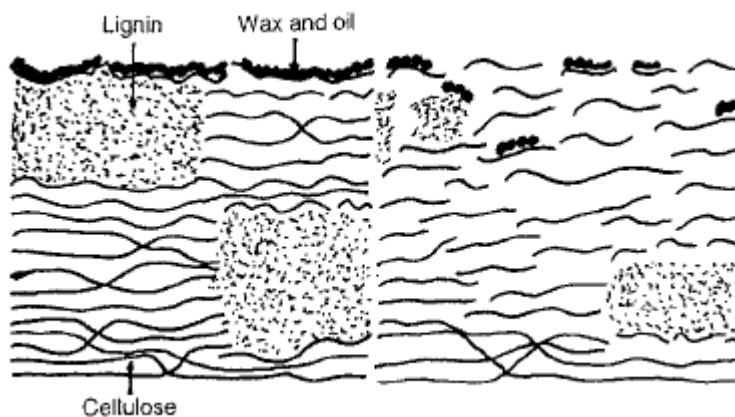
Preparar por cada 50 gramos de Cabuya una proporción de Hidróxido de Sodio de 10:1 en 400 ml de agua destilada, en una olla.

Colocar la fibra a hervir en esta solución durante 2 horas y mantenerla en agitación y observación.

Limpiar la fibra con Agua destilada y con ayuda de un cedazo.

Dejarla expuesta al ambiente hasta que esté a temperatura ambiente, en vasos de precipitación.

Con este tratamiento habremos conseguido un cambio en la superficie como sigue a continuación:



(a)

(b)

FIGURA 3.2: Típica estructura de una fibra celulósica (a) sin tratamiento (b) alcalinizada (68)

Es decir, esquemáticamente lo que se tendría es:

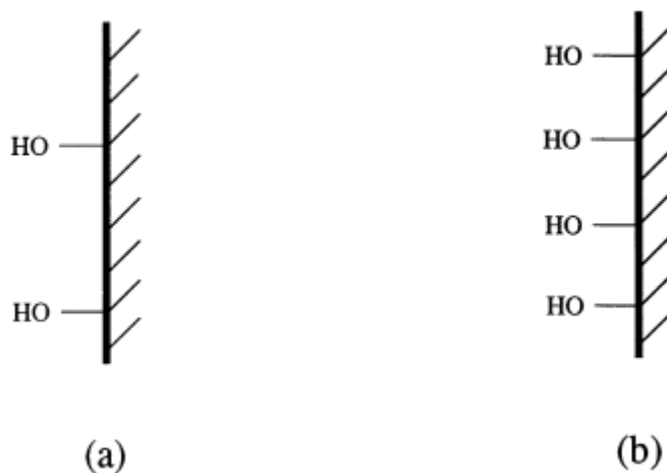


FIGURA 3.3: Representación esquemática de las interfases formadas en la fibra para:(a) sin tratamiento (b) tratada en solución acuosa alcalina (118)

Preparar por cada 50 gramos de Cabuya una proporción de Cloro Activo de 3:1 en 400 ml de agua destilada.

Colocar la fibra en esta solución durante 2 horas, en vasos precipitados y agitarle frecuentemente.

Repetir el paso 4.

En este tratamiento tendremos el siguiente comportamiento en la celulosa de la fibra con el Hipoclorito de Sodio (Cloro Activo) (27):



Preparar por cada 50 gramos de Cabuya una proporción de Carbonato de Sodio de 3:1 en 400 ml de agua destilada.

Colocar la fibra en esta solución durante 2 horas, en vasos precipitados.

Repetir el paso 4.

Dejarla expuesta al ambiente durante una hora.

Guardar en refrigeración hasta su próximo uso.



FIGURA 3.4. Proceso de preparación de la fibra de Cabuya por tratamiento de Alcalinización y Blanqueo.

Fibra de Tagua

Para la semilla de Tagua no fue necesario el proceso de Alcalinización y Blanqueo, por su color marfil hueso, a pesar de que durante su obtención en polvo por esmerilado adoptaba un tono crema (pardo).



FIGURA 3.5. Polvo de Semilla esmerilada.

Proceso de tratamiento con organo-silano de las fibras de cabuya y tagua

El objetivo de esta prueba, es similar al de la sección 3.4, pero en este caso no se le van a realizar cambios de tonalidad a las fibras de cabuya.

Las pruebas se realizaron en condiciones ambientales, con temperaturas entre 25-28 °C y una humedad relativa entre 55-68 %

Fibra de Cabuya

Para la preparación de las muestras de Cabuya durante el tratamiento con Organo-Silano (109,118), se desarrolló de la siguiente manera:

Pesar la cantidad de cabuya a trabajar con ayuda de la balanza analítica.

Preparar por cada 50 gramos de Cabuya una proporción de Hidróxido de Sodio de 2% en 400 ml de agua destilada, permaneciendo en este medio durante un período de una hora.

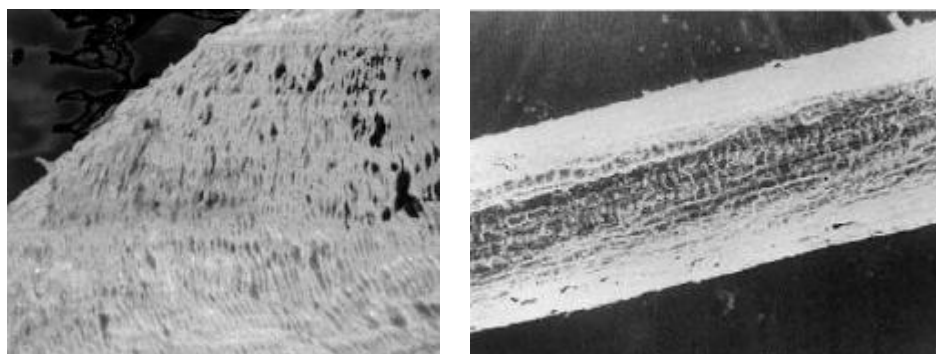
Limpiar la fibra con Agua destilada y con ayuda de un cedazo.

Preparar por cada 50 gramos de Cabuya una proporción de Silano de 1% en 400 ml de alcohol industrial, permaneciendo en este medio durante una hora con agitación continua.

Repetir el paso 3.

Mantenerlo en refrigeración hasta su próximo uso.

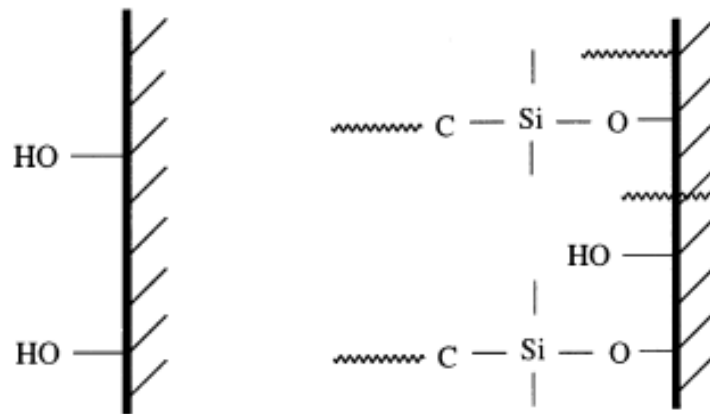
Este tratamiento provocará un cambio de la superficie similar al que se podrá apreciar en la figura 3.6



(b)

FIGURA 3.6. SEM de la superficie de fibra de aceite de palma (a) sin tratamiento (x400), (b) tratada con silane (x200) (169)

Esquemáticamente podría ser representado de la siguiente manera:



(b)

FIGURA 3.7. Representación esquemática de las interfases formadas en la fibra para:(a) sin tratamiento (b) tratada primero en solución acuosa alcalina, y luego con silane (118)



FIGURA 3.8. Proceso de Preparación de fibra de Cabuya por tratamiento de Alcalinización y Organo-Silane.

Fibra de Tagua

Para la preparación de las muestras de Tagua durante el tratamiento con Organo-Silano (109,118), se desarrolló de la siguiente manera:

Pesar la cantidad de tagua a trabajar con ayuda de la balanza analítica.

Preparar por cada 100 gramos de Tagua una proporción de Hidróxido de Sodio de 2% en 400 ml de agua destilada, permaneciendo en este medio durante un período de una hora, previo agitación.

Limpiar la fibra con Agua destilada y con ayuda de papel filtro cualitativo.

Preparar por cada 100 gramos de Tagua una proporción de Silano de 1% en 400 ml de alcohol industrial, con ayuda de una pipeta, permaneciendo en este medio durante una hora con agitación continua.

Repetir el paso 3.

Secar al ambiente por dos días.

Mantenerlo en refrigeración hasta su próximo uso.



FIGURA 3.9. Proceso de preparación de la semilla de Tagua por tratamiento Organo-Silane.

Ensayos y Pruebas a realizarse.

Los diferentes ensayos y pruebas que se expondrán a continuación, son aquellos requisitos que deben de cumplir las pinturas arquitectónicas, al agua tipo emulsión (látex), respaldados por la norma INEN, y sus respectivas correspondencias en las normas

ASTM, las cuales las podrán encontrar en la parte de Apéndice D y E.

Como se va a trabajar con dos tipos de pinturas comerciales, les vamos a dar la siguiente denominación alfabética; siendo A, para la muestra de PINTURAS UNIDAS: y B, para la muestra de FANAPISA.

En la tabla 16, presentaremos las diferentes muestras de estudio a analizar, denominándoles numéricamente, según el tipo de carga y solvente, con su respectivo porcentaje, las cuales van a ser mezcladas con ayuda de un mezclador, con las pinturas, durante un tiempo de 15 a 20 minutos, y a condiciones del medio (FIGURA 3.10), siendo en este caso del laboratorio, las cuales eran de 20-22°C y 45-50% de humedad relativa.

TABLA 16

Porcentajes de Carga y Solventes a utilizar en cada muestra de pintura.

No.	Muestra: Porcentaje de Carga y Solvente
0	Sin cambios

1	15% de Agua
2	10 % Fibra de Cabuya (Alcalinización y Blanqueo)
3	10 % Fibra de Cabuya (Alcalinización y Blanqueo) y 15 % de Agua
4	10% Fibra de Cabuya (Alcalinización y Silane)
5	10% Fibra de Cabuya (Alcalinización y Silane) y 15% de Agua
6	5% Fibra de Tagua
7	5% Fibra de Tagua y 15% de Agua
8	5% Fibra de Tagua (Silane)
9	5% Fibra de Tagua (Silane) y 15% de Agua

Por consiguiente, si tenemos por ejemplo, la denominación A2, sabremos que estamos trabajando con la pintura Superior Látex con 10% de fibra de Cabuya, la cual ha sido tratada con Alcalinización y Blanqueo; ó si tenemos B9, estaremos refiriéndonos a la pintura Excello Látex con 5% de fibra de Tagua tratada con Silane, y 15% de Agua.



FIGURA 3.10. Preparación de las muestras.



(a)

(b)

FIGURA 3.11: Pinturas obtenidas previo tratamientos aplicados a las fibras (a) Con Cabuya (b) Con Tagua.

Método para producir películas uniformes ASTM D-823.

La preparación de películas uniformes tiene diferentes métodos de aplicación, entre ellas tenemos:

Aplicación Automática con una Máquina Spray.

Aplicación de recubrimiento con motor bajo inmersión.

Aplicación manual con Spray.

Aplicación manual con aplicador, método a aplicar en esta prueba.

Se debe producir una película uniforme de material de recubrimiento o pintura sobre el panel de prueba de manera manual con ayuda de un aplicador.

El espesor del recubrimiento es controlado por las medidas estándares que posee los bordes del aplicador al ser aplicada sobre el panel, la viscosidad del material, la cantidad de material no volátil en el material, y la limpieza del borde del aplicador.

La finalidad de esta prueba es producir una película uniforme de espesor conocido, por medio de un aplicador sobre el papel damero.

Procedimiento:

Seleccionar el borde del aplicador en la medida de 3 Mils en húmedo, para con ello obtener el espesor de película deseado en seco, el cual debe estar en 1.5 Mils.

Posicionar el borde de la medida deseada del aplicador en la parte superior del panel de prueba, y colocar una porción de la muestra a lado de este.

Tomar los lados del aplicador con los dedos y deslizarlo a través del panel a una velocidad de 10 a 12 in. (250 a 300 mm/seg).

Dejar secar el panel de prueba en posición horizontal, y en condiciones ambientales.

Limpiar el aplicador con agua.

Nota: Se puede cerciorar de que el espesor de la película de pintura obtenido es el correcto, mediante un medidor de espesor de películas en húmedo.



FIGURA 3.12. Preparación de Películas de pinturas.

Esta prueba fue hecha a condiciones climáticas de 20-22°C de temperatura, y 45-50% de humedad relativa, y se hizo una aplicación por cada muestra, es decir 20 aplicaciones en total.

Resistencia al Agua y a los Álcalis INEN-1539

Las pinturas arquitectónicas están expuestas a diferentes medios, y en nuestro ambiente se encuentran bajo condiciones de humedades considerables, provocando en ellas algún defecto permanente, por

ello se considera muy importante el analizar una pintura, en especial de tipo látex, para ver su desenvolvimiento con el agua y medios alcalinos.

Esta norma establece los métodos para determinar el efecto producido por el agua y los álcalis sobre superficies recubiertas con pinturas arquitectónicas.

Preparación de los Paneles

A las láminas de vidrio libre de polvo y grasa, aplicar una capa de pintura de 8 mils mínimo de película húmeda, dejar secar y curar por 7 días.

Condiciones del ensayo. Los ensayos se efectúan en las condiciones ambiente de temperatura y humedad.

Procedimiento

Resistencia al Agua.

Preparar los paneles como se ha indicado.

Colocar 5 gotas de agua destilada sobre la pintura, con ayuda de una pipeta, y cubrir la superficie con un vidrio de reloj por dos horas.

Anotar todos los cambios que se presentasen durante el transcurso de colocada el agua en la película de pintura.

Retirar el agua y dejar para recuperación.

Frotar suavemente la superficie de la película para determinar si en la pintura se produce algún tipo de anomalía o falla (ablandamiento).

Resistencia a los Álcalis.

Preparar los paneles como ya ha sido indicado en esta sección.

Colocar 5 gotas de una solución acuosa de hidróxido de sodio al 0,5% m/m sobre la pintura, con ayuda de una pipeta, y cubrir la superficie con un vidrio de reloj por dos horas.

Anotar todos los cambios que se presentasen durante el transcurso de colocada la solución acuosa en la película de pintura.

Enjuagar y retirar la solución acuosa, dejándola para recuperación durante dos horas.

Frotar suavemente la superficie de la película para determinar si en la pintura se produce algún tipo de anomalía o falla (ablandamiento).



FIGURA 3.13. Proceso de Prueba de Resistencia al Agua y Álcalis.

Nota: Ambas pruebas se hicieron en condiciones ambientales con temperatura de 26-28°C y una humedad relativa de 50-60%. Se realizaron tres muestreos por cada muestra, y como eran 20 muestras tuvimos 60 pruebas a las que hay que hacer seguimiento, cuyos resultados están en Apéndice F.

Resistencia a la Abrasión ASTM D-2486

Este método de prueba consiste en un procedimiento para determinar la resistencia de la pintura en la pared a la erosión

causada por abrasión, después de ser sometida a un medio abrasivo.

Se tiene dos métodos, los cuales son:

Método A: Ciclos de fallas obtenido por la muestra de la pintura.

Método B: Valor expresado como un porcentaje de ciclos a fallar obtenido sobre la muestra de la pintura a analizar y la muestra de pintura de referencia.

El método comprende la determinación de la resistencia relativa de diferentes pinturas de pared a la erosión cuando se restriegan repetidamente para remover las manchas durante la vida de la pintura.

Los resultados desarrollados por el uso de este método no representan necesariamente la resistencia a la abrasión de películas de pinturas envejecidas.

Preparación del Aparato para la Abrasión:

Máquina de Abrasión: La máquina de abrasión debe nivelarse antes del uso. Antes de cada ensayo revisar la tirantez de la banda del motor o la transmisión de la cadena, la alineación de las poleas y cables tanto en el plano horizontal como en el vertical y la tensión del cable.

Cepillo: Las cerdas, si son nuevas, deben nivelarse antes del uso para permitir un desgaste uniforme en la superficie de la pintura.

Soporte del cepillo: El cepillo debe estar flojo en el soporte, para ello deben quitarse los tornillos de éste y colocar sobre la base del cepillo en el soporte una lámina de caucho de 3.2 mm de espesor cuando la máquina está en funcionamiento, dicha lámina permite al cepillo moverse uniformemente sin oscilaciones sobre la lámina pintada.

Procedimiento:

1. Limpiar la lámina de vidrio y ambos lados de la leneta P121-10N, para asegurarse que estén libres de suciedad.
2. Colocar la leneta sobre la lámina de vidrio y adherir ó sujetar un extremo de la misma a la lámina, con ayuda de cinta adhesiva.

3. Alisar el panel a lo largo de la lámina frotándole con la franela, produciendo electricidad estática que aumenta la adhesión a la placa.
4. Agitar la pintura de ensayo.
5. Extender la película de pintura a examinar sobre toda la leneta usando un aplicador de película de 6 mils. El tiempo de aplicación debe ser lento, de 3 a 4 segundos de extremo a extremo, para evitar la formación de agujeros o vacíos en la película.
6. Dejar secar en posición horizontal durante 7 días manteniendo la temperatura y humedad relativa ambiente, las cuales, fueron de 20-22 °C y 45-50% de humedad relativa.
7. Limpiar la lámina de vidrio, a la mitad de ésta colocar 3 pedazos de cinta adhesiva, y colocarla en el recipiente metálico de la máquina de lavado.
8. Cortar el panel de ensayo en dos partes iguales.
9. Colocar el panel de ensayo cortado sobre la lámina de vidrio, pegada con cinta en los extremos, e instalar el equipo.
10. Medir 5 ml de agua en la probeta y pesar sobre las cerdas del cepillo 10 g. de crema abrasiva, en la balanza analítica Mettler TOLEDO. Se depositan los 5 ml de agua sobre la película e inmediatamente se coloca el cepillo en posición.

11. Colocar en cero el contador de ciclos, iniciar el ensayo manteniendo constantemente humectante la película.
12. Después de 400 ciclos si aún la pintura no presenta desgaste, repetir el paso 10.
13. Registrar el número de ciclos necesarios para remover o desgarrar la película de pintura en una línea continua a lo largo de la cinta adhesiva, y limpiar las partes.
14. Hacer lo mismo con la segunda parte de la leneta.



FIGURA 3.14: Proceso de Preparación de la Prueba de Abrasión

NOTA: Se realizaron dos muestreos por cada muestra, razón por la cual trabajamos con 40 muestreos, cuyos resultados están en Apéndice F.

Resistencia a la Estabilidad Acelerada INEN-1540

En los diferentes análisis que se le realizan a las pinturas, es importante considerar su estabilidad acelerada, prueba que se la realiza durante un período ininterrumpido de siete días, equivalente a un período de 3 meses (83), en los cuales, se expone las muestras en un ambiente controlado, siendo sometidas a una temperatura de 60°C, con la intervención del horno. Cumplido este tiempo se pasa a analizar el estado de la muestra, indicando así la calidad de la pintura mediante su grado de sedimentación, el cual siempre se busca sea el más alto posible, dentro de un rango de 0 a 10, según la norma ASTM D 869-85, que está en el Apéndice D, y para confirmar estos resultados se procede a medir su viscosidad, el cual debe en lo posible de ser el mismo antes de ser sometido a esta prueba.

Esta norma establece el método para determinar la estabilidad acelerada de las pinturas arquitectónicas.

Procedimiento:

Medir la viscosidad inicial, según como se indica en la Sección 3.6.9.

Llenar el recipiente con la muestra, tapar bien con ayuda de cinta adhesiva, y colocar en el horno Precision Scientific C. O., a 60°C durante siete días.

Retirar y dejar que alcance la temperatura ambiente.

Destapar y observar el grado de sedimentación que presente la muestra.

Agitar la muestra observando si se desprende olores desagradables ó irritantes, si se han formado coágulos ó presenta alguna otra alteración irreversible por agitación manual.

Medir la viscosidad de la muestra de acuerdo al procedimiento indicado en la sección 3.6.9, y comparar la viscosidad original para determinar el cumplimiento de los requisitos del numeral 4.14 de la Norma INEN 1544.



FIGURA 3.15. Proceso de preparación de Prueba de Estabilidad Acelerada

NOTA: Se realizaron tres muestreos por cada muestra, y como manejamos veinte muestras trabajamos con 60 frascos, cuyos resultados están en Apéndice F.

Resistencia al Lavado INEN-1543

El método consiste en someter una película arquitectónica, previamente ensuciada, a la limpieza, con una esponja húmeda e impregnada de una solución de detergente. Observando la

aparición de la película, antes y después del tratamiento, se aprecia una indicación completa del aspecto de la misma.

Preparación del panel de prueba: Para la preparación seguimos los mismos pasos que se hicieron en la prueba de abrasión, Sección 3.6.3, pero a este proceso se le debe añadir 24 horas al horno Precision Scientific C. O., con temperatura controlada de 60°C.

Procedimiento:

Se repiten los seis primeros pasos indicados para la prueba de abrasión, en la sección 3.6.3

Colocar las lenetas al horno durante 24 horas, con temperatura controlada de 60°C.

Cortar por la mitad la leneta, y manchar transversalmente cada una de las muestras, de lápiz de grafito HB, medio ensuciante.

Secar la leneta manchada por lo menos 30 minutos a temperatura ambiente.

Limpiar la lámina de vidrio y colocarla en el recipiente metálico de la máquina de lavado.

Colocar el panel de ensayo sobre la bandeja e instalar el equipo.

Sumergir la esponja en agua destilada a la temperatura ambiente hasta que esté completamente mojada, retirar del agua y exprimir repetidamente con una mano hasta que no gotee el agua de la esponja.

Luego verter uniformemente 50 cm³ de medio de lavado cada 25 ciclos sobre la esponja previamente enjuagada.

Colocar en cero el contador de ciclos, con la esponja sobre el soporte de la máquina, para dar inicio al ensayo manteniendo constantemente humectante la película.

La esponja debe moverse a una velocidad de 35 + 5 ciclos.

Retirar el panel de ensayo de la máquina, lavar con agua corriente y con una esponja limpia; finalmente secar a la temperatura ambiente.

Observar el aspecto de la película.

Repetir los pasos del 9 al 17 para la segunda muestra.



FIGURA 3.16: Proceso de preparación de Prueba de Lavado.

NOTA: Se realizaron dos muestreos por cada muestra, y como eran veinte, trabajamos con 40 muestreos, cuyos resultados están en Apéndice F.

Resistencia al Intemperie INEN 1541

El método se basa en la determinación de los efectos que ocasionan los agentes de la intemperie, sobre la película de pintura.

Esta norma establece el método para determinar la resistencia a la intemperie en pinturas arquitectónicas.

Procedimiento:

Aplicar la primera mano de pintura con ayuda de una brocha, sobre la lámina de madera playwood, diluyendo la pintura con agua de acuerdo con las instrucciones dadas por el fabricante para las pinturas arquitectónicas.

Después de 4 horas de secado al aire, aplicar una segunda mano de la pintura sin diluirla.

Dejar que la pintura se seque al aire durante 24 horas y exponer los paneles a un ángulo de 45°.

Examinar las probetas para ver si cumplen con los requerimientos de la Norma INEN 1544, que se encuentra adjunta en el Apéndice E.

NOTA: Se realizaron tres muestras diferentes, siguiendo el procedimiento de los pasos del 1 al 4, pero se varía las aplicaciones de la siguiente manera:

Muestra uno, se aplicó una mano de pintura.

Muestra dos, se aplicó dos manos de pintura.

Muestra tres, se aplicó tres manos de pintura.

Con la finalidad de determinar cuanto cubrimiento se puede obtener de diferente cantidad de pintura empleada. Esta prueba se hizo en condiciones ambientales con temperatura de 26-28°C y una humedad relativa de 50-60%. Se realizaron tres muestreos por cada muestra, y con 20 muestras tuvimos 60 pruebas con seguimiento, cuyos resultados están en Apéndice F.



FIGURA 3.17. Proceso de preparación de Prueba de Resistencia al Intemperie.

Resistencia al Cambio de Temperatura INEN-1538

En esta prueba se requiere de un recipiente, de preferencia de plástico, que contiene la muestra cerrado herméticamente, y

exponerlo tres veces al siguiente ciclo: 16 h a $5^{\circ}\text{C} + 1^{\circ}\text{C}$ y 8 h a $28^{\circ}\text{C} + 1^{\circ}\text{C}$; transcurriendo los tres ciclos se determina la viscosidad.

Esta norma establece el método para determinar la resistencia al cambio de temperatura en pinturas arquitectónicas.

Preparación de la muestra:

1. Llenar los recipientes de plásticos con tapa de fricción con la pintura de muestra que se recibe y cerrar las tapas herméticamente, con ayuda de cinta adhesiva para asegurar los frascos.
2. Exponer un recipiente tres veces al siguiente ciclo de cambio de temperatura.
 - 2.1 Temperatura baja de $5^{\circ}\text{C} + 1^{\circ}\text{C}$ por 16 horas, refrigeración.
 - 2.2 Temperatura alta de $28^{\circ}\text{C} + 1^{\circ}\text{C}$ por 8 horas, cuarto con temperatura controlada.

Procedimiento:

1. Al terminar la preparación de la muestra, medir la viscosidad de las muestras, como se indica en la Sección 3.6.9, y comparar con la

viscosidad original, para determinar si cumple con los requisitos del numeral 4.11 de la Norma INEN 1544.

2. Extender la pintura con brocha sobre una lámina de yeso y observar, mientras se aplica la pintura y después del secado, si la pintura es normal y aplicable en todos los aspectos.

3. Comparar con la pintura no expuesta que está libre de coagulación, manchas y cambios en el brillo o color.



FIGURA 3.18: Proceso de preparación de la prueba de Cambio de Temperatura.

NOTA: Se realizaron tres muestreos por cada muestra, y como eran 20 muestras, se tuvo que hacer seguimiento a 60 envases, cuyos resultados están en Apéndice F.

Prueba de Densidad ASTM D-1475

Este método se aplica a líquidos que tienen alta viscosidad o en aquellos donde uno de los componentes es demasiado volátil, siendo este último nuestro caso.

Esta prueba consiste en determinar la masa de la pintura líquida, contenida en un picnómetro, a una temperatura normal de 25°C, ó a otra temperatura convenida, y calcular su densidad en gramos por cm³.

Esta norma establece el método para determinar la densidad en pinturas, barnices, lacas y productos afines, distintos de los pigmentos en estado líquido.

Procedimiento (83):

1. El picnómetro se llena con la pintura de muestra a 25°C y se tapa, dejando abierto el orificio de rebose. Inmediatamente se retira el exceso de pintura, ó acumulada en los bordes, lavando con agua y se seca con un material absorbente. Se debe evitar que queden burbujas de aire incluidas dentro del recipiente.
2. Se pesa el recipiente lleno en la balanza mecánica y se registra este valor, el cual, será multiplicado por el factor de conversión de 0.1, dando el resultado en lbs/gls.



FIGURA 3.19. Prueba de Densidad.

NOTA: Se realizaron tres muestreos por cada muestra, por lo que se tuvo 60 muestras que trabajar, cuyos resultados están en Apéndice F.

Prueba de Viscosidad ASTM D-2196

Esta prueba cubre la determinación de la viscosidad aparente y específica de fluidos no Newtonianos en el rango de esfuerzo cortante desde 0.1 hasta 50 s⁻¹.

La prueba consiste en determinar la viscosidad aparente de la pintura y materiales relacionados, a través de la medida del torque aplicada por la rotación de los spindles a una velocidad constante de 200 rpm.

Procedimiento:

1. Trabajar con 250 ml de muestra de pintura, la cual deberá tener una temperatura de 25°C, medición que se puede realizar con ayuda del termómetro o termocupla.
2. Colocar el spindle a la velocidad establecida, es decir 200 rpm.

3. Medir la viscosidad de la muestra, considerando un tiempo prudente de un minuto, ó hasta que permanezca constante el valor de la viscosidad.
4. Tomado el valor de viscosidad, limpiar el spindle con agua.



FIGURA 3.20: Medición de viscosidad

NOTA: Se realizaron tres muestreos por cada muestra, por lo que se tuvo que trabajar con 60 muestras, cuyos resultados están en Apéndice F.

Prueba de Medición de pH.

Es una propiedad o característica de la pintura, para evitar contaminación bacteriológica, y dependiendo del medio para que a su vez pueda reaccionar con el reológico, que es característico en

las pinturas base agua, con un valor en el rango de 8-9.5 pH (83), establecido por la norma ASTM E 70.

La finalidad de esta propiedad es indicar el medio de basicidad, en el que se están trabajando las muestras de pinturas.

Procedimiento (83):

1. Encender el medidor de pH y esperar que se estabilice.
2. Colocar la pintura de muestra en un vaso de precipitación, y colocar el sensor en la pintura de muestreo.
3. Tomar el dato de pH y temperatura, de la muestra una vez que se haya estabilizado, siendo este tiempo de uno a tres minutos.



FIGURA 3.21. Medición de pH.

NOTA: Se realizaron tres muestreos por cada muestra, por lo que trabajamos con 60 muestras, debido a que eran 20 muestras, cuyos resultados están en Apéndice F.

Prueba de Medición de porcentaje de Sólido ASTM D-2369

Las pinturas tienen partes volátiles y no volátiles, que son considerados en el momento de aplicación sobre las superficies, ya que el porcentaje de material no volátil es el que nos da a conocer la cantidad de pintura que se requiere durante una aplicación, y además saber cuanto material volátil quedará en el ambiente.

Esta prueba tiene por objeto determinar la forma de medición del porcentaje de sólidos por peso (no volátiles) a una pintura, emulsión, aditivo, resina líquida o a un extender (relleno) en el horno.

Procedimiento:

Pesar el Aluminium Foil Dish, con ayuda de la balanza analítica Mettler TOLEDO, dato que será denominado W1.

Agitar la muestra de pintura con un agitador antes de aplicar.

Pesar la muestra de pintura en un rango que se encuentre entre 0,9 g. y 1 g., dato que será denominado S.

Agregar 1 ml de agua para este tipo de pinturas y homogeneizar.

Llevar el recipiente con la muestra al horno Memmert, por un período de dos horas, a una temperatura controlada de 110 ± 5 °C.

Retirar las muestras del horno y dejar enfriar a temperatura ambiente, al menos 5 minutos.

Medir el peso de la muestra después de ser enfriada, dato que será denominado W2.

Cálculo:

Para calcular el porcentaje de material volátil, V, en la pintura líquida se lo hace de la siguiente manera:

$$V, \% = 100 - \left[\frac{W_2 - W_1}{S} * 100 \right] \quad (\text{Ec. 3.2})$$

Para el cálculo de material no volátil, N, de la pintura se lo calcula de la siguiente forma:

$$N, \% = 100 - \text{material volátil} \quad (\text{Ec. 3.3})$$

Se puede calcular el material no volátil de la siguiente manera:

$$N\% = \left[\frac{W_2 - W_1}{S} * 100 \right] \quad (\text{Ec. 3.4})$$



FIGURA 3.22. Medición de porcentaje de sólido.

NOTA: Se realizaron tres muestreos por cada muestra, por lo que se trabajó con 30 muestras, ya que se manejó 10 muestras, cuyos resultados están en Apéndice F.

CAPÍTULO 4

4. DISCUSIÓN Y RESULTADOS

Análisis de preparación de la Fibra de Tagua

Como se mencionó en la Sección 2.4 de esta tesis, la semilla de tagua es un producto frecuentemente usado para la confección de bellas obras artesanales, de utensilio para vestimenta, como son los botones, también como alimento de ganado y demás aplicaciones, muy poco se ha hecho estudiado de otra forma de empleo productiva de la misma, razón por la cual, se hicieron diferentes

pruebas para conseguir una preparación correcta y efectiva de la tagua en polvo, optimizando al máximo tanto los equipos como la semilla.

El primer método empleado, fue el de trituración y molienda de la semilla, el cual no fue exitoso. Se la preparó, al igual que los minerales, por los métodos tradicionales de trituración y molienda:

Trituradora de mandíbula.

Trituradora de rodillo.

Trituradora de martillo.

Pulverizador.

Molino de bolas.

Tamizado.

Sin embargo a medida que se colocaba la semilla en las trituradoras estas se embotaban, y/o a la vez despedían a los alrededores los pedazos de la semilla, previamente cortada, siendo así un trabajo muy peligroso, ya que uno se debía cubrir de recibir golpe alguno. Teniendo como resultado pedazos aún grandes y quemados, perdiendo así su color característico, marfil hueso. Los equipos

fueron prestados generosamente por el Laboratorio de Mineralogía de la Facultad de Ingeniería en Ciencias de La Tierra.

El segundo método que se consideró, fue el uso de:

1. Limadora.
2. Taladro.
3. Molino de bolas.
4. Tamizado.

Estos resultados parecían alentadores, ya que al menos se mantenía el color característico de la semilla, y no se desperdiciaba mucho material, pero durante el proceso de molienda, se presentó un nuevo problema, se hacía una sola masa, teniendo aquí un gran inconveniente, la humedad no controlada, debido que la semilla no manifestaba humedad y tampoco fue expuesta al agua, no se consideró su contenido de humedad como alto. Sin embargo, el resultado de la cantidad de tamaño de grano conseguida por este método, no fue la suficiente ó al menos la indispensable para trabajar en condiciones óptimas.

El tercer método y siendo éste el más efectivo con respecto a los anteriores, con defectos que fueron mejorándose durante su desarrollo, se basa en:

Limpiar la semilla con ayuda del esmerilar.

Perforar con ayuda de un taladro por su eje central mayor, colocando en este agujero un eje de acero, con la finalidad de tener una mejor manipulación de la semilla.

Crear una cámara pequeña donde cubra parte del esmeril, y esté dentro de esta cámara la semilla de tagua siendo esmerilada, evitando así mayor desperdicio de material.

Siendo este último método el más eficiente, y a la vez durante su desarrollo y mejoramiento, se iba recopilando material de la semilla con el tamaño de grano deseado, realizándose dos variaciones en el volumen de carga del molino, consiguiendo así la cantidad requerida para este estudio. Además, para un mejor entendimiento de las variaciones de este proceso, se han expuesto las siguientes gráficas de distribución de grano elaboradas con los datos de las tablas a continuación:

Método 1: De esmerilado, limado, taladrado y molienda de la semilla de Tagua.

TABLA 17

Peso obtenido a través del proceso de esmerilado, taladrado, limado y molienda. Método 1.

Proceso	Peso (g)
Esmerilado	139,4
Taladrado	49,8
Limado	12,3
Total (masa para Molienda)	201,5

TABLA 18

Resultados del proceso de tamizado. Método 1.

#Tamiz	Luz de malla (mm)	Peso de malla (g)	Peso malla + tagua esmerilada
10	2	443,7	451,6
60	0,25	408,2	447,4
100	0,149	392,6	413,9
200	0,	37	437,8

	07 4	6, 4	
325	0, 04 4	31 5, 4	361,3
FON DO	0	35 8, 9	384,7

TABLA 19

Análisis de resultado del proceso de tamizado. Método 1.

#Tamiz	Luz de malla (mm)	Peso retenido (g)	% Peso retenido
--------	----------------------------	-------------------------	--------------------

10	2	7,9	3,92	
60	0,25	39,2	19,45	
100	0,149	21,3	10,57	
200	0,074	61,4	30,47	
325	0,044	45,9	22,78	
FONDO	0	25,8	12,80	
Total		201,5	100,00	

Método 2: De Esmerilado y Molienda con un 11% de Volumen de Carga.

TABLA 20

Resultado del proceso de tamizado. Método 2.

#Tamiz	Luz de malla (mm)	Peso de malla (g)	Peso malla + tagua esmerilada
10	2	443,7	444,1
60	0,25	408,2	408,5

100	0,149	392,6	393,2
200	0,074	376,4	391,4
325	0,044	315,4	372,5
FONDO	0	358,9	419,4

TABLA 21

Análisis de resultado del proceso de tamizado. Método 2.

# Tamizado	Luz de malla	Peso retenido (g)	% Peso retenido	% Retenido acumulado	% Pasante acumulado
------------	--------------	-------------------	-----------------	----------------------	---------------------

	(m m)					
1 0	2	0, 4	0, 3 0	0,3 0	99, 70	
6 0	0 , 2 5	0, 3	0, 2 2	0,5 2	99, 48	
1 0 0	0 , 1 4 9	0, 6	0, 4 5	0,9 7	99, 03	
2 0 0	0 , 0 7 4	1 5	1 1, 2 0	12, 17	87, 83	

3 2 5	0 , 0 4 4	5 7, 1	4 2, 6 4	54, 82	45, 18
F O N D O	0	6 0, 5	4 5, 1 8	100 ,00	0,0 0
T ot al		1 3 3, 9	1 0 0, 0 0		

Método 3: De Esmerilado y Molienda con un 45% de Volumen de Carga.

TABLA 22

Resultado del proceso de tamizado. Método 3.

#Tamiz	Luz de malla (mm)	Peso de malla (g)	Peso malla + tagua esmerilada
10	2	443,7	444,9
60	0,25	408,2	408,8
100	0,149	392,6	394,2
200	0,074	376,4	410
325	0,044	315,4	425,5
FONDO	0	358,9	461,5

TABLA 23

Análisis de resultado del proceso de tamizado. Método 3.

# Tamizado		Peso retenido en cada tamizado (g)	% Peso retenido en cada tamizado (%)	% Retenido ni de acumulado	% Pasante de acumulado
10		1,	0,	0,4	9,9,

		2	4	8	5
			8		2
6		0	0	0,	9
0		,	,	7	9,
		6	2	2	2
			4		8
1		1	0	1,	9
0		,	,	3	8,
0		6	6	6	6
			4		4
2		3	1	1	8
0		3	3	4,	5,
0		,	,	8	1
		6	4	2	8
			6		
3		1	4	5	4
2		1	4	8,	1,
5		0	,	9	0
		,	0	1	9
		1	9		

F	1	4	1	0,
O	0	1	0	0
N	2	,	0,	0
D	,	0	0	
C	6	9	0	
T	2	1		
o	4	0		
t	9	0		
a	,			
l	7			

La gráfica 4.1 presenta el comportamiento del tamaño de grano de la semilla de tagua retenida durante el desarrollo del proceso de tamizado, refiriéndose esta retención al porcentaje de grano que no es admisible en ciertos tamices por su tamaño de grano grande.

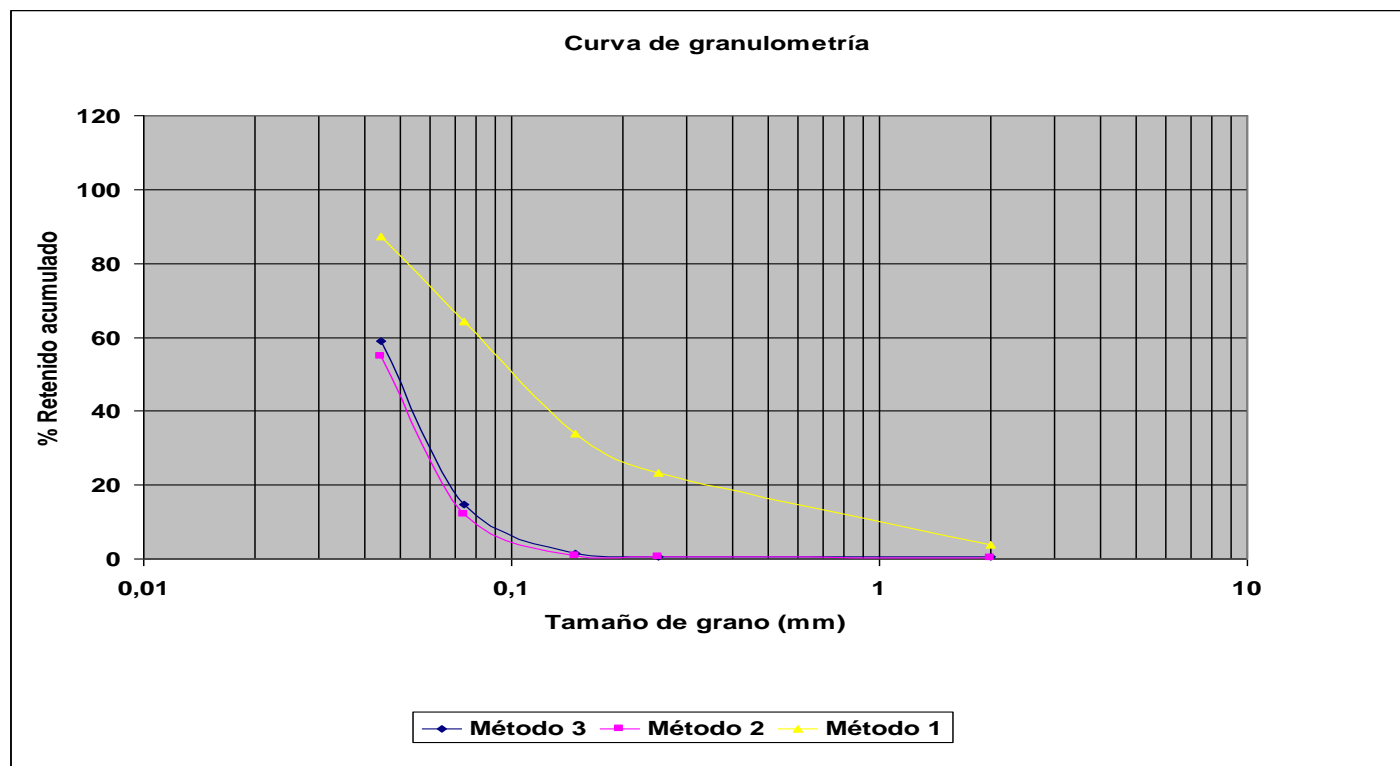


FIGURA 4.1. Curva de Granulometría: % Retenido acumulado vs. Tamaño de grano.

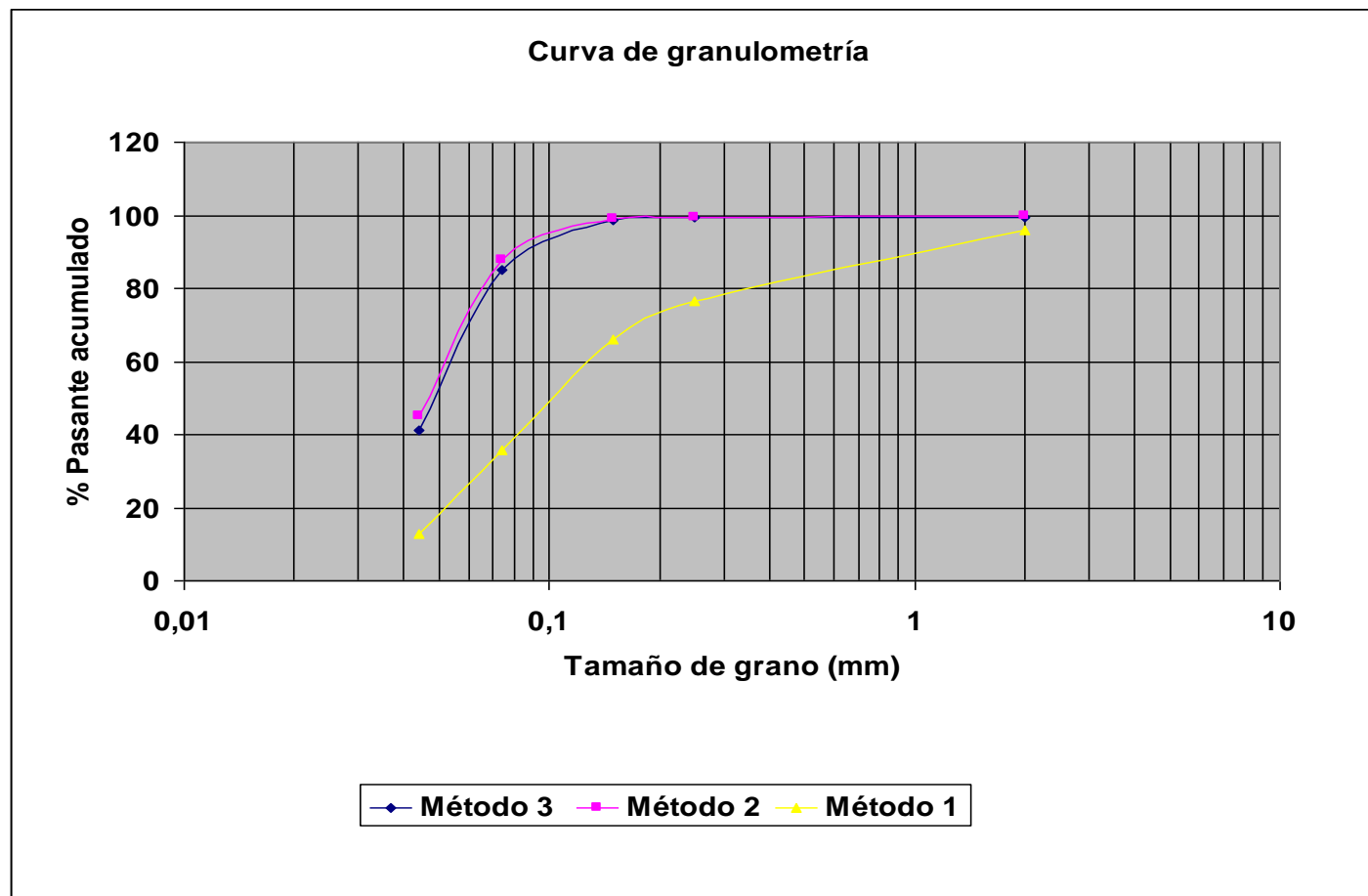


FIGURA 4.2: Curva de granulometría: % Pasante acumulado vs. Tamaño de grano.

En el método 1, el porcentaje de retenido acumulado se manifiesta en mayor proporción, siendo este valor de un 87.20%, es decir que llega muy poco material en el tamiz # 325, siendo este el tamaño requerido para este estudio, e indicando con ello, que no es tan efectivo, debido a que va a existir demasiado desperdicio de energía, uso insuficiente y poco óptimo de los equipos, por lo que llevaría a un proceso muy costoso.

En el método 2, el porcentaje de retenido acumulado se manifiesta en el valor de 54,82%, correspondiente al tamiz # 325, pero este porcentaje a pesar de no ser el más óptimo, se lo considera mucho, porque es el menor porcentaje de rechazo presentado a través de estos métodos. Considerándolo muy bueno desde este punto de referencia.

En el método 3, su porcentaje de retenido acumulado es de 55.87%, valor no muy lejano del segundo método, pero al no ser mejor, vemos que el método resultante favorable en lo que respecta retenido acumulado de granos tenemos como mejor opción el caso 2, sin embargo hay que acotar que no es muy eficiente, porque rechaza prácticamente más de la mitad de la materia a trabajar, haciéndolo poco rentable.

La gráfica 4.2 manifiesta el comportamiento del tamaño de grano que se ha acumulado en cada uno de los tamices, indicando así, la cantidad de material disponible para trabajar a las condiciones requeridas y deseadas.

Para el método 1, tenemos un resultado poco favorable, 12.80%, siendo muy poco porcentaje que se acumula en la parte final de los tamices, es decir en el tamiz # 325, razón por la cual una vez más se manifiesta y a la vez se puede confirmar que este método no debe ser recomendado, ya que ocasionaría altos costos y pocos beneficios.

Con respecto al método 2, su porcentaje de pasante acumulado es de 45.18, claro está que es el complemento del rechazado acumulado, y con ello se establece que es un valor bueno, ya que no llega a pasar el 50%, que sería lo idóneo, pero es el mayor obtenido a través de estos tres métodos.

Finalmente el método 3, presenta un valor de menor porcentaje, 41.09%, indicando así que se consiguió poco material ó al menos se consigue menos que en el método 2.

Hay una similitud entre los resultados mostrados en los métodos 2 y 3 a través de estas curvas, y sobre todo, el de que más del 80% se encuentra en el tamiz # 200, cuyo tamaño de grano es de 74 μ m, indicando con ello, que la mayoría de nuestro material presenta estas características de tamaño de grano.

Con esto podemos concluir que el método sería el más efectivo para un tamaño de grano de 74 μ m, que es el tamaño con el que la tagua se ha trabajado para este estudio.

Resistencia al Agua y a los Álcalis INEN-1539

Los resultados promedios obtenidos mediante esta prueba se muestran a continuación en las siguientes tablas:

TABLA 24

Resultados de la prueba de resistencia al Agua y Álcalis, muestras de tipo A.

Muestras	Agua	Na
----------	------	----

A	destilada	OH
A.0	Ok	Ok
A.1	Ok	Ok
A.2	Ok	Falló
A.3	Ok	Ok
A.4	Ok	Ok
A.5	Ok	Ok
A.6	Ok	Ok
A.7	Ok	Ok
A.8	Ok	Ok
A.9	Ok	Ok

TABLA 25

Resultados de la prueba de resistencia al Agua y Álcalis, muestras de tipo B.

Muestras	Agua	Na
B	destilada	OH
B.0	Ok	Ok

B.1	Ok	Ok
B.2	Ok	Ok
B.3	Ok	Ok
B.4	Ok	Ok
B.5	Ok	Ok
B.6	Ok	Ok
B.7	Ok	Ok
B.8	Ok	Ok
B.9	Ok	Ok

En esta prueba es muy importante considerar la correcta y adecuada preparación de la película, además que al ser expuestas al intemperie durante siete días, estas películas de pintura adquieren suciedad del polvo, parámetro que a pesar de mantener la limpieza del lugar, no es fácil controlarlo.

Mediante esta prueba hemos obtenido resultados favorables en la mayoría de las pinturas, para mayor precisión en las 15 mezclas realizadas, y también las de referencia, indicando por lo tanto, que han pasado esta prueba de Control de Calidad con éxito. Mostrando

que la pintura al contener durante su aplicación fibra de Cabuya ó Tagua, previamente tratadas, y además en ciertas muestras, un porcentaje de 15% de agua, no requieren de la presencia de desecantes o de humectantes, porque no reaccionó en forma negativa mediante la presencia de ampollas, hendiduras ó grietas, las cuales serían evidencias de que habría exceso de humedad, ó como también una mala limpieza de la lámina de vidrio, la cual en este caso está descartada, por los minuciosos seguimientos que se llevaron acabo para la aplicación de la película.

Lamentablemente podemos apreciar que los resultados obtenidos en la muestra A.2, manifestaron fallas, pero sólo en el medio alcalino, ya que al inicio muestra una película sin ningún problema, soportando los dos medios, a pesar de no ser demasiado agresivos. El medio alcalino ha logrado penetrar su barrera, consiguiendo de esta manera la falla, la cual no logró recuperarse en ninguna de las tres muestras, quedando el daño de manera permanente, mediante la existencia de la ampolla, y ablandamiento, hasta después de su secado. Con este resultado, la pintura al tener como agregado, ó carga, sólo a la Cabuya, tratada con Alcalinización y Blanqueo, demuestra que requiere de un desecante porque la cabuya ha absorbido humedad, característica innata de ella.

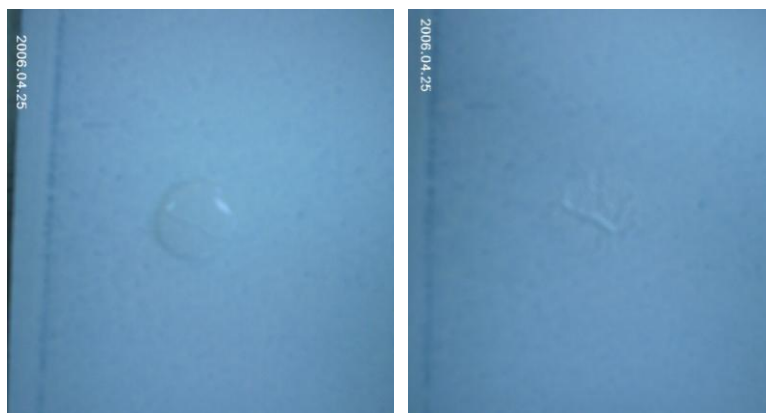


FIGURA 4.3: Resultados de la Prueba de resistencia al álcalis de la muestra A.2

Resistencia a la Abrasión ASTM D-2486

A continuación se exponen los valores promedios de esta prueba:

TABLA 26

Resistencia a la Abrasión. Muestra tipo A

Muestra	Promedio	Promedio
A	Punto	Punto
	Inicial	Final

	(ciclos)	(ciclos)
A.0	393	497
A.2	813	993
A.4	266	377
A.6	615	733
A.8	282	445
A.1	190	339
A.3	283	363
A.5	282	368
A.7	295	463
A.9	233	414

TABLA 27

Resistencia a la Abrasión. Muestra tipo B

Muestra	Promedio Punto Inicial (ciclos)	Promedio Punto Final (ciclos)
B.0	162	310

B.2	218	330
B.4	400	511
B.6	349	463
B.8	349	491
B.1	139	238
B.3	163	214
B.5	79	142
B.7	285	406
B.9	152	308

Para mejor apreciación de resultados se presentan tabla de Ranking de las muestras:

TABLA 28

Ranking de la Prueba de Abrasión

	Cabuya	Tagua
Resistencia a la Abrasión	A.2>A.0 >A.4	A.6>A.0 >A.8
	A.3>A.5 >A.1	A.7>A.9 >A.1
	B.4>B.2	B.8>B.6

	>B.0	>B.0
	B.3>B.1	B.7>B.9
	>B.5	>B.1

Las muestras A.2 y A.6, han sobresalido en esta prueba, mejorando la calidad de la pintura de referencia A.0, superándolas en más de un 100%, aumentando los ciclos de resistencia hasta lograr su desgaste total. En cambio, las muestras A.3 y A.7, han superado en más de un 50% a la muestra de referencia A.1, viendo que aparece un patrón de comportamiento entre las fibras y pintura de tipo A, sin el requerimiento de Silane para mejorar esta propiedad.

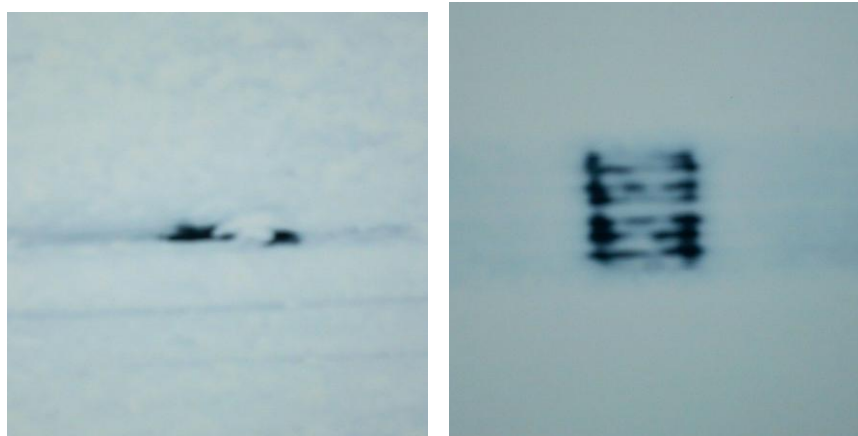
Hay que tomar en cuenta que la presencia de las fibras en la pintura de tipo A con agua, han mejorado su resistencia a la abrasión.

Las muestras B.4 y B.8, han sobresalido, con un rendimiento de soporte de desgaste mayor al 100% de la pintura de referencia B.0, indicando una interacción entre los componentes de la pintura de tipo B y el Silane. Además la presencia de fibras en este tipo de pintura sin agua ha favorecido a la prueba de abrasión. Pero, las muestras B.7 y B.3, mejoran esta propiedad en la pintura diluida en

agua, siendo más notorio la primera muestra, indicando que la presencia de agua no afecta mucho la interacción entre el Silane y la pintura.

La muestra B.5, ha resaltado por su bajo ciclo soportado antes de llegar a su desgaste definitivo, con un porcentaje de 40.42% menor al de la muestra de referencia B.0, siendo así una pintura con poca capacidad de soportar medios agresivos y diferentes tipos de erosiones.

En la figura 4.4 se puede apreciar los resultados de la prueba de abrasión.



(b)

FIGURA 4.4. Prueba de Abrasión (a) A.2 (b) B.5

Resistencia a la Estabilidad Acelerada INEN-1540

A continuación se exponen los resultados que se recopilamos durante el desarrollo de esta prueba:

TABLA 29

Estabilidad Acelerada. Muestra A.

Muestra A	Viscosidad inicial promedio (KU)	Viscosidad final promedio (KU)	Variación de viscosidad	Sedimentación promedio
A. 0	121	128	7	9,5
A. 2	135	132	3	10
A. 4	128	126	2	9
A. 6	124	117	7	10
A. 8	112	109	3	10
A.	92	97	5	9,5

1				
A. 3	109	110	1	9
A. 5	104	103	1	9
A. 7	95	87	8	10
A. 9	88	83	5	10

TABLA 30

Estabilidad Acelerada. Muestra B.

Muestra B	Viscosidad inicial promedio (KU)	Viscosidad final promedio (KU)	Variación de viscosidad	Sedimentación promedio
B	10	10	6	9,50
.0	1,50	7,50		
B	11	10	12	9,00

. 2	9, 00	7		
B	12	12	3	9,00
. 4	4, 67	7, 67		
B	98	68	31	9,00
. 6	,6 7	,0 0		
B	90	93	3	10,0 0
. 8	,3 3	,3 3		
B	91	85	6	9,00
. 1	,0 0	,0 0		
B	99	10	1	8,67
. 3	,0 0	0, 00		
B	10	99	5	8,00
. 5	3, 67	,0 0		
B	79	61	17	8,00

.	,0	,6		
7	0	7		
B	72	74	2	10,0
.	,0	,3		0
9	0	3		

Para mayor apreciación de resultados se presentan tabla de Ranking de las muestras:

TABLA 31

Ranking de la prueba de Estabilidad Acelerada

	Cabuya	Tagua
Estabilidad Acelerada (Variación de viscosidad)	A.4<A.2<A.0	A.8<A.6<A.0
	A.3<A.5<A.1	A.9<A.1<A.7
	B.4<B.0<B.2	B.8<B.0<B.6
	B.3<B.5<B.1	B.9<B.1<B.7

Las muestras A.4 y A.8, B.4 y B.8, poseen menor variación que las muestras de referencias, indicando con ello que el tratamiento de las fibras con Silane ha influido favorablemente en la Estabilidad de la pintura.

Las muestras A.6 y A.7, B.6 y B.7, manifiestan mayor variación de viscosidad, pero en especial la muestra B.6, con lo que se puede señalar que la presencia de Tagua sin tratamiento da inestabilidad a las pinturas, sin importar los componentes de las pinturas. Esta variación es muy negativa en las muestras B.6 y B.7, porque se encuentra fuera de los rangos permisibles por la norma INEN 1544, y por ello no sería conveniente producir, debido a la tendencia de perderse o dañarse durante su tiempo de almacenamiento, y además no cumplen con el valor de viscosidad para poder realizar aplicaciones que debe realizar una pintura.

Las muestras A.3 y A.5, B.3 y B.5, A.9 y A.7, B.9 y B.7, tienen la misma tendencia de comportamiento de variación de viscosidad, resaltando las muestras A.3 y B.3, con la menor variación de viscosidad, siendo así las muestras más estables.

Vemos como ha influido el material de carga aplicada, y la pintura, siendo el uso de fibra de cabuya con ambos tratamientos y con un porcentaje de 15% de agua, mostrando resultados aceptables para su uso, caso contrario se ve en el comportamiento con la semilla de tagua.

Sin embargo, también existe el análisis cualitativo de las muestras, es decir el aspecto visual de la pintura, como son su color y olor, ya que su presentación mucho, poco ó nada pastoso dependen del valor de su viscosidad. Los resultados adquiridos fueron muy buenos en todas las muestras, ya que todas permanecieron con esas características inalterables, sin embargo hay que acotar que las pinturas de tagua con y sin tratamientos se perdieron al mes de preparación, a pesar del tratamiento al cual fueron expuestas las muestras.

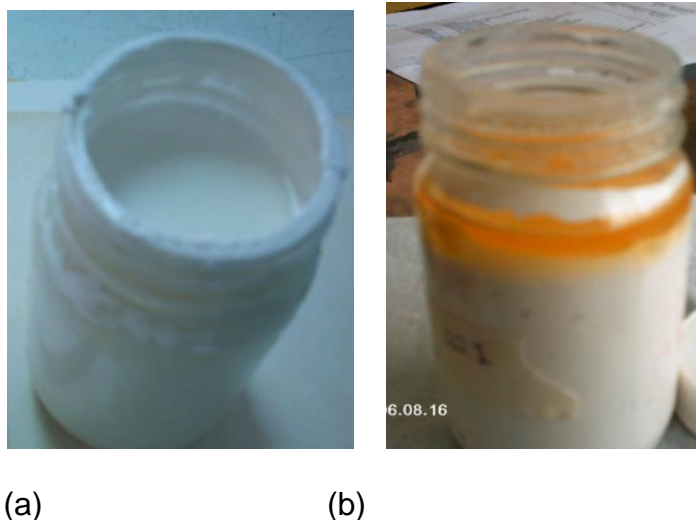


FIGURA 4.5. Estabilidad Acelerada. (a) A.3 (b) B.6

Se puede apreciar resultados de esta prueba en la figura 4.5, donde A.3 se muestra excelente y B.6 con demasiada sedimentación.

Resistencia al Lavado INEN-1543

Esta prueba se la ha realizado de manera subjetiva, basándose en su presentación y mantenimiento de la pintura después de haber sido sometida al lavado, como podremos ver a continuación en las siguientes tablas:

TABLA 32

Resistencia al lavado. Muestra A.

Muestra	Ciclo de Lavado
A	
A.0	25
A.2	61
A.4	50
A.6	25
A.8	25
A.1	25
A.3	50
A.5	50
A.7	25
A.9	25

TABLA 33

Resistencia al Lavado. Muestra B.

Muestra	Ciclo de Lavado
B	
B.0	25

B.2	25
B.4	25
B.6	25
B.8	25
B.1	25
B.3	25
B.5	25
B.7	25
B.9	37,5

Los resultados de esta prueba son favorables en las muestras de tipo B, porque se presentan en menor grado los defectos después de aplicada la mancha, quedando lo más limpia posible, a pesar de que la muestra B.9, es la que sale de la excepción requiriendo mayor ciclo de lavado que la muestra de referencia, para alcanzar su nivel de limpieza.

Analizando las muestras del tipo A, tenemos valores no favorables, debido a que la muestras con cargas de cabuya, indistintamente de su tratamiento, requirieron más de 25 ciclos de lavado para alcanzar un alto nivel de limpieza, a pesar de que no alcanzaron una limpieza

total, incluyendo además las muestras de referencias, dando a conocer la tendencia de fallar cuando son expuestas a manchas, con pocas posibilidades de que ésta sea eliminada, a pesar de aumentar los ciclos lavados, ocasionado por el tamaño de la partícula, provocando una superficie rugosa, caso contrario se manifestó con la tagua, ya que su tamaño de partícula no provocaba tanta rugosidad como la cabuya, facilitando la limpieza de las muestras.

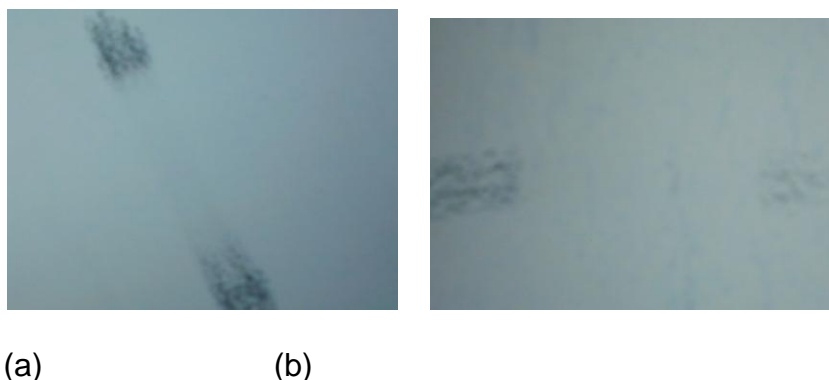


FIGURA 4.6. Prueba de Lavado (a) A.2, (b) B.2.

En la figura 4.6, podemos apreciar las lenetas después de la prueba de Lavado, notando claramente las manchas en ciertas muestras y una limpieza total en las otras.

Resistencia al Intemperie INEN 1541

En esta prueba se analizó la capacidad de recubrimiento de las pinturas al ser aplicadas, dando la siguiente variación:

- 1, Sustratos con falta de recubrimiento.
- 2, Exceso de pintura.
- 3, Cumplen la finalidad de recubrimiento.

Las aplicaciones con dos manos de aplicación de pinturas, presentaron estupendas respuestas, pero aquellos que fueron sometidos a una mano de aplicación les faltaron recubrimiento, y las sometidas a tres manos de pinturas presentaron exceso de recubrimiento. Concluyendo así que lo idóneo a la hora de aplicar pintura con brocha es hacerlo con dos manos de aplicación de la misma.

Hay que tomar en cuenta otros aspectos durante la aplicación, siendo en el caso de las pinturas que tienen cargas de cabuya indistintamente del tratamiento aplicado son difíciles de aplicar, por lo que debido al uso de brocha se pierde parte de la fibra, provocando un desorden, presentación poco homogénea de su

distribución en el sustrato, dándole una nueva contextura, pero de poco alcance por la dificultad de aplicarlo con brocha. Por otra parte, tenemos las pinturas con tagua, las cuales no manifestaron problema al ser aplicadas, ya que el tamaño de la partícula, resulta ser favorable en la mezcla con la pintura y se acopla muy bien, tanto así que se nota muy leve los granos dispersos en la pintura a simple vista, pero con el tacto uno puede sentir su presencia.



(a) (b)

FIGURA 4.7 Muestras de la Resistencia al Intemperie (a)

Muestra con Cabuya (b) Muestra con Tagua.

En la figura 4.7, tenemos una demostración del resultado de la prueba de Resistencia al Intemperie.

Resistencia al Cambio de Temperatura INEN-1538

En las siguientes tablas se exponen los resultados de esta prueba:

TABLA 34

Cambio de Temperatura. Muestra A

M	Vi	Vi	Di	Pro
u	sc	sc	fer	medi
e	os	os	en	o de
s	id	id	ci	Sedi
t	ad	ad	a	men
r	ini	fin	de	tació
a	ci	al	Vi	n
	al	pr	sc	

A	pr o m ed io (K U)	o m ed io (K U)	os id ad	
A .0	12 0, 5	13 0, 0	9, 5	10
A .2	13 5, 3	13 3, 7	1, 6	10
A .4	12 7, 7	12 9, 3	1, 6	10
A .6	12 3, 3	12 1, 3	2, 0	10
A .8	11 2,	10 9,	2, 3	10

8	0	7		
A	97	97	0,	10
.	,0	,0	0	
1				
A	11	10	4,	10
.	1,	7,	0	
3	3	3		
A	10	10	1,	10
.	4,	6,	7	
5	3	0		
A	95	90	4,	10
.	,0	,3	7	
7				
A	88	85	3,	10
.	,0	,0	0	
9				

TABLA 35

Cambio de Temperatura. Muestra B

M	Vi	Vi	Dif	Prom
u	sc	sc	er	edio

e s tr a B	osi da d ini cia l pr o m edi o (K U)	osi da d fin al pr o m edi o (K U)	en cia de Vi sc osi da d	de Sedi ment ación
B .0	10 5, 5	10 8, 5	3, 0	10
B .2	11 9, 7	10 3, 0	16 ,7	9
B .	12 4,	11 9,	5, 0	10

4	7	7		
B	96	68	28	8
.	,0	,0	,0	
6				
B	91	87	4.	10
.	.3	.0	3	
8				
B	87	85	1,	10
.	,0	,5	5	
1				
B	99	99	0,	9
.	,7	,7	0	
3				
B	10	10	2,	10
.	2,	0,	0	
5	0	0		
B	79	59	19	9
.	,0	,7	,3	
7				
B	72	72	0,	10
.	,0	,3	3	

9				
---	--	--	--	--

Se expone a continuación un Ranking de estos resultados en la siguiente tabla:

TABLA 36

Ranking de prueba de Cambio de Temperatura

	Cabuya	Tagua
Cambio de Temperatura	A.4<A.2	A.8<A.6
	<A.0	<A.0
Temperatura (Variación de viscosidad)	A.1<A.5	A.1<A.9
	<A.3	<A.7
n de viscosidad)	B.0<B.4	B.0<B.8
	<B.2	<B.6
d)	B.3<B.1	B.9<B.1
	<B.5	<B.7

Las muestras B.6 y B.7, manifiestan mayor variación de viscosidad, pero en especial la muestra B.6, con lo que se puede señalar que la presencia de Tagua sin tratamiento ocasiona inestabilidad a la

pintura de tipo B, sin importar los componentes de la pintura. Esta variación es muy negativa en las muestras B.6 y B.7, porque se encuentra fuera de los rangos permisibles por la norma INEN 1544, y por ello no sería conveniente producirla, pueden perderse o dañarse durante su tiempo de almacenamiento, y no cumplen con el valor de viscosidad para poder realizar aplicaciones que debe realizar una pintura. Hay que notificar que semejante resultado se obtuvo en la prueba de Estabilidad Acelerada, confirmando con ello que las muestras B.6 y B.7, dan poca estabilidad de almacenamiento y una presentación considerable de sedimentación baja, teniendo con ello una tendencia de no ser buena pintura.

En esta prueba tenemos resultados muy favorables en las muestras A.1 y B.3, porque la variación de viscosidad es la perfecta, 0, sin embargo para definir la de mejor características nos basamos en el valor de su grado de sedimentación, siendo así la muestra A.1, de muchas mejores características que las demás.

En las muestras de pinturas de tipo A sin presencia de agua, hizo efecto positivos la intervención de fibras en la estabilidad de la muestra, pero no pasó lo mismo con aquellas muestras en la que se tenía porcentaje de Agua, se mantuvo mucho mejor la muestra con

agua y sin fibras. Las muestras de tipo B no fueron influidas por la presencia de fibras durante el desarrollo de esta prueba.

No hay que olvidarse del análisis cualitativo de las muestras como son su color y olor, los cuales se mantuvieron constantes durante el desarrollo de la misma, con características comunes en las muestras con fibra de Cabuya, como era el aspecto espeso, cortado y pastoso, mientras que en las de contenido de Tagua, tenían aspecto brumoso, cortado y pastoso, indicando además que la vida de almacenamiento de estas pinturas con Tagua duraron un mes de almacenamiento.

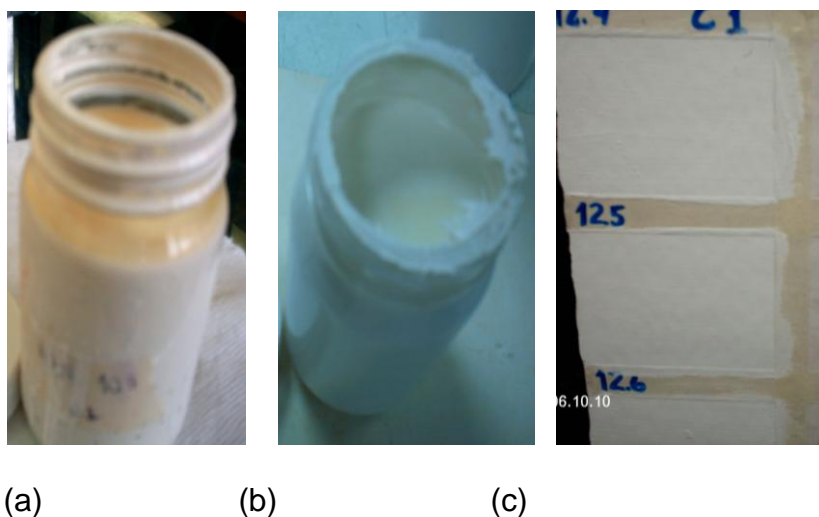


FIGURA 4.8: Cambio de Temperatura (a) B.6, (b) B.3 (c) Aplicación.

Se presenta en la figura 4.8, los resultados notables del grado de sedimentación en las muestras, y una aplicación de la prueba.

Referente a la aplicación, en cada una de ellas no hubo dificultad, es más el secado era casi de inmediato una vez hecha la aplicación.

Prueba de Densidad ASTM D-1475

Las tablas a continuación manifiestan los resultados de la prueba de densidad de las muestras:

TABLA 37

Prueba de Densidad. Muestra A.

Muestra	lbs. / gls.
A.0	11,64
A.2	11,479

A.4	11,297
A.6	11,613
A.8	11,51
A.1	11,08
A.3	10,893
A.5	10,947
A.7	11,23
A.9	11,19

TABLA 38

Prueba de Densidad. Muestra B.

Muestra	lbs. /
---------	--------

B	gls.
B.0	11,8
B.2	11,291
B.4	11,392
B.6	11,77
B.8	11,5
B.1	11,18
B.3	10,967
B.5	11,034
B.7	11,31
B.9	11,13

En las pruebas de densidad se trabajaron con facilidad las muestras con cargas de cabuya independientemente de tratamiento aplicado, porque no presentaban brumos, pero en las muestras de contenido de tagua, había que tener más cuidados, porque la pintura de por sí tenía brumos y esto se manifestaba al colocar la pintura en el picnómetro y se debía esperar que salga la mayor cantidad de aire acumulado en el instrumento.

Las muestras de mayor densidad son B.0 y B.6, y los de menor densidad son las muestras A.3 y A.5. La variación de densidad es muy pequeña en todas las muestras.

Prueba de Viscosidad ASTM D-2196

Para tener un mejor análisis de las gráficas expuestas es necesario incursionar en el estudio de la reología de las suspensiones, emulsiones, poli-enlace y bloques de polímeros, con la presencia de dos fases, al referirnos el estudio con las fibras de cabuya, podemos indicar estas fases así, de fluido y de partículas de filamentos, y al hacerlo con respecto al polvo de tagua, de fluido y de partícula de esferas. A continuación se presenta las tablas de datos:

TABLA 39

Fibra de Cabuya (Alcalinización y Blanqueo), Muestra A.

Porcentaje de fibra %	Viscosidad (KU)	Práctico

0,00%	126,33	1,00
1,00%	128,00	1,01
5,00%	131,33	1,04
10,00%	135,67	1,07
20,00%	132,50	1,05

TABLA 40

Fibra de Cabuya (Alcalinización y Blanqueo) y 15% de Agua,
Muestra A.

Porcentaje de fibra %	Viscosidad (KU)	$\bar{\eta}_{sp}/c$ Práctico
0,00%	98,00	1,00
1,00%	99,33	1,01
5,00%	105,33	1,07
10,00%	112,67	1,15
20,00%	123,00	1,26

TABLA 41

Fibra de Cabuya (Alcalinización y Organo-Silane), Muestra A.

Porcentaje de fibra %	Viscosidad (KU)	Práctico
0,00%	123,67	1,00
1,00%	123,33	1,00
5,00%	126,67	1,02
10,00%	132,00	1,07
20,00%	137,67	1,11

TABLA 42

Fibra de Cabuya (Alcalinización y Organo-Silane) y 15% de Agua, Muestra A.

Porcentaje de fibra %	Viscosidad (KU)	Práctico
0,00%	94,33	1,00

1,00%	95,67	1,01
5,00%	102,33	1,08
10,00%	107,33	1,14
20,00%	116,67	1,24

TABLA 43

Fibra de Tagua, Muestra A.

Por	Vis	<input type="checkbox"/>	$\eta = \eta_1 \left(1 + k_E \phi_2 \right)$	<input type="checkbox"/>
cen	cos	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>
taje	ida	I		I
de	d	P		T
fibr	(KU	r		e
a)	ct		ó
%		ic		ri
		o		c
				o
0,0	121	1,	1	1
0%	,67	0	2	

		0	1 , 6 7	
1,0 0%	123 ,00	1, 0 1	1 2 4 , 7 1	1 , 0 2 5
5,0 0%	130 ,33	1, 0 7	1 3 6 , 8 8	1 , 1 2 5
10, 00 %	140 ,67	1, 1 6	1 5 2 , 0	1 , 2 5

			8	
--	--	--	---	--

TABLA 44

Fibra de Tagua y 15% de Agua, Muestra A.

Porcentaje de fibra %	Viscosidad (KU)	Práctico	$\eta = \eta_1 \left(1 + k_E \phi_2 \right)$	Téorico
0,00 %	90,33	1,00	90,33	1,00
1,00	92,0	1,00	92,0	1,00

%	0	02	2, 5 9	0 2 5
5,00 %	98,0 0	1, 08	1 0 1, 6 3	1, 1 2 5
10,0 0%	105, 00	1, 16	1 1 2, 9 2	1, 2 5

TABLA 45

Fibra de Tagua (Organo-Silane), Muestra A.

Porcentaje de fibra %	Viscosidad (KU)	$\bar{\eta}$ $\bar{\eta}_I$ Práctico	$\eta = \eta_1 \left(1 + k_E \phi_2 \right)$	$\bar{\eta}$ $\bar{\eta}_I$ Teórico
0,00 %	118,67	1,00	1,1867	1
1,00 %	117,33	0,99	1,2163	1,025
5,00 %	118,67	1,00	1,3335	1,125

			0	
10,0	121,	1,	1	1,
0%	00	02	4	2
			8,	5
			3	
			3	

TABLA 46

Fibra de Tagua (Organo-Silane) y 15% de Agua, Muestra A.

Por	Vis	<input type="checkbox"/>	$\eta = \eta_1 \left(1 + k_E \phi_2 \right)$	<input type="checkbox"/>
cen	cosi	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>
taje	dad	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>
de	(KU	Pr		T
fibr)	ác		e
a %		tic		ór
		o		ic
				o

0,0 0%	91, 33	1, 0 0	9 1 , 3 3	1
1,0 0%	91, 00	1, 0 0	9 3 , 6 2	1, 0 2 5
5,0 0%	92, 00	1, 0 1	1 0 2 , 7 5	1, 1 2 5
10, 00 %	93, 33	1, 0 2	1 1 4 , 1	1, 2 5

			7	
--	--	--	---	--

TABLA 47

Fibra de Cabuya (Alcalinización y Blanqueo), Muestra B.

Porcentaje de fibra %	Viscosidad (KU)	\bar{M}_w / \bar{M}_n Práctico
0,00%	110,33	1,00
1,00%	112,00	1,02
5,00%	116,67	1,06
10,00%	121,67	1,10
20,00%	128,33	1,16

TABLA 48

Fibra de Cabuya (Alcalinización y Blanqueo) y 15% de Agua,
Muestra B.

Porcentaje de fibra %	Viscosidad (KU)	$\bar{\eta}_{sp}/c$ Práctico
0,00%	83,00	1,00
1,00%	84,00	1,01
5,00%	93,00	1,12
10,00%	99,00	1,19
20,00%	110,00	1,33

TABLA 49

Fibra de Cabuya (Alcalinización y Organo-Silane), Muestra B.

Porcentaje de fibra %	Viscosidad (KU)	$\bar{\eta}_{sp}/c$ Práctico
0,00%	107,00	1,00

1,00%	107,00	1,00
5,00%	116,67	1,09
10,00%	125,67	1,17
20,00%	135,67	1,27

TABLA 50

Fibra de Cabuya (Alcalinización y Organo-Silane) y 15% de Agua,
Muestra B.

Porcentaje de fibra %	Viscosidad (KU)	Práctico
0,00%	88,33	1,00
1,00%	88,00	1,00
5,00%	96,00	1,09
10,00%	103,00	1,17
20,00%	112,67	1,28

TABLA 51

Fibra de Tagua, Muestra B.

Porcentaje de fibra	Viscosidad (KU)	Índice de Refracción	$\eta = \eta_1 + k_E \phi_2$	Índice de Refracción
0,00%	109,00	1,000	1,009	1,000
1,00%	110,00	1,000	1,001	1,000

		1	1	0
			,	2
			7	5
			3	
5,0	117	1,	1	1
0%	,00	0	2	,
		7	2	1
			,	2
			6	5
			3	
10,	130	1,	1	1
00	,00	1	3	,
%		9	6	2
			,	5
			2	0
			5	

TABLA 52

Fibra de Tagua y 15% de Agua, Muestra B.

Porcentaje de fibra %	Viscosidad (KU)	$\bar{\eta}$ $\bar{\eta}$ $\bar{\eta}$ Pr ác tic o	$\eta = \eta_1 \left(1 + k_E \phi_2 \right)$	$\bar{\eta}$ $\bar{\eta}$ $\bar{\eta}$ T e ór ic o
0,0 0%	81, 00	1, 0 0	8 1 , 0 0	1, 0 0 0
1,0 0%	82, 00	1, 0 1	8 3 , 0 3	1, 0 2 5
5,0 0%	88, 00	1, 0 9	9 1 , 9	1, 1 2

			1	5
			3	
10,	94,	1,	1	1,
00	00	1	0	2
%		6	1	5
			,	0
			2	
			5	

TABLA 53

Fibra de Tagua (Organo-Silane), Muestra B.

Por	Vis	\square	$\eta = \eta_1 \left(+ k_E \phi_2 \right)$	\square
cen	cosi	\square I		\square
taje	dad	Pr		.I
de		ác		T
fibr	(KU	tic		e
a %)	o		ór

				ic o
0,0 0%	97, 00	1, 0 0	9 7 , 0 0	1, 0 0 0
1,0 0%	95, 67	0, 9 9	9 9 , 4 3	1, 0 2 5
5,0 0%	98, 33	1, 0 1	1 0 9 , 1 3	1, 1 2 5
10, 00 %	99, 67	1, 0 3	1 2 1	1, 2 5

			,	0
			2	
			5	

TABLA 54

Fibra de Tagua (Organo-Silane) y 15% de Agua, Muestra B.

Porcentaje de fibra %	Viscosidad (KU)	Práctico	$\eta = \eta_1 (1 + k_E \phi)$	Téorico
0,00 %	79,00	1,00	7,9	1,00

			0	0
			0	
1,00	75,0	0,	8	1,
%	0	95	0	0
			,	2
			9	5
			8	
5,00	77,6	0,	8	1,
%	7	98	8	1
			,	2
			8	5
			8	
10,0	78,6	1,	9	1,
0%	7	00	8	2
			,	5
			7	0
			5	

El comportamiento del fluido de partículas rígidas de suspensiones en líquidos es importante en un sistema de relleno, siendo este

nuestro caso, al analizar con la presencia de cabuya y tagua en la pintura. Esta importancia radica al menos en dos puntos:

Muchas técnicas de fabricación para los compuestos involucran el flujo de suspensiones de líquidos o los polímeros fundido.

La mayoría de las teorías del módulo de compuestos tiene su origen en la teoría de la viscosidad de suspensiones.

La teoría de sistemas compuestos empieza con la Ecuación de Einstein, demostrando que la viscosidad de suspensiones diluidas de partículas esféricas rígidas es (91):

$$\eta = \eta_1 \left(1 + k_E \phi_2 \right) \quad (\text{Ec. 4.1})$$

En donde:

- □ Viscosidad de la suspensión (relleno)
- □ Viscosidad de la matriz.
- □ □ Constante de Einstein.
- □ □ Porcentaje de volumen de relleno.

El coeficiente de Einstein es 2.5 para partículas esféricas rígidas si no hay fricción o deslizamiento del líquido en la superficie de la

partícula esférica, pero si hay deslizamiento del líquido en la superficie de la esfera será de 1.

La Ecuación de Einstein es válida solo en concentraciones bajas. En concentraciones altas han sido propuestas muchas ecuaciones, pero ninguna tan certera como la de Money (67):

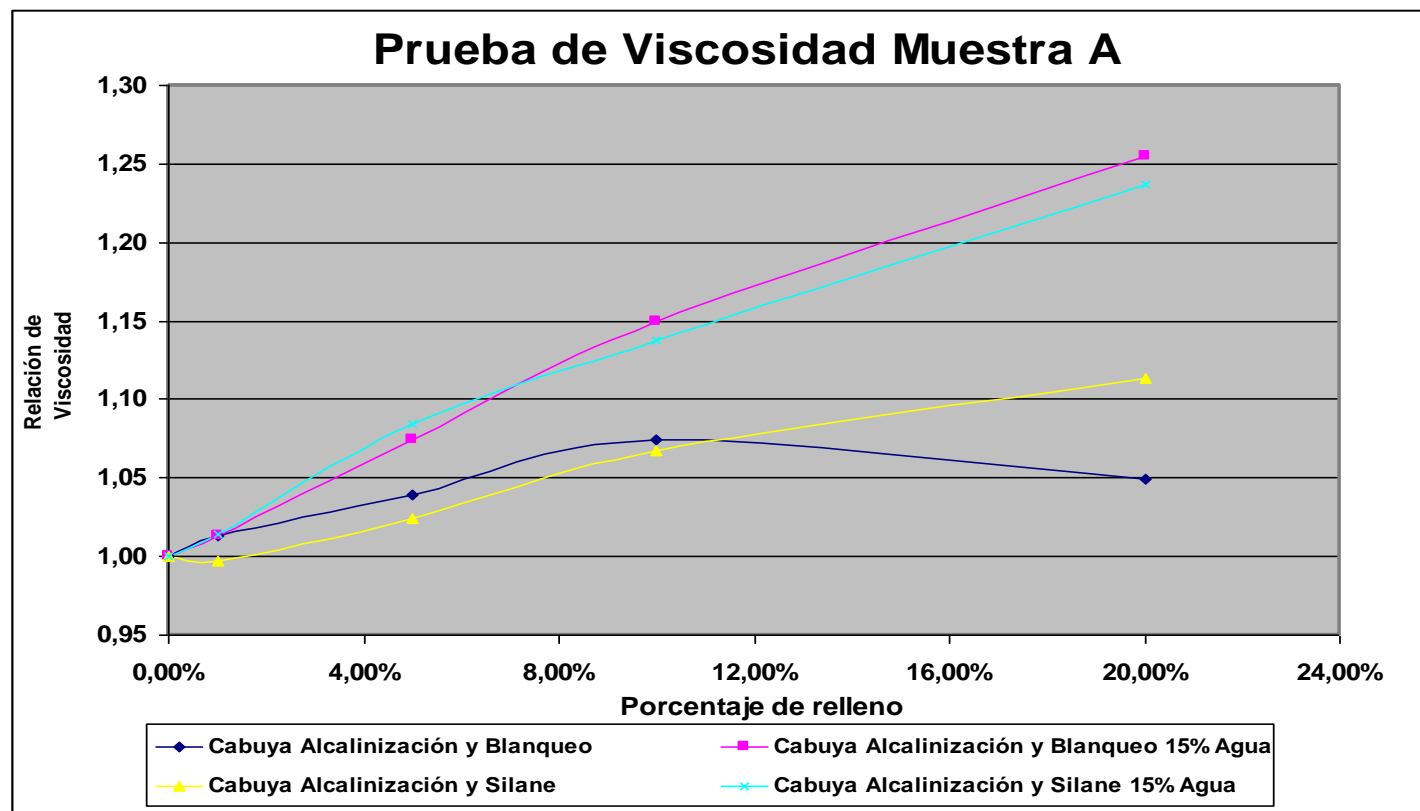


FIGURA 4.9: Prueba de Viscosidad (Datos Reales Con Fibra de Cabuya, Muestra A)

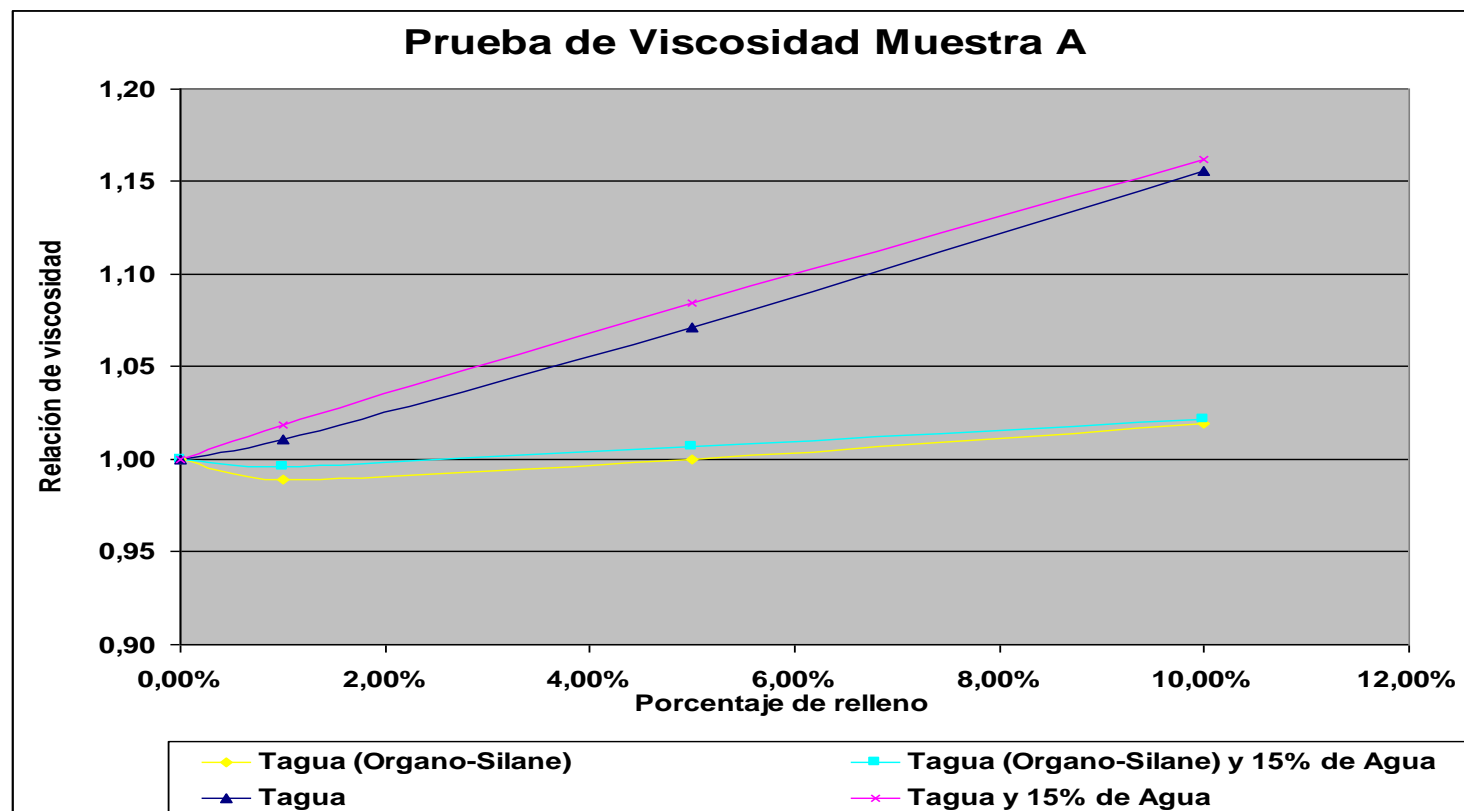


FIGURA 4.10: Prueba de Viscosidad (Datos Reales Con Fibra de Tagua, Muestra A)

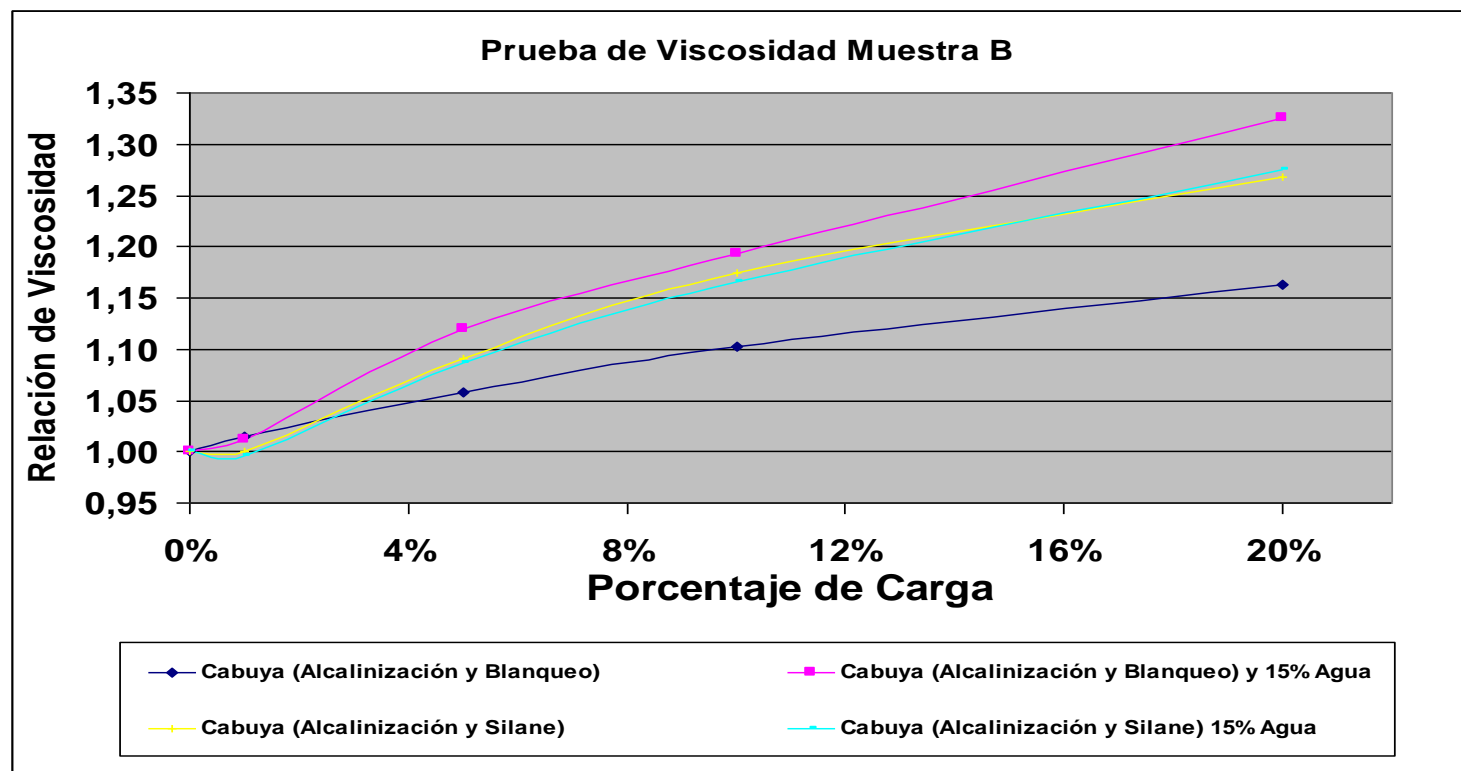


FIGURA 4.11. Prueba de Viscosidad (Datos Reales Con Fibra de Cabuya, Muestra B)

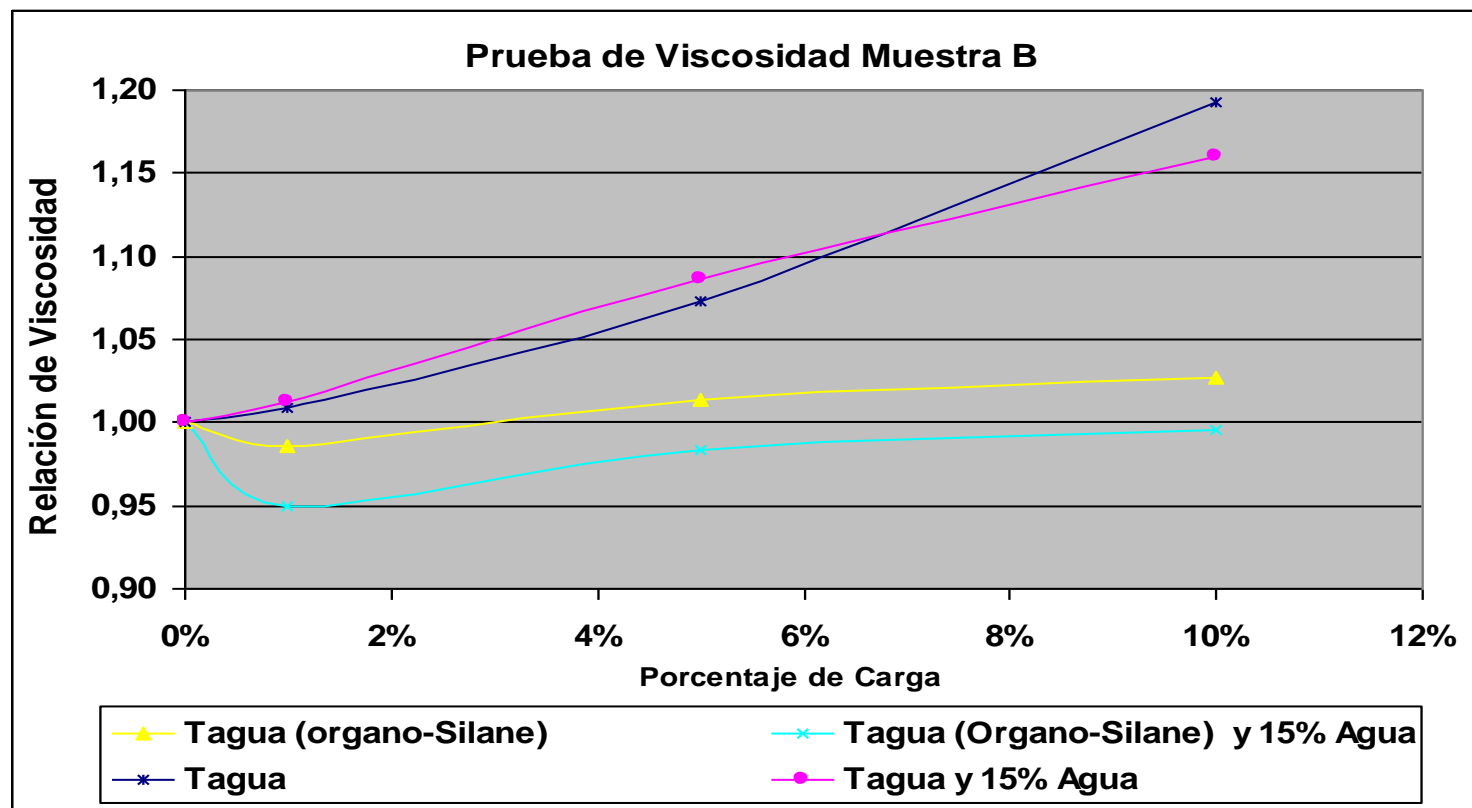


FIGURA 4.12. Prueba de Viscosidad (Datos Reales Con Fibra de Tagua, Muestra B)

$$\ln \frac{\eta}{\eta_1} = \frac{k_E \phi_2}{1 - \phi_2 / \phi_m} \quad (\text{Ec. 4.2})$$

4.2)

En donde ϕ_m , es la máxima fracción de empaquetamiento que se obtiene de la siguiente relación (67):

$$\phi_m = \frac{\text{Volumen real del relleno}}{\text{Volumen aparente ocupado por el relleno}} \quad (\text{Ec. 4.3})$$

Este valor se lo puede obtener teóricamente de la Tabla 55 de Máxima fracción de Empaquetamiento de ϕ_m , según el tipo de empaquetamiento en nuestro caso, podemos catalogarlo de la siguiente manera:

TABLA 55

Máxima Fracción de Empaquetamiento (67)

Máxima Fracción de Empaquetamiento ϕ_m		
Partículas	Tipo de empaquetamiento	ϕ_m
Esféricas	Empaquetamiento	0,74

as	hexagonal cerrado	1
	Cúbica centrada en la cara	0,74 1
	Cúbica centrada en el cuerpo	0,6
	Cúbica simple	0,52 4
	Empaquetamiento aleatorio cerrado, no aglomerado	0,63 2
	Empaquetamiento aleatorio suelto, no aglomerado	0,60 1
	Empaquetamiento aleatorio cerrado, aglomerado	0,37
Fibras	Empaquetamiento hexagonal paralelo	0,90 7
	Empaquetamiento paralelo cúbico	0,78 5

	Empaquetamiento aleatorio paralelo	0,85
	Orientación aleatoria	0,52 (?)

Para partículas esféricas, Tagua, un empaquetamiento aleatorio y no aglomerado, cuyo valor sería 0.632.

Para partículas de fibras, Cabuya, un empaquetamiento aleatorio, cuyo valor sería 0.52.

Los valores de kE y $\square m$ pueden derivarse de la teoría, siendo los más cercanos los logrados a menudo asignándoles valores empíricos, que son algo diferente de los valores teóricos.

Las gráficas 4.9 y 4.11, tienen un comportamiento similar entre sí, es decir, una misma tendencia, las muestras que poseen solvente, siendo en este caso agua, tienen una mayor tendencia creciente, siendo la de mayor percepción las muestras de Cabuya con tratamiento de Alcalinización y Blanqueo, y en las muestras que no poseen solventes, es notable el crecimiento de la curva para las muestras de Cabuya con tratamiento de Alcalinización y Silane. Con estos resultados, podemos ver que

la intervención de solventes si influye bastante en el comportamiento del esfuerzo cortante en el fluido para el análisis de su viscosidad, sin menospreciar el previo tratamiento que se le ha realizado a las fibras, buscando una compatibilidad en la nueva mezcla obtenida, para la facilidad de su manejo durante el desarrollo de estas pruebas. Confirmando con ello, el porque resulta más sencillo trabajar en la práctica con las muestras de Cabuya con tratamiento de Alcalinización y Silane, con respecto a las demás muestras, que poseen Cabuya, por tener menor viscosidad.

Las gráficas 4.10 y 4.12, tienen un comportamiento similar. En las muestras de tipo A y B, vemos que las que poseen mayor valor de relación de viscosidad son las muestras preparadas con Tagua sin tratamiento con Organo-Silano, mientras que aquellas que fueron tratadas con Organo-Silane manifiestan menor relación de viscosidad, indicando así que la presencia del Organo Silano ha influido en la viscosidad, pero de manera negativa en las muestras de tipo B, porque los de valores de KU son menores a los establecidos por la norma INEN 1544, teniendo así una mezcla que pierde las características de pintura por su baja viscosidad. En la práctica fue difícil elaborar las

mezcla con tagua tratada con Organo-Silane, por su presentación, llevando más tiempo conseguir la homogeneidad de la mezcla.

Sin embargo, al reemplazar en la Ecuación de Einstein en las muestras con Tagua, sus valores teóricos se dispersan mucho de los obtenidos prácticamente, indicando con ello, que kE no está trabajando con un valor de 2.5, manifestando la existencia de fricción en la superficie de las partículas y el fluido, y que además la curva teórica mantiene la misma tendencia en los todos los casos expuestos, siendo este un comportamiento lineal.

Prueba de medición de pH.

Se expone los resultados de la medición de pH de las muestras en las diferentes situaciones expuestas, como ya antes mencionadas, Cambio de Temperatura y Estabilidad Acelerada, adquiriendo resultados que nos pueden ayudar a determinar el comportamiento inestable de algunas de las muestras durante el desarrollo de las diferentes pruebas, a través de las siguientes tablas de datos:

TABLA 56

Medición de pH. Muestra A.

	Promedio		
Muestra	Vari os	Estabilid ad Acelerad a	Cambio de Temperatu ra
A.0	8,44	8,44	8,41
A.2	8,60	8,41	8,56
A.4	8,30	8,34	8,33
A.6	8,13	8,14	8,17
A.8	8,38	8,29	8,34
A.1	8,52	8,45	8,29
A.3	8,34	8,02	8,44
A.5	8,39	8,38	8,39
A.7	6,70	8,24	8,01
A.9	7,16	7,82	6,86

TABLA 57

Medición de pH. Muestra B.

Muestra	Promedio		
	Variación	Estabilidad Acelerada	Cambio de Temperatura
B.0	8,34	7,94	7,95
B.2	7,79	8,03	7,86
B.4	7,65	7,54	7,76
B.6	6,08	6,24	6,04
B.8	6,03	6,24	5,92
B.1	7,94	7,98	8,05
B.3	8,05	7,92	8,28
B.5	7,22	7,63	7,43
B.7	6,13	6,41	6,18
B.9	6,28	6,40	5,99

Al incursionar en el estudio del pH de una pintura es muy importante que se encuentre en un rango de 8 a 9, es decir, de preferencia trabajar en un medio básico, con justas razones, como lo son la presencia de las bacterias y microorganismos. El pH en una pintura, al ser menor a 8 da la facilidad de que en

este medio surja el nacimiento y procreación de bacterias y microorganismo, es decir, un ataque bacteriológico, lo cual va a ayudar a acelerar el proceso de deterioro y daño del material, causando pérdidas irreversibles del producto, porque los perjuicios son en su mayoría irreversibles.

Esto explica el porque algunas de las muestras se perdieron durante el desarrollo de las pruebas, ya sea antes o después, como se dieron en la mayoría de las pinturas elaboradas con fibra de tagua, indicando con ello, que la presencia de este polvo con estos tratamientos en la pintura es perjudicial, porque tiene poco tiempo de vida, a pesar de conservarlas en condiciones favorables, donde las muestras B.6, B.7, B.8, B.9 y A.9, han presentado valores menores a 7, y justo con ellas es que se ha tenido problemas de corto plazo, sobretodo que la mayoría de estas pruebas se encuentran elaboradas por el tipo de pintura B.

Prueba de medición de porcentaje de Sólido ASTM D-2369

A continuación se exponen los resultados de esta prueba:

TABLA 58

Porcentaje de Sólidos. Muestra A.

Muestra A	Promedio de % Sólido
A.0	53,31
A.2	53,65
A.4	51,06
A.6	53,82
A.8	52,69

TABLA 59

Porcentaje de Sólidos. Muestra B.

Muestra B	Promedio de % Sólido
--------------	----------------------------

B.0	53,15
B.2	49,94
B.4	52,04
B.6	52,29
B.8	53,41

En los porcentajes de sólidos ó de material no volátil, las muestras con mayor porcentaje son las A.6, A.2 y A.0, y la de menor valor es la B.2. Además, hay que distinguir que todas las muestras de tipo A poseen valores mayores al 50%, con respecto a las muestras de tipo B.

Con el dato conocido del espesor de la pintura aplicada en húmedo, es factible determinar el rendimiento teórico de la pintura, con el siguiente cálculo:

Capa seca (45):

$$dft = \frac{wft * SV\%}{100} \quad (\text{Ec. 4.4})$$

Donde,

dft: Dry film thickness [\square m]

wft: wet film thickness [\square m]

SV% Porcentaje de Sólido por Volumen

Rendimiento (45):

$$\frac{SV\% * 10}{dft} \left[\frac{m^2}{Lt} \right] \quad (\text{Ec. 4.5})$$

TABLA 60

Espesor de Capa seca y Rendimiento teórico de la pintura.

	V	76,2	w	152,
	f		f	4
	t		t	
	((

	<input type="checkbox"/> m)		<input type="checkbox"/> m)	
M ue str as	d f t 1 (<input type="checkbox"/> m)	Ren dimi ento teóri co 1 (m2/ lt)	d f t 2 (<input type="checkbox"/> m)	Ren dimi ento teóri co 2 (m2/ lt)
A. 0	4 0 , 6 3	13,1 2	8 1 , 2 5	6,56
A. 2	4 0 ,	13,1 2	8 1 ,	6,56

	8		7	
	8		6	
A.	3	13,1	7	6,56
4	8	2	7	
	,		,	
	9		8	
	1		1	
A.	4	13,1	8	6,56
6	1	2	2	
	,		,	
	0		0	
	1		2	
A.	4	13,1	8	6,56
8	0	2	0	
	,		,	
	1		3	
	5		0	
B,	4	13,1	8	6,56
0	0	2	1	
	,		,	
	5		0	

	0		0	
B.	3	13,1	7	6,56
2	8	2	6	
	,		,	
	0		1	
	6		1	
B.	3	13,1	7	6,56
4	9	2	9	
	,		,	
	6		3	
	6		1	
B.	3	13,1	7	6,56
6	9	2	9	
	,		,	
	8		6	
	4		9	
B.	4	13,1	8	6,56
8	0	2	1	
	,		,	
	7		4	
	0		0	

Existe variaciones en el comportamiento de secado de las diferentes muestras, pero todas poseen una característica en común al establecer el análisis del rendimiento teórico, y es el mismo resultado, claro está que este rendimiento depende del espesor en húmedo al aplicar, y mientras mayor sea este espesor, se va a requerir de más pintura por ello disminuye su rendimiento. En este estudio se hicieron la mayoría de aplicaciones en 3, 6 y 8 mils, cuyos valores fueron llevados a \square m, para el cálculo del rendimiento, mostrando así que a pesar de haber agregado diferentes cargas a las pinturas, y realizado los diferentes tratamientos, no influyeron en los resultados con respecto a las pinturas de referencia.

Comparación de propiedades físicas, mecánicas, reológicas y barrera de las pinturas con las diferentes fibras naturales

A continuación se presentará tablas de cada muestra realizada en el laboratorio con las propiedades de mayor importancia:

TABLA 61:

MUESTRAS A SIN AGUA

MUESTRA	A.0	A.2	A.4	A.6	A.8
Parámetros	Promedio	Promedio	Promedio	Promedio	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,64	11,48	11,30	11,61	11,48
Viscosidad (KU)	121,67	135,67	132,00	140,67	132,00
% Sólidos por peso	53,32	53,65	51,06	53,87	53,32
Estabilidad Acelerada					
KU INICIAL	121,50	134,33	128,00	124,33	121,50
KU FINAL	127,50	132,00	125,67	117,33	127,50
Cambio de Temperatura: Caso 1					
KU INICIAL	120,50	135,33	127,67	123,33	120,50
KU FINAL	130,00	133,67	129,33	121,33	130,00
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	OK	OK		
pH	8,43	8,52	8,32	8,15	8,43
Abrasión					
Punto inicial	392,50	812,50	266,00	615,00	392,50
Punto final	496,50	993,00	377,00	733,00	496,50

TABLA 62:

MUESTRAS A CON AGUA

MUESTRA	A.1	A.3	A.5	A.7	A.9
Parámetros	Promedio	Promedio	Promedio	Promedio	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,08	10,89	10,95	11,23	11,08
Viscosidad (KU)	91,33	112,67	107,33	105,00	98,00
Estabilidad Acelerada					
KU INICIAL	92,00	108,67	104,00	95,33	98,00
KU FINAL	96,50	109,67	103,00	87,00	98,00
Cambio de Temperatura: Caso 1					
KU INICIAL	97,00	111,33	104,33	95,00	98,00
KU FINAL	97,00	107,33	106,00	90,33	98,00
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	OK	OK	OK	OK
pH	8,42	8,27	8,39	7,65	7,65
Abrasión					
Punto inicial	189,50	283,00	281,50	295,00	295,00
Punto final	339,00	363,00	367,50	462,50	462,50

TABLA 63:

MUESTRAS B SIN AGUA

MUESTRA	B.0	B.2	B.4	B.6	B.8
Parámetros	Promedio	Promedio	Promedio	Promedio	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,80	11,29	11,39	11,77	11,80

Viscosidad (KU)	97,00	121,67	125,67	110,00	9
% Sólidos por peso	53,15	49,94	52,04	52,29	5
Estabilidad Acelerada					
KU INICIAL	101,50	119,67	124,67	98,67	9
KU FINAL	107,50	107,33	127,67	68,00	9
Cambio de Temperatura: Caso 1					
KU INICIAL	105,50	119,67	124,67	103,00	9
KU FINAL	113,50	103,00	119,67	82,33	8
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	OK	OK	OK	
pH	8,08	7,89	7,65	6,12	6
Abrasión	-----	-----	-----	-----	--
Punto inicial	162,00	218,00	400,00	347,50	3
Punto final	309,50	330,00	510,50	463,00	4

TABLA 64:

MUESTRAS B CON AGUA

MUESTRA	B.1	B.3	B.5	B.7	B
Parámetros	Promedio	Promedio	Promedio	Promedio	P
Densidad (Lbs/g)	11,18	10,97	11,03	11,31	1
Viscosidad (KU)	79,00	100,67	103,00	88,67	7
Estabilidad Acelerada					

KU INICIAL	91,00	99,00	103,67	79,00	7
KU FINAL	85,00	100,00	99,00	61,67	7

Cambio de Temperatura: Caso 1

KU INICIAL	87,00	99,67	102,67	79,00	7
KU FINAL	85,50	99,67	102,00	59,67	7
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	OK	OK	OK	
pH	7,99	8,08	7,43	6,24	6

Abrasión

Punto inicial	138,50	162,50	79,00	285,00	1
Punto final	237,50	214,00	141,50	406,00	3

CAPÍTULO 5

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Conclusiones:

Preparación de Fibra de Tagua:

El Método 2, de Esmerilado y Molienda con 11% de Volumen de carga, resultó ser el mejor procedimiento de los tres utilizados, y con el que se

obtuvo mayor aprovechamiento del material, más del 80%, trabajando con un tamaño de grano de 74 μ m

Se produce menos desperdicio de material y color más claro del polvo de tagua con el disco de esmeril de tamaño grueso.

Preparación de las pinturas con fibras:

La presentación de las pinturas con fibras de cabuya tienen una notoria peculiaridad, parece que se hubiera cortado la pintura, lo cual no se nota con la presencia del polvo de tagua, ocasionado por el tamaño de partícula que favorece mucho más a la tagua que a la cabuya.

Se requiere mayor tiempo de mezclado para la preparación de las muestras con Tagua con ó sin tratamiento, debido a que estas no se acoplan con facilidad a la pintura como es en el caso de Cabuya, por su facilidad de adquirir humedad del medio.

El tratamiento aplicado a las fibras de Cabuya no fue correctamente encaminado para lograr un acople entre la matriz polimérica y las fibras, debido a que se consiguió el enlace, pero durante las aplicaciones no se consigue homogeneidad en el acabado.

El tratamiento de Organo-Silano no ayudó a las fibras de Tagua y las pinturas a interrelacionarse, antes bien aceleró el deterioro de estas pinturas, mucho más que aquellas muestras que no fueron tratadas.

Resistencia al Agua y medios Alcalinos:

La muestra A.2, con 10% de fibra de Cabuya tratada con Alcalinización y Blanqueo no es resistente a medios alcalinos, porque manifiesta exceso de humedad.

Resistencia a la Abrasión:

La muestra A.2, con 10% de fibra de Cabuya tratada con Alcalinización y Blanqueo es la más resistente a los medios abrasivos, superando en un 100% a la pintura de referencia. En cambio, la muestra B.5, con 10% de fibra de Cabuya tratada con Alcalinización y Silane manifiesta un 40.42% desgaste inferior a la muestra de referencia, siendo así, una pintura de poca Calidad.

La pintura de tipo B soporta mejor la abrasión con agua, con un rendimiento que baja un 15%, que las pinturas de tipo A con agua, cuyo rendimiento cae a un 52%, con respecto a su pintura de referencia.

Las muestras de tipo A, cuyas fibras no fueron sometidas a tratamientos con Silane presentaron mayor rendimiento a la prueba de abrasión que aquellas que si fueron tratadas con este agente acoplante.

En las muestras de tipo A con porcentaje de agua, influyó la presencia de las fibras incrementando su resistencia a la abrasión. En cambio en las muestra de tipo B, sólo requirieron de la presencia de las fibras para incrementar esta propiedad.

Las muestras B.4 y B.8, mostraron una interacción entre los componentes de la pintura y el tratamiento de sus fibras con Silane en la prueba de resistencia a la abrasión, mostrando resultados favorables, con respecto a las pinturas de tipo B.

Estabilidad Acelerada y Cambio de Temperatura:

Se puede concluir en base a estos resultados, que la Tagua le da inestabilidad a la pintura, y la Cabuya le da estabilidad, a pesar de que ésta produce una pequeña variación de la viscosidad, pero menor que las muestras de referencias.

La pintura de tipo B es más estable que la pintura de tipo A, existiendo un aumento de variación de viscosidad sin fibras en ambas, debido a los componentes que posee cada pintura.

La aplicación de las pinturas sobre las láminas de yeso en la prueba de cambio de temperatura fueron resultados favorables, con un secado rápido, gran capacidad de recubrimiento, sin manifestar algún defecto en la aplicación.

Resistencia al Lavado:

Para los resultados expuestos en la prueba de resistencia al Lavado, las muestras de tipo B tienen mejor comportamiento que las muestras de tipo A, presentando un buen nivel de limpieza a los 25 ciclos.

El tamaño de la partícula influye en la limpieza de la muestra, en donde la fibra de Cabuya da mayor rugosidad a la película requiriendo más ciclos de limpieza, y el polvo de Tagua da menor rugosidad, requiriendo la cantidad normal de ciclos para alcanzar los niveles de limpieza aceptables.

Resistencia al Intemperie:

Todas las muestras pasaron la prueba de resistencia al Intemperie, sin manifestación de algún tipo de defecto como grietas, chalking y demás, durante su desarrollo, y en base a los resultados expuestos se concluye que es suficiente dos manos de aplicación sobre el sustrato para optimizar pintura.

Las muestras con Cabuyas poseen características no favorables para ser aplicadas con brochas, en cambio las que poseen Tagua son más fáciles de aplicar con brocha.

Densidad:

La densidad de las muestras no presentan gran variación fluctúa con + 1lbs./gls., siendo las de menor densidad las muestras con Cabuya.

Medición de Viscosidad:

En base a los gráficos expuestos, concluimos que el tratamiento de Silane influye más en la Tagua que en la Cabuya, ya que en la Tagua existen mayor variación de viscosidad, ocasionando que salga de los rangos establecidos por la norma INEN 1544.

La Ecuación de Einstein nos puede ser útil hasta un 5% de carga de Tagua añadida, para realizar cálculos teóricos del comportamiento de la viscosidad en la pintura, ya que esta ecuación maneja porcentajes bajos, considerando además que trabaja con partículas esféricas rígidas, sin fricción, que en la realidad no fue así.

Medición de pH:

La presencia de pH menores a 7 en las muestras B.6, B.7, B.8, B.9 y A.9, han confirmado su deterioro por causa de ataques bacteriológicos.

Porcentaje de Sólido por Volumen:

El rendimiento teórico de las pinturas es el mismo en todas las muestras, a pesar de que existen variaciones en el porcentaje de sólido por volumen de las mismas.

Recomendaciones:

Preparación de las pinturas con fibras:

Se recomienda cambiar el tamaño de las fibras de Cabuya, porque origina un mal acabado de tipo arquitectónico, durante sus aplicaciones.

Se recomienda el uso de perfumes en las pinturas de tipo B que poseen fibras con Tagua, debido a que sus olores no son tan agradables.

Para las muestras con semilla de Tagua se recomienda realizar otro tipo de estudio sobre su contenido de proteínas, lípidos carbohidratos, para

comprender mejor el comportamiento inestable de estas muestras de pinturas hasta el punto de que se deterioran en poco tiempo. Sería una opción analizar las mantas negras de las pinturas dañadas (Análisis de identificación de micro organismos), para saber que tipo de hongos, o microorganismos poseen.

Resistencia al Agua y medios Alcalinos:

Se recomienda hacer otro tratamiento a las fibras de Cabuyas, debido al exceso de humedad que se manifestó en la muestra de pintura con Cabuya tratada con Alcalinización y Blanqueo, a través de ampollas y grietas, sin recuperarse la muestra, ya que si fuera falla de la pintura, esta manifestación se hubiera presentado en la mayoría de las muestras expuestas a medios alcalinos.

Resistencia a la Abrasión:

Según la norma ASTM D-2486, para establecer la prueba de abrasión entre una muestra nueva y la de referencia se debe realizar la aplicación en la misma leneta, pero como es una muestra a la cual se ha dado contextura se prefirió hacerlas por separadas, ya que esta contextura podría influir demasiado en los resultados, provocando desgastes primero en la muestra con textura y después en la muestra de referencia.

Estabilidad Acelerada y Cambio de Temperatura:

Se recomienda no realizar las pruebas de envejecimiento o estabilidad con muestras alteradas con solventes, porque cambian mucho las características de las muestras, a pesar de que se manifestó de manera positiva en las pruebas realizadas al terminar los ciclos de exposiciones de tiempo, pero, después manifestó daños irreversibles en las pinturas.

Densidad:

La prueba de densidad es preferible llevarla a cabo después de un día de preparación de la muestra, por lo que se puede llenar de aire durante la agitación con la máquina agitadora.

Medición de pH:

Se sugiere realizar una regulación de pH de las muestras que manifestaron este valor muy bajo a los establecidos.

Se sugiere el uso de fungicidas, alquicidas y bactericidas en las muestras, para combatir bacterias y microorganismos que surjan de las mismas.

CAPÍTULO 5

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Conclusiones:

Preparación de Fibra de Tagua:

- El Método 2, de Esmerilado y Molienda con 11% de Volumen de carga, resultó ser el mejor procedimiento de los tres utilizados, y con el que se obtuvo mayor aprovechamiento del material, más del 80%, trabajando con un tamaño de grano de 74 μm
- Se produce menos desperdicio de material y color más claro del polvo de tagua con el disco de esmeril de tamaño grueso.

Preparación de las pinturas con fibras:

- La presentación de las pinturas con fibras de cabuya tienen una notoria peculiaridad, parece que se hubiera cortado la pintura, lo cual no se nota con la presencia del polvo de tagua, ocasionado por el tamaño de partícula que favorece mucho más a la tagua que a la cabuya.
- Se requiere mayor tiempo de mezclado para la preparación de las muestras con Tagua con ó sin tratamiento, debido a que estas no se acoplan con facilidad a la pintura como es en el caso de Cabuya, por su facilidad de adquirir humedad del medio.
- El tratamiento aplicado a las fibras de Cabuya no fue correctamente encaminado para lograr un acople entre la matriz polimérica y las fibras, debido a que se consiguió el enlace, pero durante las aplicaciones no se consigue homogeneidad en el acabado.
- El tratamiento de Organo-Silano no ayudó a las fibras de Tagua y las pinturas a interrelacionarse, antes bien aceleró el deterioro de estas pinturas, mucho más que aquellas muestras que no fueron tratadas.

Resistencia al Agua y medios Alcalinos:

- La muestra A.2, con 10% de fibra de Cabuya tratada con Alcalinización y Blanqueo no es resistente a medios alcalinos, porque manifiesta exceso de humedad.

Resistencia a la Abrasión:

- La muestra A.2, con 10% de fibra de Cabuya tratada con Alcalinización y Blanqueo es la más resistente a los medios abrasivos, superando en un 100% a la pintura de referencia. En cambio, la muestra B.5, con 10% de fibra de Cabuya tratada con Alcalinización y Silane manifiesta un 40.42% desgaste inferior a la muestra de referencia, siendo así, una pintura de poca Calidad.
- La pintura de tipo B soporta mejor la abrasión con agua, con un rendimiento que baja un 15%, que las pinturas de tipo A con agua, cuyo rendimiento cae a un 52%, con respecto a su pintura de referencia.
- Las muestras de tipo A, cuyas fibras no fueron sometidas a tratamientos con Silane presentaron mayor rendimiento a la prueba de abrasión que aquellas que si fueron tratadas con este agente acoplante.
- En las muestras de tipo A con porcentaje de agua, influyó la presencia de las fibras incrementando su resistencia a la abrasión. En cambio en las muestra de tipo B, sólo requirieron de la presencia de las fibras para incrementar esta propiedad.

- Las muestras B.4 y B.8, mostraron una interacción entre los componentes de la pintura y el tratamiento de sus fibras con Silane en la prueba de resistencia a la abrasión, mostrando resultados favorables, con respecto a las pinturas de tipo B.

Estabilidad Acelerada y Cambio de Temperatura:

- Se puede concluir en base a estos resultados, que la Tagua le da inestabilidad a la pintura, y la Cabuya le da estabilidad, a pesar de que ésta produce una pequeña variación de la viscosidad, pero menor que las muestras de referencias.
- La pintura de tipo B es más estable que la pintura de tipo A, existiendo un aumento de variación de viscosidad sin fibras en ambas, debido a los componentes que posee cada pintura.
- La aplicación de las pinturas sobre las láminas de yeso en la prueba de cambio de temperatura fueron resultados favorables, con un secado rápido, gran capacidad de recubrimiento, sin manifestar algún defecto en la aplicación.

Resistencia al Lavado:

- Para los resultados expuestos en la prueba de resistencia al Lavado, las muestras de tipo B tienen mejor comportamiento que las muestras de tipo A, presentando un buen nivel de limpieza a los 25 ciclos.
- El tamaño de la partícula influye en la limpieza de la muestra, en donde la fibra de Cabuya da mayor rugosidad a la película requiriendo más ciclos de limpieza, y el polvo de Tagua da menor rugosidad, requiriendo la cantidad normal de ciclos para alcanzar los niveles de limpieza aceptables.

Resistencia al Intemperie:

- Todas las muestras pasaron la prueba de resistencia al Intemperie, sin manifestación de algún tipo de defecto como grietas, chalking y demás, durante su desarrollo, y en base a los resultados expuestos se concluye que es suficiente dos manos de aplicación sobre el sustrato para optimizar pintura.
- Las muestras con Cabuyas poseen características no favorables para ser aplicadas con brochas, en cambio las que poseen Tagua son más fáciles de aplicar con brocha.

Densidad:

- La densidad de las muestras no presentan gran variación fluctúa con \pm 1lbs./gls., siendo las de menor densidad las muestras con Cabuya.

Medición de Viscosidad:

- En base a los gráficos expuestos, concluimos que el tratamiento de Silane influye más en la Tagua que en la Cabuya, ya que en la Tagua existen mayor variación de viscosidad, ocasionando que salga de los rangos establecidos por la norma INEN 1544.
- La Ecuación de Einstein nos puede ser útil hasta un 5% de carga de Tagua añadida, para realizar cálculos teóricos del comportamiento de la viscosidad en la pintura, ya que esta ecuación maneja porcentajes bajos, considerando además que trabaja con partículas esféricas rígidas, sin fricción, que en la realidad no fue así.

Medición de pH:

- La presencia de pH menores a 7 en las muestras B.6, B.7, B.8, B.9 y A.9, han confirmado su deterioro por causa de ataques bacteriológicos.

Porcentaje de Sólido por Volumen:

- El rendimiento teórico de las pinturas es el mismo en todas las muestras, a pesar de que existen variaciones en el porcentaje de sólido por volumen de las mismas.

Recomendaciones:**Preparación de las pinturas con fibras:**

- Se recomienda cambiar el tamaño de las fibras de Cabuya, porque origina un mal acabado de tipo arquitectónico, durante sus aplicaciones.
- Se recomienda el uso de perfumes en las pinturas de tipo B que poseen fibras con Tagua, debido a que sus olores no son tan agradables.
- Para las muestras con semilla de Tagua se recomienda realizar otro tipo de estudio sobre su contenido de proteínas, lípidos carbohidratos, para comprender mejor el comportamiento inestable de estas muestras de pinturas hasta el punto de que se deterioran en poco tiempo. Sería una opción analizar las mantas negras de las pinturas dañadas (Análisis de identificación de micro organismos), para saber que tipo de hongos, o microorganismos poseen.

Resistencia al Agua y medios Alcalinos:

- Se recomienda hacer otro tratamiento a las fibras de Cabuyas, debido al exceso de humedad que se manifestó en la muestra de pintura con Cabuya tratada con Alcalinización y Blanqueo, a través de ampollas y grietas, sin recuperarse la muestra, ya que si fuera falla de la pintura, esta manifestación se hubiera presentado en la mayoría de las muestras expuestas a medios alcalinos.

Resistencia a la Abrasión:

- Según la norma ASTM D-2486, para establecer la prueba de abrasión entre una muestra nueva y la de referencia se debe realizar la aplicación en la misma leneta, pero como es una muestra a la cual se ha dado contextura se prefirió hacerlas por separadas, ya que esta contextura podría influir demasiado en los resultados, provocando desgastes primero en la muestra con textura y después en la muestra de referencia.

Estabilidad Acelerada y Cambio de Temperatura:

- Se recomienda no realizar las pruebas de envejecimiento o estabilidad con muestras alteradas con solventes, porque cambian mucho las características de las muestras, a pesar de que se manifestó de

manera positiva en las pruebas realizadas al terminar los ciclos de exposiciones de tiempo, pero, después manifestó daños irreversibles en las pinturas.

Densidad:

- La prueba de densidad es preferible llevarla a cabo después de un día de preparación de la muestra, por lo que se puede llenar de aire durante la agitación con la máquina agitadora.

Medición de pH:

- Se sugiere realizar una regulación de pH de las muestras que manifestaron este valor muy bajo a los establecidos.
- Se sugiere el uso de fungicidas, alquicidas y bactericidas en las muestras, para combatir bacterias y microorganismos que surjan de las mismas.

APÉNDICES

APÉNDICE A:

DEFECTOS DE LA PINTURA

- La adherencia a substratos difíciles

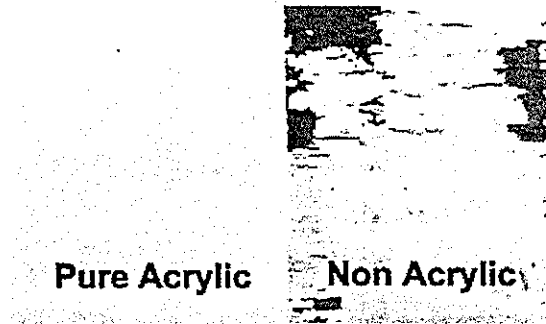


FIGURA 1: Resistencia a la adhesión (125).

- La resistencia a la abrasión

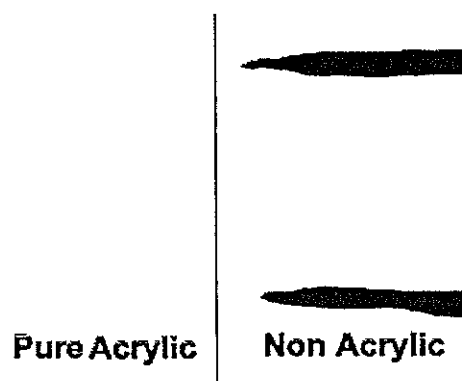


FIGURA 2: Resistencia a la abrasión (125).

- La resistencia a grietas, cortes, y pérdida de color

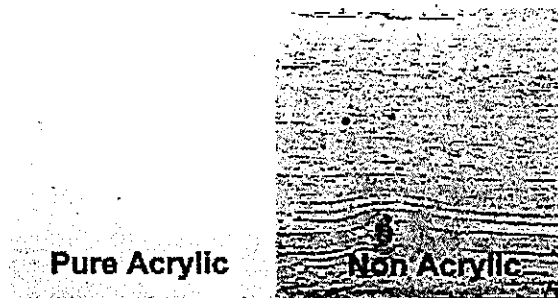


FIGURA 3: Resistencia a grietas (125).

- Ampolla o resistencia al agua

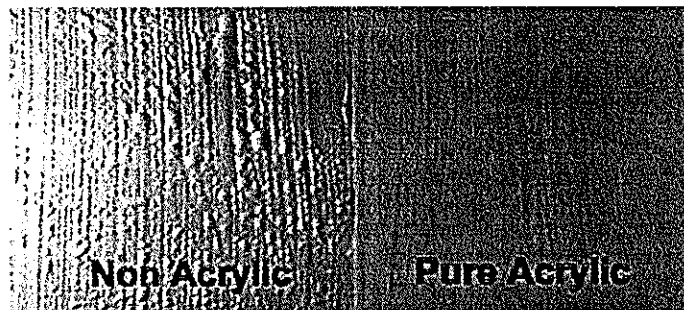


FIGURA 4: Resistencia al Agua (125).



- La Resistencia de álcali

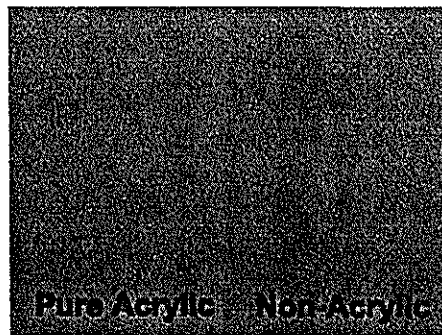


FIGURA 5: Resistencia al álcali (125).

- Resistencia al Bloqueo

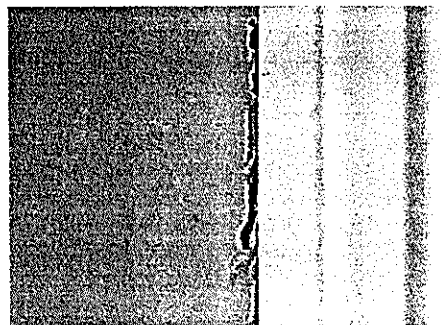


FIGURA 6: Resistencia al Bloqueo (125).

- La resistencia de Eflorescencia

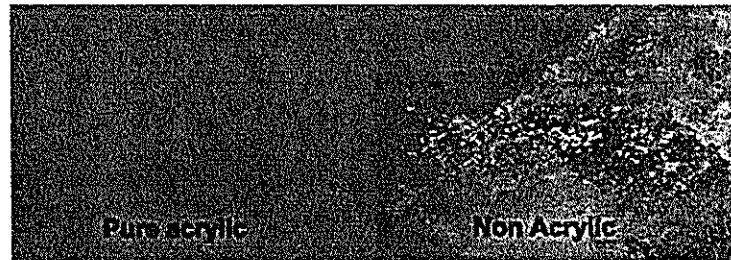


FIGURA 7: Resistencia de Eflorescencia (125).

- Grietas

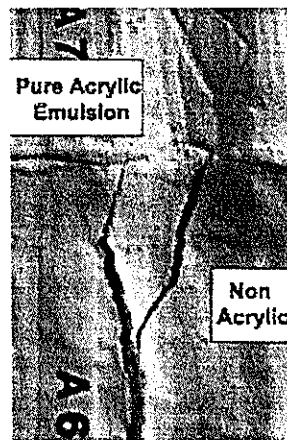
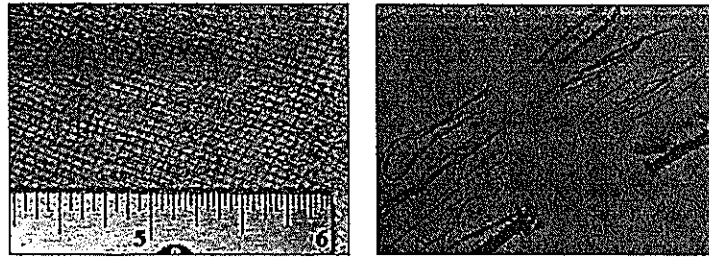


FIGURA 8: Grietas (125)

- Resistencia a la Mancha y Fuerza de Impresión



Pobre resistencia a la impresión Pobre resistencia a la mancha

FIGURA 9: Resistencia a Mancha y Fuerza de Impresión

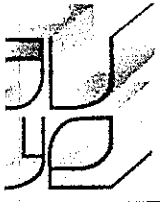
(125)

APÉNDICE B:

ANÁLISIS BROMATOLÓGICO DE LA TAGUA



IN - ESPOL



Acreditado por A2LA
Certificate Number:
2103-01 / 2103-02

Acreditado por DRE
Acreditación
N° DRE LE 10 05-004
Registro Oficial 111

LABORATORIOS "AVVE" S.A.

INFORME DE ENSAYOS

FECHA DE INFORME:	17/Jul/2006	ORDEN:	2834	N° DE INFORME:	2414	PÁGINA:	1/1
-------------------	-------------	--------	------	----------------	------	---------	-----

INFORMACION DEL CLIENTE:

NOMBRE:	JULIO SALAZAR BRAVO		
DIRECCIÓN:	ALBORADA 3 ETAPA MZ. BQ VILLA 1		
TELÉFONO:	2271695	FAX:	--
E. MAIL:	--		

DATOS DE LA MUESTRA:

TIPO DE MUESTRA:	Varios		
NOMBRE:	TAGUA		
DESCRIPCIÓN:	Tagua		
LOTE:	--	FECHA DE ELAB.:	--
		FECHA DE EXP.:	--
CONTENIDO:	DECLARADO: --	ENCENTRADO:	1 de 450 g
		CONDICIÓN:	Normales, funda plástica
FECHA DE RECEPCIÓN:	12/Jul/06	CÓD. LABORATORIO:	VR-C-154-12-07-06
		MUESTREO:	Realizado por el cliente

CONDICIONES AMBIENTALES:	TEMPERATURA:	25°C - 28°C
	HUMEDAD RELATIVA:	45% - 65%

RESULTADOS

ANÁLISIS QUÍMICO					
FECHA DE ANÁLISIS	12/Jul/06	PAGINA R 38-5.10:		3082	
PARÁMETROS	UNIDAD	RESULTADOS	Incertid*	REQUISITOS	MÉTODO DE REFERENCIA
HUMEDAD A 100°C	g %	8,90	--	--	AOAC 17th 930.15
CENIZAS	g %	1,39	--	--	AOAC 17th 942.05
GRASA	g %	0,83	--	--	AOAC 17th 920.39
PROTEÍNAS (N x 5,7)	g %	3,51	--	--	AOAC 17th 954.01
CARBOHIDRATOS POR DIFERENCIA *	g %	85,37	--	--	Cálculo
ENERGÍA *	kcal/100 g	326,06	--	--	Cálculo
FIBRA *	g %	17,93	--	--	AOAC 17th 993.21

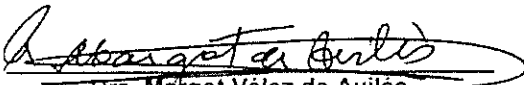
OBSERVACIONES

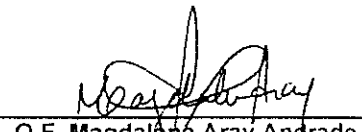
* Parámetros no se encuentran dentro del alcance de Acreditación de A2LA y del OAE

Estos resultados corresponden exclusivamente a la muestra analizada

La contra muestra se almacena en el laboratorio por 3 semanas.

Prohibida su reproducción total o parcial, sin previa autorización de LABORATORIOS AVVE S A


Dra. Margot Vélez de Avilés
GERENTE GENERAL & TÉCNICO


Q.F. Magdalena Aray Andrade
DIRECTORA DE CALIDAD

Av. 1245 y 9 de Julio Parque Industrial California - 1 Edificio Comercial # 3 Local 4R
Telf. Directo: 2101326-2101556-2100017 Ext. 224 Móvil: 099078518 * 099088716
E-mail: labayve@gqe.salnet.net - labayve@telconet.net
Punto de Recepción de Muestras en Portoviejo Telf.: 052 633-711
Guayaquil Ecuador



APÉNDICE C:
HOJA TÉCNICA DEL SILANO

Sivento™

sharing expertise worldwide

■ Product Information

DYNASYLAN® VTMO

Vinyltrimethoxysilane



CAS: 2768-02-7
 EINECS: 220-449-8
 TSCA/DSL: listed / listed

Product Description

DYNASYLAN® VTMO is a bifunctional organosilane possessing a reactive vinyl group and a hydrolyzable inorganic trimethoxysilyl group. The dual nature of its reactivity allows DYNASYLAN® VTMO to bind chemically to both inorganic materials (e.g. glass, metals, fillers) and organic

polymers (e.g. thermosets, thermoplastics, elastomers), thus functioning as a crosslinking agent, adhesion promoter and/or surface modifier.

DYNASYLAN® VTMO is a colorless, low-viscosity liquid with a typical aromatic odor.

Technical data

Property	Value	Unit	Method
Density (20 °C / 68 °F)	approx. 0.97	g/cm ³	DIN 51757
Refractive index (n _D 20)	approx. 1.390	-	DIN 51423
Boiling point (1013 hPa / 760 Torr)	approx. 123 / 253	°C / °F	DIN 51751
Flash point	approx. 22 / 72	°C / °F	DIN 51755
Viscosity (20 °C / 68 °F), dynamic	1 / 1	mPa.s / cSt	DIN 53015

Properties and Applications**Reactivity**

In the presence of moisture the methoxy (Si-OCH₃) groups of DYNASYLAN® VTMO hydrolyze to produce methanol and reactive silanol (Si-OH) groups which can bond to a variety of inorganic substrates or react with

each other to form siloxane bonds (Si-O-Si). The organophilic vinyl end of DYNASYLAN® VTMO can also react with a suitable polymer initiated by a peroxide.

This information and all further technical advice is based on our present knowledge and experience. However, it implies no liability or other legal responsibility on our part, including with regard to existing third party intellectual property rights, especially patent rights. In particular, no warranty, whether express or implied, or guarantee of product properties in the legal sense is intended or implied. We reserve the right to make any changes according to technological progress or further developments. The customer is not released from the obligation to conduct careful inspection and testing of incoming goods. Performance of the product described herein should be verified by testing, which should be carried out only by qualified experts in the sole responsibility of a customer. Reference to trade names used by other companies is neither a recommendation, nor does it imply that similar products could not be used.

* = registered trademark

Formular
 Produktentwicklung
 Europa
 Walter-Böhrig-Str. 10

Regio 140
 Degussa-Str. 1
 D-42699 Solingen, 13115
 Germany
 Tel. +49 212 25 11 11
 Fax +49 212 25 33 41

Degussa Corp.
 North & South
 200 Interstate Hwy.
 PO Box 577
 Parsippany, NJ 07054-0577
 USA
 Tel. +1 973-261-4415
 Fax +1 973-261-4415

Sivento™

sharing expertise worldwide

■ Product Information

Applications

1. Moisture curing of polymers

DYNASYLAN® VTMO is suitable for the preparation of moisture-curing polymers, e.g. polyethylene. The characteristic feature of this process is peroxide-initiated grafting of the vinylsilane to the polymer during extrusion. After grafting, the polymer can still be processed as a thermoplast. Only upon treatment with moisture (in a 80-100 °C waterbath, steambath, or even at ambient conditions), the polymer chains are linked together; thereby forming a crosslinked polymer. This reaction can be accelerated by using a catalyst.

Silane crosslinked polyethylene is widely used as cable isolation, and sheathing mainly in low voltage applications as well as for hot water/sanitary pipes and underfloor heating.

Heat resistance is the main reason for the crosslinking of polymers for cable applications, but crosslinking can also improve the following properties: tear- and crack resistance, chemical resistance, abrasion resistance, memory effect.

DYNASYLAN® VTMO may also be used as a co-monomer for the preparation of different polymers such as polyethylene or acrylics. Those polymers show an improved adhesion to inorganic surfaces and they can also be crosslinked with moisture as described above.

2. Adhesion promotion and surface modification

Because of its ability to react with inorganic fillers as well as with organic polymers (activated by e.g. peroxides or radiation), DYNASYLAN® VTMO acts as an efficient adhesion promoter for various mineral-filled polymers, improving mechanical and electrical properties especially after exposure to moisture. Once bonded to an inorganic filler, DYNASYLAN® VTMO hydrophobates the filler surface, improving the compatibility of fillers with polymers, leading to a better dispersibility, reduced melt viscosity and easier processing of filled plastics.

The pretreatment of glass, metals, or ceramic surfaces with DYNASYLAN® VTMO improves the adhesion of coatings on these surfaces and can thus improve the corrosion resistance.

3. DYNASYLAN® VTMO as co-monomer for polymer dispersions

Polymer dispersions (e.g. styrene acrylics), modified with DYNASYLAN® VTMO show improved adhesion strength in wet conditions and wet scrub resistance.

4. DYNASYLAN® VTMO as moisture scavenger DYNASYLAN® VTMO reacts rapidly with water. Even traces of water can be removed with DYNASYLAN® VTMO. This effect is used widely in sealants.

5. Other applications of DYNASYLAN® VTMO

DYNASYLAN® VTMO can easily bond to OH-groups. Hydroxyl containing polymers e.g. functionalized silicones, may be modified with DYNASYLAN® VTMO, thereby introducing reactive vinyl groups into the polymer chains. The vinyl group of DYNASYLAN® VTMO is activated by its proximity to silicon, which makes it an attractive molecule for different organic syntheses.

Safety and Handling

Information on assessment of the product for the purposes of hazardous material regulations, safety, toxicological data and storage information are given in the Material Safety Data Sheet. The Safety Data Sheet is available upon request from your local Degussa representative.

Packaging, Storage and Shelf Life

DYNASYLAN® VTMO is supplied in 25 kg and 50 kg pails, in 195 kg drums or in 800 kg and 900 kg containers.

The containers must remain tightly sealed during storage and kept in a cool, well aired place. Product should be protected against humidity. In the unopened container the shelf life of DYNASYLAN® VTMO is one year.



024e/Jan-05

E - ESPOL

Product Manager
DYNASYLAN® VTMO
E-mail
dvtmo@degussa.com

Degussa AG
Alte Mainstraße 9
42799 Solingen, Main
Germany
Tel. +49 212 311 115
Fax +49 212 311 3347

Degussa Corp.
Americas Division
170 Interpace Parkway
PO Box 977
Fairport, NY 12024-0977
USA
Tel. +1 518 461 4813
Fax +1 518 461 4835

This information and all further technical advice is based on our present knowledge and experience. However, it implies no liability or other legal responsibility on our part, including with regard to existing third party intellectual property rights, especially patent rights. In particular, no warranty, whether express or implied, or guarantee of product properties in the legal sense is intended or implied. We reserve the right to make any changes according to technological progress or further developments. The customer is not released from the obligation to conduct careful inspection and testing of incoming goods. Performance of the product described herein should be verified by testing, which should be carried out only by qualified experts in the sole responsibility of a customer. Reference to trade names used by other companies is neither a recommendation, nor does it imply that similar products could not be used.

* = registered trademark

APÉNDICE D:

**NORMAS ASTM DE REFERENCIA PARA PRUEBAS
DE CONTROL DE CALIDAD DE PINTURAS
ARQUITECTÓNICAS Y MOLIENDA DE MATERIALES**



Designation: C 92 – 95 (Reapproved 1999)

Standard Test Methods for Sieve Analysis and Water Content of Refractory Materials¹

This standard is issued under the fixed designation C 92; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

1. Scope

1.1 These test methods cover a wet and a dry method for sieve analysis of refractory materials.

1.1.1 *Wet Sieve Analysis*—Water promotes the slaking of clays and helps to separate fine particles, washing them from the larger grains. This method is recommended for use with materials that require water addition, and that slake in normal industrial use.

1.1.2 *Dry Sieve Analysis*—The dry method is not as effective as the wet method in determining the amount of material present in the smaller particle sizes. It is recommended (1) for clays, when the slaking action of water is undesirable, (2) when the material is in the form of coarsely ground grog and calcine, and (3) when the clay is to be used in such a way that the ultimate particle size is of secondary importance.

1.2 These test methods also cover determination of the water content of refractory materials in the wet condition and of air-dried samples as received, so that the sieve analysis can be calculated on the dry basis. Included is a method for obtaining the water content of other refractory materials, such as plastic refractories and wet mixes.

1.3 The values stated in inch-pound units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are for information only.

1.4 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

C 429 Test Method for Sieve Analysis of Raw Materials for Glass Manufacture²

¹ These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee C-8 on Refractories and are the direct responsibility of Subcommittee C08.03 on Physical Properties.

Current edition approved Oct. 10, 1995. Published December 1995. Originally published as C 92 – 43 T. Last previous edition C 92 – 88.

² *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 15.02.

E 11 Specification for Wire-Cloth Sieves for Testing Purposes³

E 105 Practice for Probability Sampling of Materials³

E 122 Practice for Choice of Sample Size to Estimate a Measure of Quality for a Lot or Process³

2.2 Other Document:

ASTM STP 447 *Manual on Test Sieving Methods*⁴

3. Significance and Use

3.1 Particle size distribution has a major affect upon most of the refractory properties. These test methods provide a means of measuring the distribution for the purpose of comparison to the desired distribution.

3.2 These test methods also cover determination of the water content of refractory materials in the wet condition and of air-dried samples received, so that the sieve analysis can be calculated on the dry basis.

3.3 These methods can produce data for specification acceptance, design purposes, manufacturing control, and research and development.

3.4 A reference set of standard matched or calibrated sieves⁵ shall be provided for use in checking the set of sieves used in the actual sieve analysis of samples. The sieves for use in sieve analysis may also be standard matched sieves or may be unmatched sieves conforming to the Specification Table in Specification E 11, provided that such sieves will give results that differ by no more than 5 % from those obtained with the reference set when the two sets are compared in accordance with the section of Test Method C 429 on testing of sieves and samples splitters.

4. Apparatus

4.1 ASTM sieves, or the equivalent Tyler Series listed in Table 1, shall be used. The wire cloth for the sieves, described in Specification E 11, shall be woven (not twilled) and

³ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 14.02.

⁴ Available from ASTM, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428.

⁵ Matched sieves such as those supplied by W. S. Tyler, Inc., Mentor, OH 44060, have been found satisfactory.



TABLE 1 ASTM Sieves and the Equivalent Tyler Standard Series

ASTM Sieves (U.S. Standard Series) No.	Tyler Standard Series (Mesh Designation)	Sieve Opening
0.265 in.	3	6.7 mm
4	4	4.75 mm
6	6	3.35 mm
8	8	2.36 mm
12	10	1.70 mm
16	14	1.18 mm
20	20	850 μm
30	28	600 μm
40	35	425 μm
50	48	300 μm
70	65	212 μm
100	100	150 μm
140	150	106 μm
200	200	75 μm

mounted without distortion or looseness in 8-in. (200-mm) diameter circular frames. Pans and covers shall be provided for the sieves.

5.2 Sampling, Test Specimens, and Test Units

5.1 A representative sample of the material to be tested shall weigh at least four to five times the required weight of the actual test specimen. Material on which the water content is to be determined shall be packed in a watertight container.

5.2 Water Content:

5.2.1 *Wet-Type Air-Setting Refractory Mortars*—Remove approximately 50 g of the material immediately after opening the original container and after carefully mixing the contents. To facilitate handling the specimen, place it on a tared piece of waxed paper or aluminum weighing dish. Weigh the test specimen to the nearest 0.1 g both before and after drying for 4 h at 220 to 230°F (105 to 110°C). Calculate the percentage of water to the nearest 0.1 % on the as-received basis.

5.2.2 *Materials Other Than Wet-Type Air-Setting Refractory Mortars* (ground fire clays, fireclay mortars, dry-type air-setting mortars, plastic refractories, and similar materials)—If the material is shipped in the wet condition, prevent loss of water before obtaining a test specimen of approximately 250 g. Weigh the test specimen to the nearest 0.1 g both before and after drying for 3 h at 220 to 230°F (105 to 110°C). Calculate the percentage of water to the nearest 0.1 % on the as-received basis. The dried specimen may be required for further tests (see Sections 6 and 7).

WET SIEVE ANALYSIS

6. Dry Materials

6.1 If the material is received in the dry condition, the test specimen (Note 1) shall consist of the dried and weighed test specimen prepared in accordance with 5.2.2.

NOTE 1—The size of the test specimen may be changed by reason of the nature of the material. For example, some clays tend to pack or cake on the sieves when ground to exceedingly fine particle size, in which case a 100-g sample may be used. For plastic refractories or coarsely ground mixes, the weight of the specimen could be increased to 500 g.

7. Wet Materials

7.1 Materials prepared with water (plastic refractories, wet-type high-temperature bonding mortars, etc.) shall be tested as

received. Take two test specimens immediately after opening the original container and, in the case of mortars, after carefully mixing the contents. Use one specimen for determining the water content in accordance with either 5.2.1 or 5.2.2. Obtain approximately 250 g of the other specimen (Note 1) for sieve analysis. Weigh the test specimen to the nearest 0.1 g and transfer to the 1-dm³ container (see Section 8). Wash the utensils used during weighing (to which a small part of the sample may adhere) with a small jet of water from a ¼-in. (6-mm) hose to ensure a quantitative transfer of the weighed specimen to the container.

8. Procedure

8.1 Place the test specimen into a container of about 1-dm³ capacity. Add sufficient water to form a slurry. Allow slaking to proceed for 1 h, after which a further addition of water may be necessary. Then transfer the test specimen (without loss) to the finest sieve to be used in the analysis. Wash with a small jet of water from a ¼-in. (6-mm) rubber hose until the water passing through the sieve contains only traces of the specimen. Exercise care during washing to prevent loss by splashing. It may be necessary to break up lumps by gently rubbing between the fingers, but never by rubbing or pressing against the sieve. Then dry the washed residue in the sieve to constant weight at 220 to 230°F (105 to 110°C). This usually requires about 2 h. If desired, a preliminary drying period at a lower temperature may be used. Then transfer the dried residue to the top or coarsest sieve of the series to be used. Complete the sieving and weighing operations in accordance with Section 10 or 11.

9. Calculation and Report

9.1 Calculate the wet sieve analysis for the test specimen on the dry weight, and report the results to the nearest 0.1 % of the material retained on each sieve (Note 2). Report the percentage passing the finest sieve as the difference between 100 % and the sum of the percentages retained on the other sieves.

NOTE 2—As an alternative, the results of sieve analysis may be reported on the cumulative basis, either as the total percentage retained on or passing each sieve.

DRY SIEVE ANALYSIS

10. Mechanical Sieving

10.1 When the sieving is to be done mechanically, arrange the sieves in the order of size with the coarsest sieve at the top of the series. The specimen for sieving (Note 1) shall consist of a dried and weighed material prepared in accordance with 5.2.2. Transfer the specimen to the top sieve of the series, and mechanically sieve until less than 0.1 g passes through each sieve after hand sieving for 1 min, as described in Section 11. The machine-sieving operation usually requires about 15 min. Then carefully separate the sieves and determine the amount of material retained on each by weighing to the nearest 0.1 g.

11. Hand Sieving

11.1 The specimen for sieving (Note 1) shall consist of a dried and weighed material prepared in accordance with 5.2.2. Use one sieve at a time beginning with the coarsest and then successively to finer sizes. Alternately tap and rotate the sieve,

with pan and cover attached, while holding it in a slightly inclined position so that the test sample will be well distributed over the sieve. Continue the operation until less than 0.1 g of the material passes through each sieve during 1 min of continuous sieving. Determine the amount of material retained on each sieve by weighing to the nearest 0.1 g.

12. Calculation and Report

12.1 Calculate the dry sieve analysis for the test specimen on the dry weight, and report the results to the nearest 0.1 % of the material retained on each sieve (Note 2). Include dust loss with the material passing the finest sieve.

13. Precision and Bias

13.1 Interlaboratory Testing—An interlaboratory study was conducted among seven laboratories in 1986. The same samples of -2.5, +28 mesh tabular alumina and -14 mesh silicon carbide were tested by each laboratory to eliminate sampling variability. A third material, wet bauxite mortar, was split into separate samples for each laboratory for wet sieve analysis and moisture content tests.

13.1.1 The sponsoring laboratory used matched sieves and ran the initial and final dry sieve analyses on the tabular alumina and the silicon carbide samples in order to evaluate sample loss or sample breakdown in the repeated runs. The total specimen loss at this end of the study was 3.7 % of the tabular alumina and 4.3 % of the silicon carbide. Each of the other 6 laboratories, with one exception, ran two repetitions on each specimen. Thus, a total of seven sets of data with two replicates each and one set of data with one replicate were analyzed.

13.1.2 The wet mortar results consisted of one set of data from each of six laboratories. Each set of data included sieve analyses and water content on two separate samples split from the main sample received by each laboratory.

13.1.3 Analysis of the sieve analyses data was based on the positive accumulated difference (PAD), which is the sum of the absolute values of the difference between the percent held on each sieve in one repetition and the grand average of the percent on each sieve for all repetitions. The PAD divided by the total number of sieves within the particle size range of the particular material gave the average PAD per sieve. Hereafter, the value will be referred to as the average difference.

13.1.4 As shown in Table 2 and Table 3, the standard deviations within and between laboratories for the average difference was similar for the dry tabular alumina and silicon carbide. The standard deviations of the average difference were slightly greater for the dry-sieved portion (+150 mesh) and much greater for the wet-sieved portion (-150 mesh) of the wet mortar.

13.2 Precision:

13.2.1 Precision is based on the average difference only. For dry sieve analyses in one laboratory, the average difference for two materials is significantly different at a probability of 95 % ($t = 1.96$) if it exceeds the repeatability (I_r) listed for precision

TABLE 2 Precision

Material	Average Difference from Grand Average X	Standard Deviation Within-Between		Repeatability-Reproducibility Intervals	
		S_r	S_L	I_r	I_R
Tabular alumina (-2.5 × 28 m)	0.74	0.064	0.293	0.18	0.85
SIC (-14 m)	0.70	0.059	0.306	0.17	0.88
Grand average	0.72	0.062	0.300	0.175	0.865
Wet mortar (28 × 150 m)	0.35	0.123	0.0221	0.35	0.35
(-150 m)	1.25	0.860	0.700	2.40	3.10
Average	12.4	0.11	1.15	0.31	3.25
Water content					

TABLE 3 Relative Precision

Material	Coefficient of Variation Within-Between		Repeatability-Reproducibility Intervals	
	V_r	V_L	% I_r	% I_R
Tabular alumina	8.7	39.8	24.7	115.1
SIC	8.4	43.7	23.7	125.8
Average	8.6	41.8	24.2	120.5
Wet mortar (28 × 150 m)	34.7	5.9	98.2	99.6
(-150 m)	68.6	56.0	194.0	250.4
H ₂ O content	0.88	9.2	2.5	26.2

in Table 2 or for relative precision (% I_r) in Table 3. That is, the average difference between two sieve analysis on the same material obtained in the same laboratory will be expected to exceed the I_r value only about 5 % of the time. If the average difference exceeds I_r , there is reason to question the test results. Likewise, the average difference for two materials obtained by two laboratories is considered to be significantly different if it exceeds the applicable reproducibility intervals (I_R and % I_R) in Table 2 and Table 3.

13.2.2 The precision of the sieve analysis of wet materials is treated in two parts, the dry-sieved +150 mesh and the wet-sieved -150 mesh. For dry sieve analyses in one laboratory, the average difference for two materials is significantly different at a probability of 95 % ($t = 1.96$) if it exceeds the repeatability intervals listed for precision in Table 2 or for relative precision in Table 3. Likewise for comparing the average differences of two wet materials tested in two laboratories.

13.2.3 The precision and relative precision for the water content of wet materials is shown in Table 2 and Table 3, and is used in the same fashion as described in 13.2.2.

13.3 Bias—No justifiable statement on bias can be made since the true values for particle size and water content of different materials cannot be established by an accepted reference method.

14. Keywords

14.1 dry sieve analysis; refractories; water content; wet sieve analysis

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).



IS - ESPOL



Standard Practices for Producing Films of Uniform Thickness of Paint, Varnish, and Related Products on Test Panels¹

This standard is issued under the fixed designation D 823; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

1. Scope

1.1 Five practices are given for preparing films of uniform thickness of coatings on test panels. These practices are:

- Practice A—Automatic Spray Machine Application
- Practice B—Motor-Driven Dip Coater Application
- Practice C—Motor-Driven Blade Film Application
- Practice D—Hand-Held Spray Gun Application
- Practice E—Hand-Held Blade Film Application

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are for information only.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

- D 609 Practice for Preparation of Cold-Rolled Steel Panels for Testing Paint, Varnish, Conversion Coatings, and Related Coating Products²
- D 1005 Test Methods for Measurement of Dry Film Thickness of Organic Coatings Using Micrometers²
- D 1186 Test Methods for Nondestructive Measurement of Dry Film Thickness of Nonmagnetic Coatings Applied to a Ferrous Base²
- D 1212 Test Methods for Measurement of Wet Film Thickness of Organic Coatings²
- D 1400 Test Method for Nondestructive Measurement of Dry Film Thickness of Nonconductive Coatings Applied to a Nonferrous Metal Base²
- D 3924 Specification for Standard Environment for Condi-

tioning and Testing Paint, Varnish, Lacquer and Related Materials²

PRACTICE A—AUTOMATIC SPRAY MACHINE APPLICATION

3. Summary of Practices

3.1 A liquid material is applied to a test panel by means of an automatic spray machine consisting of a mounted spray gun and a panel holder. This machine can (1) move the panel holder, with test panel, at a uniform speed through the atomized spray produced by a fixed spray gun, or (2) it can move the gun, with atomized spray, at a uniform speed past the test panel mounted on a fixed panel holder. A machine equipped with a programmable system can index the spray gun vertically for multiple passes and for multiple coats with selective time delay.

3.2 The thickness of coating applied is controlled by the traverse speed of the panel or gun, the fluid delivery rate of the gun, the viscosity of the material, and the amount of nonvolatile matter in the material.

4. Significance and Use

4.1 These practices should be used for those coatings that are designed for spray applications of objects in the factory or in the field. It is particularly important that it be used in the evaluation of metallic coatings for appearance properties, such as gloss and color.

4.2 Coatings applied by this test method may exhibit a slight orange-peel or spray wave.

5. Apparatus

5.1 *Test Panels*, of any smooth, planar material of a size that can be accommodated by the panel holder of the automatic spray machine.

5.1.1 When steel panels are used, they should be prepared in accordance with the appropriate method in Practice D 609.

5.2 *Automatic Spray Machine*, equipped with a panel holder and a mounting for a spray gun. The machine shall be designed to move the panel holder at a uniform speed past the fixed gun mount, or designed to move the gun mount at a uniform speed

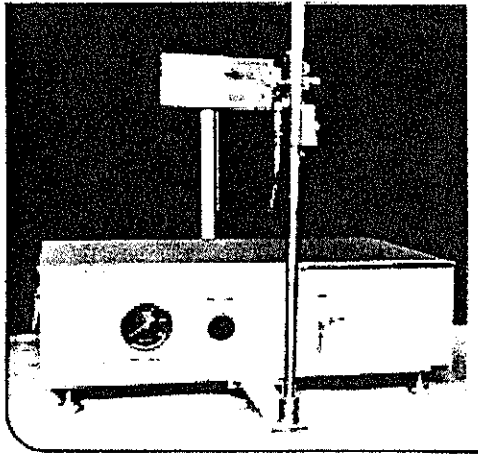
¹ These practices are under the jurisdiction of ASTM Committee D01 on Paint and Related Coatings, Materials, and Applications and are the direct responsibility of Subcommittee D01.23 on Physical Properties of Applied Paint Films.

Current edition approved Nov. 10, 1995. Published January 1996. Originally published as D 823 – 45 T. Last previous edition D 823 – 92a.

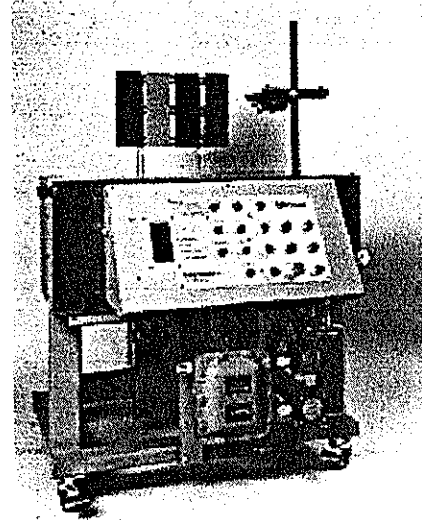
² *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 06.01.

past the fixed panel holder. The panel holder or the gun mount traverse speed shall be adjustable from 7.5 to 30 m (25 to 100 ft)/min. Typical machines are shown in Fig. 1.

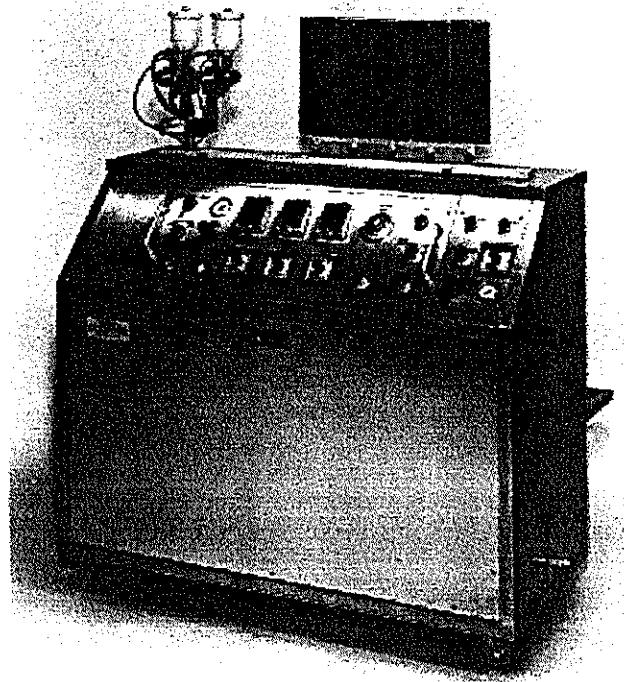
Note 1—Some automatic spray machines provide additional features that can improve the uniformity of film preparation. Some examples are: a z-bar panel holder; indexing of the panel holder at right angles to the gun



(a) Fixed Gun, Traveling Panel Machine



(b) Fixed Panel, Traveling Gun Machine



(c) Fixed Panel Programmable Indexing Traveling Gun Machine

FIG. 1 Automatic Spray Machines, Practice A



to provide uniform lapping; and automatic control of number of passes, time between passes, and lapping distance.

5.3 *Spray Gun*, any that will provide a uniform fan-type spray pattern at least 150 mm (6 in.) in width is satisfactory. The gun may be triggered manually or automatically.

5.4 *Pressure Gage*, covering the range of 0 to 690 kPa (0 to 100 psi).

5.5 *Air Pressure Regulator*.

5.6 *Air Supply*, oil-free, under pressure.

6. Preparation of Apparatus

6.1 Mount the spray gun on the automatic spray machine. Connect the air line hose from the regulator to the air pressure gage which in turn is connected to the air inlet of the spray gun.

6.2 Set the gun so that its tip is at the desired distance from the test panel surface, usually in the range from 200 to 300 mm (8 to 12 in.).

6.3 With the gun trigger fully open, adjust the air regulator to provide the desired reading on the air pressure gage.

NOTE 2—A suitable air pressure is usually from 275 to 520 kPa (40 to 75 psi).

6.4 Set the automatic spray machine controls to provide the desired traverse speed of the panel holder or the gun mount, whichever is pertinent to the type of machine being used.

NOTE 3—Suitable traverse speeds for automotive coatings usually range from 17.5 to 22.5 m/min (700 to 900 in./min).

7. Procedure

7.1 Strain the material to be sprayed into the container to be used with the spray gun. Reduce the material to a viscosity suitable for spraying.

7.2 Connect the container to the gun and test the spray gun operation while stationary, for correct spray pattern and uniformity by allowing a momentary spray to be deposited on a piece of paper placed in the panel position. Adjust the air pressure material flow, and spray fan width controls until the desired pattern and uniformity are obtained. Further refinements may be made in the spray pattern by modifying the air pressure, the type of thinning agent, and the consistency of the material.

NOTE 4—The width of the spray pattern should be considerably wider than the width of the test panel to assure spray uniformity on the test panel.

7.3 Place a test panel on the panel holder and start the machine. Operate the spray gun so that it will begin spraying a few seconds before the test panel enters the spray pattern and continue spraying a few seconds after the test panel leaves the spray pattern.

7.4 Remove the coated panel and bake, force-dry, or air-dry it, in accordance with its type, in a vertical position in a dust-free atmosphere, as described in Specification D 3924.

7.5 Determine the thickness of the coating in accordance with Test Methods D 1005, D 1186, D 1212, or D 1400, whichever is appropriate.

8. Report

8.1 Report the following information:

8.1.1 Type of coating material,

8.1.2 Viscosity and percent of nonvolatile coating material,

8.1.3 Distance of test panel from gun tip,

8.1.4 Air pressure,

8.1.5 Number of spray passes,

8.1.6 Traverse speed,

8.1.7 Temperature and relative humidity at time of application, and

8.1.8 Film thickness values obtained for applied coating.

PRACTICE B—MOTOR-DRIVEN DIP COATER APPLICATION

9. Summary of Practice

9.1 A motor-driven device is employed to withdraw the test panel from a container of the coating material at a desired uniform rate.

9.2 The thickness of coating applied is controlled by the speed of panel withdrawal, the viscosity of the material, and the percent of solids in the material.

10. Significance and Use

10.1 This test method is limited to those materials that flow out to smooth films when test panels are dipped into the material and withdrawn.

11. Apparatus

11.1 *Dip Coater*, consisting of a mechanism that will withdraw a panel from a container of the coating material at a predetermined rate. Suitable apparatus, is shown in Fig. 2(a) and 2(b):

11.1.1 The apparatus shown in Fig. 2(a) uses a cord wound around a step-cone pulley on the shaft of a motor to provide panel withdrawal rate of 50, 75, and 100-mm (2, 3, and 4-in.)/min. Prior to withdrawal, the panel, attached to the cord, is lowered by hand into the container holding the material.

11.1.2 The apparatus shown in Fig. 2(b) uses a cord driven by a variable-speed device that can provide panel immersion and withdrawal rates that are continuously variable from 65 to 510 mm (2.5 to 20 in.)/min.

NOTE 5—Rectangular containers (F-style can with lid cut off) are useful because the smaller exposed surfaces of the liquid coating reduces volatile loss.

11.2 *Test Panels*, of any clean, smooth, rigid substrate of a size that can be accommodated by the dip coater and the container.

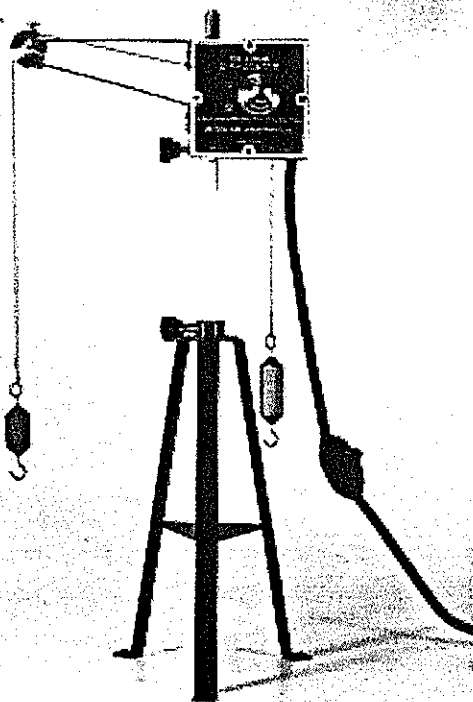
11.2.1 When steel panels are used they shall be prepared in accordance with the appropriate method in Methods D 609.

NOTE 6—The test panels should not exceed 300 mm (12 in.) in length, but the width may be varied up to 300 mm (12 in.) if a suitable counterweight is used and a dip tank of adequate size is provided. Use of a multiple hook will permit dipping several panels at one time.

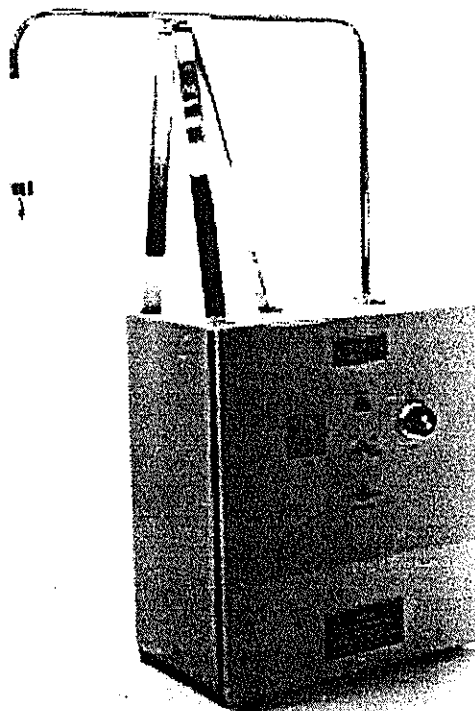
12. Procedure

12.1 Adjust the coating material to the proper percentage of solids and viscosity. Measure the temperature of the material in the container at the time of application.

NOTE 7—The operating conditions (viscosity, percent of nonvolatile matter, and rate of withdrawal) are specific for a given coating material



(a) Dip-Coater With Motor-Driven Step-Cone Pulley



(b) Dip-Coater With Continuously Variable Speed Drive

FIG. 2 Dip-Coater, Practice B

and film thickness and need to be determined by trial. Subsequent reproduction of the same operating conditions should give the same film thickness. Data are available³ on a variety of materials and film thickness to indicate the range required. The viscosity range for normal film thickness of 13 to 50 mm (0.5 to 2.0 mil) has been shown to be 1 to 2.5 P.

12.2 Place the prepared test panel on the hook attached to the cord and lower it into the container holding the coating material. Wind the cord once completely around the pulley of the correct size to give the desired rate of withdrawal.

12.2.1 For the stepped-cone pulley apparatus, wind the cord once completely around the pulley of the correct size to give the desired weight of withdrawal.

12.2.2 For the continuously variable speed apparatus set the desired panel immersion and withdrawal rates on the control panel.

12.3 Start the motor and withdraw the panel at the desired rate, with a smooth movement entirely free of vibration. Bake, force-dry, or air-dry the coated panel, in accordance with its type, in a vertical position in a dust-free atmosphere in accordance with Specification D 3924.

³ Information covering viscosity, percent of solids, rates of withdrawal and film thickness for a variety of finishing materials is given in the paper by Payne, H. F., "The Dip Coater, An Instrument For Making Uniform Films by the Dip Method," *Industrial and Engineering Chemistry, Analytical Edition*, Vol 15, 1943, p. 48.

12.4 Determine the thickness of the coating in accordance with Test Methods D 1005, D 1186, or D 1400, whichever is appropriate.

12.5 If the coating thickness is too low, coat another panel using a slower rate of panel withdrawal. If the coating thickness is too high, coat another panel using a faster rate of panel withdraw.

12.6 Continue in this manner until a test panel having the desired film thickness is produced. Measure thickness on at least three different areas of the test panel to determine coating uniformity.

NOTE 8—With the dip coater, non-uniform thickness on a panel is frequently obtained. Hence, if the film thickness is greater at the bottom than the top, the viscosity should be increased or the panel withdrawal speed should be reduced, or both.

13. Report

13.1 Report the following information:

13.1.1 Type of coating material,

13.1.2 Viscosity, temperature, and percent nonvolatile of coating material,

13.1.3 Rate of withdrawal,

13.1.4 Air temperature and relative humidity at time of application, and

13.1.5 Mean and range of dry film thickness values obtained.

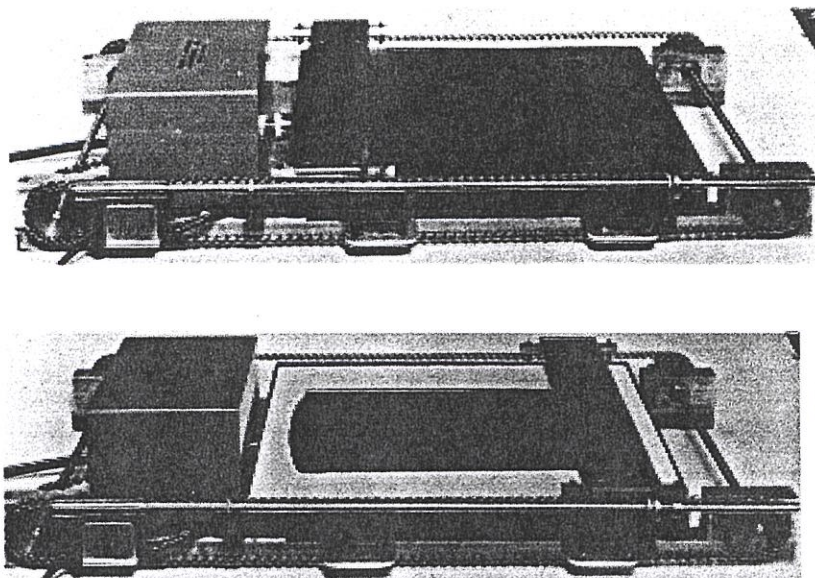


FIG. 3 Blade Film Applicator, Motor-Driven, Practice C

PRACTICE C—MOTOR-DRIVEN BLADE FILM APPLICATION

14. Summary of Practice

14.1 A uniform film is produced by an applicator blade that is pushed across the test panel at a uniform speed by a motor-driven device.

14.2 The thickness of coating applied is controlled by the clearance of the applicator blade and the viscosity and percentage of solids of the material.

15. Significance and Use

15.1 This test method is applicable to substrates consisting of smooth rigid materials, such as metal or glass, and of non-rigid materials, such as paper charts. It is more reliable for producing uniform films than is the use of hand-held draw-down applicators.

16. Apparatus

16.1 *Motor-Driven Blade Film Applicator*,⁴ consisting of a base plate, a bar for holding an applicator blade, and a driving mechanism. The base plate shall hold paper charts flat by means of a vacuum. The blade holder shall be designed to accommodate common types of applicator blades and to accept weights for loading the applicator blade. A mechanism shall be provided to stop the blade movement automatically at the end of the draw-down. A suitable apparatus is shown in Fig. 3.

16.2 *Vacuum Source*, a vacuum pump or a water aspirator.

16.3 *Applicator Blade*, any common type, either with adjustable or fixed clearances.

16.4 *Test Panels*, any clean, smooth, rigid substrate or may be paper charts or similar materials.

⁴ Suitable apparatus may be obtained from several suppliers of paint testing equipment.

NOTE 9—Rigid panels shall be cleaned in an approved manner. Steel panels shall be prepared in accordance with the appropriate method in Practice D 609.

17. Procedure

17.1 Clean the base plate and place the test panel on it.

17.2 If a vacuum is needed to hold the test panel flat, connect the vacuum source to the base plate and turn it on.

NOTE 10—When films are being applied to paper charts or tin foil, a sheet of paper should first be placed on the vacuum plate to prevent formation of dimples at the plate perforations.

17.3 Select an applicator blade having a clearance that should provide a wet film thickness that will give the desired dry film thickness, or, if specified, the required wet film thickness. Insert the blade in the blade holder and load the holder with weights if needed.

17.4 Place a suitable amount of the coating material on the test panel in front of the blade. Start the motor-drive and coat the test panel.

17.5 Remove the coated panel and bake, force-dry, or air-dry the coating, in accordance with its type, in a horizontal position in a dust-free atmosphere in accordance with Specification D 3924.

NOTE 11—Paper charts should be taped down to prevent curling of the edges that causes the wet film to flow towards the center.

17.6 Clean the applicator blade.

17.7 Determine the thickness of the applied coating in accordance with Test Method D 1005, D 1186, or D 1400 whichever is appropriate.

17.8 If the coating thickness is too low, coat another panel using a larger blade clearance. If the coating thickness is too high, coat another panel using a smaller blade clearance.

7.9 Continue in this manner until a test panel having the required dry film thickness is produced. Measure thickness on at least three different areas of the test panel to determine coating uniformity.

Report

- 8.1 Report the following information:
- 8.1.1 Type of coating material,
 - 8.1.2 Viscosity and percentage of solids of coating material,
 - 8.1.3 Clearance of applicator blade used,
 - 8.1.4 Air temperature and relative humidity at time of application, and
 - 8.1.5 Mean and range of the film thickness values obtained.
- 8.2 For most types of coatings, individual thickness readings taken over the surface of the applied coating can be expected to deviate no more than $\pm 5\%$ from the mean.
- 8.3 *Bias*—Since there is no accepted reference material available for determining the bias for Test Method C in these test methods for producing films with uniform thickness using a motor-driven blade film applicator, bias has not been determined.

PRACTICE D—HAND-HELD SPRAY GUN APPLICATION

Summary of Practice

- 19.1 A uniform film of a coating material is produced on a test panel by the means of a spray gun hand-held by a person skilled in its use.
- 19.2 The thickness of coating applied is controlled by the traverse speed of the gun, the number of passes of the gun, the fluid delivery rate of the gun, the viscosity of the material, and the amount of nonvolatile matter in the material.

Significance and Use

20.1 This test method is applicable to the coating of substrates consisting of smooth, rigid materials, such as metal and glass. It is usually less reliable for producing uniform films than is the automatic spray method. However, films sufficiently uniform for most physical property tests of materials can be produced by a hand-held spray gun operated by a person skilled in its use.

Apparatus

- 21.1 *Spray Gun*, any that will provide a uniform fan-type spray pattern at least 6 in. (150 mm) in width is satisfactory.
- 21.2 *Air Pressure Gage*, covering the range from 0 to 100 psi (0 to 690 kPa).
- 21.3 *Air Pressure Regulator*.
- 21.4 *Air Supply*, oil-free and under pressure.
- 21.5 *Panel Holder*.

Preparation of Apparatus

22.1 Connect the air line hose from the regulator to the air pressure gage which in turn is connected to the air inlet of the spray gun.

22.2 With the trigger fully open, adjust the air regulator to provide the desired reading on the air pressure gage.

NOTE 12—A suitable air pressure is usually from 275 to 520 kPa (40 to 75 psi).

Procedure

23.1 Strain the material to be sprayed into the container to be used with the spray gun. Reduce the material to a viscosity suitable for spraying.

23.2 Connect the container to the gun and test the spray gun operation for correct spray pattern and uniformity by allowing a momentary spray to be deposited on a piece of paper placed in the panel position. Adjust the air pressure, material flow, and spray width controls until the desired pattern and uniformity are obtained. Further refinements may be made in the spray pattern by modifying the air pressure, the type of thinning agent, and the consistency of the material.

NOTE 13—The width of the spray pattern should be considerably wider than the width of the test panel to assure spray uniformity on the test panel.

23.3 Place a test panel on the panel holder. Hold the spray gun tip 250 to 300 mm (10 to 12 in.) from the test panel surface and trigger the spray gun. Begin by aiming the gun at right angles to the panel so that the spray pattern is just beyond the edge of the panel. Gradually make the spray pattern move across the panel at a traverse speed of 250 to 400 mm (10 to 15 in.)/s.

23.4 Reverse the traverse direction of the spray gun and make the spray pattern move across the panel again.

23.5 Remove the panel from its holder and bake or air-dry the coating, in accordance with its type, in a horizontal position in a dust-free atmosphere in accordance with Specification D 3924.

23.6 Clean the spray gun with solvent.

23.7 Measure the film thickness of the dry applied coating in accordance with Test Methods D 1005, D 1186, or D 1400 whichever is appropriate.

23.8 If the coating thickness is too low, coat another panel using more passes of the spray pattern. If the coating thickness is too high, coat another panel with fewer passes of the spray pattern or, if this is not feasible, reduce the material further with thinner.

Report

24.1 Report the following information:

- 24.1.1 Type of coating material,
- 24.1.2 Viscosity and percent nonvolatile of coating material,
- 24.1.3 Temperature and relative humidity at time of application, and
- 24.1.4 Mean and range of dry film thickness values obtained.

PRACTICE E—HAND-HELD BLADE FILM APPLICATION

Summary of Practice

25.1 A uniform film of a coating material is produced on a test panel by the means of a hand-held applicator blade.

25.2 The thickness of coating applied is controlled by the rate at which the applicator blade is drawn across the test panel, the viscosity of the material, the amount of nonvolatile matter in the material, and the clearance of the blade.

26. Significance and Use

26.1 This test method is applicable to the coating of substrates consisting of smooth, rigid materials such as metal or glass. It is applicable to the coating of smooth cardboard and paper charts if some means is used to assure that these substrates are held flat.

26.2 This test method is usually less reliable for producing uniform films than is the motor-driven applicator blade method. However, films sufficiently uniform for most physical property tests of materials can be produced by a hand-held applicator blade operated by a person skilled in its use.

27. Apparatus

27.1 *Film Applicator Blade*, any common type, either with adjustable or fixed clearances.

27.2 *Auxiliary Flattening Bar*, precision ground.

27.3 *Test Panels*, any clean, smooth, rigid substrates or may be paper charts or other similar materials.

28. Procedure

28.1 Select an applicator blade that has a clearance that will provide a wet film thickness that should result in the desired film thickness.

28.2 *For coating rigid substrates:*

28.2.1 Position the applicator blade near the edge of the panel and place a pool of the liquid material in front of it.

28.2.2 Grasp the sides of the applicator with the fingers and pull it across the panel at a speed of about 10 to 12 in. (250 to 300 mm)/s.

28.3 *For coating non-rigid substrates:*

28.3.1 Position the applicator blade near the edge of the panel and place a pool of the liquid material in front of it. Place the auxiliary bar in front of the pool of material (see Fig. 4).

28.3.2 Grasp the sides of the applicator with the fingers and pull it across the panel at a speed of about 10 to 20 in. (250 to 500 mm)/s. As the auxiliary bar is pushed by the applicator, it should press the substrate flat adjacent to the advancing edge of the applicator.

28.4 Bake or air-dry the applied coating, in accordance with its type in a horizontal position in a dust free atmosphere in accordance with Specification D 3924.

28.5 Clean the applicator bar with solvent.

28.6 Measure the film thickness of the dry-applied coating in accordance with Test Methods D 1005, D 1186, or D 1400 whichever is appropriate.

28.7 If the coating thickness is too low, select an applicator blade with a greater clearance and coat another panel. If the coating thickness is too high, select an applicator blade with a smaller clearance and coat another panel.

29. Report

29.1 Report the following information:

29.1.1 Type of coating material,

29.1.2 Viscosity and percent nonvolatile of coating material,

29.1.3 Clearance of applicator blade used,

29.1.4 Air temperature and relative humidity at time of application, and

29.1.5 Mean and range of the film thickness values obtained.

30. Keywords

30.1 automatic spray; blade applicator; dip coater; organic coatings



IPOL - ESPOL

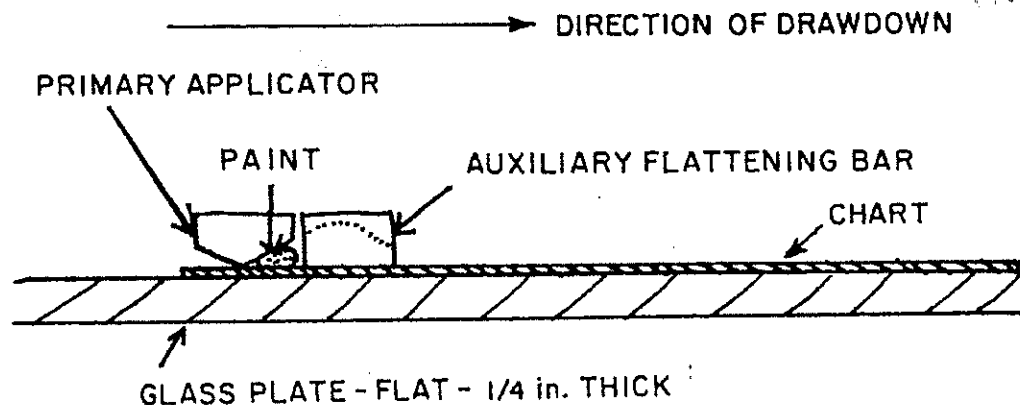



FIG. 4 Use of Auxiliary Flattening Bar, Practices C and E

 D 823 – 95 (2001)

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).



TR - ESPOL



Standard Method of Evaluating Degree of Settling of Paint¹

This standard is issued under the fixed designation D 869; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This method has been approved for use by agencies of the Department of Defense to replace Method 4208 of Federal Test Method Standard No. 141A and for listing in the DoD Index of Specifications and Standards.

Scope

1.1 This method covers the determination of the degree of pigment suspension and ease of remixing a shelf-aged sample of paint to a homogeneous condition suitable for the intended use.

1.2 *This standard may involve hazardous materials, operations and equipment. This standard does not purport to address all of the safety problems associated with its use. It is the responsibility of whoever uses this standard to consult and establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

Referenced Document

2.1 *ASTM Standard:*
D1309 Test Method for Settling Properties of Traffic Paints During Accelerated Storage²

Significance and Use

3.1 Paints, if not formulated or processed properly may settle excessively. Paint that settles excessively is difficult to reincorporate into the paint system causing time delays or valuable pigment being left in the drum. This method is an attempt to evaluate the degree of settling caused by the accelerated Test Method D 1309. This very subjective method of evaluation in conjunction with the variables of Test Method D 1309 raises questions as to the usefulness of the results for specification compliance.

Apparatus

4.1 *Container*, standard 1-pt (500-mL) friction-top can paint container, $3\frac{3}{8} \pm \frac{1}{16}$ in. (85.5 ± 1.5 mm) in diameter, and $3\frac{7}{8} \pm \frac{1}{16}$ in. (98.5 ± 1.5 mm) in height.

4.2 *Spatula*, weighing 45 ± 1 g with square-end blade $4\frac{3}{4}$ in. (125 mm) in length and approximately $1\frac{3}{16}$ in. (20 mm) in width, shall be used to examine the paint for pigment settling and reincorporation characteristics.

Procedure

5.1 Place the specimen to be tested for pigment suspension in a 1-pt (500-mL) container, filling the can to within $\frac{1}{2}$ in. (13 mm) of the top. Close the can tightly and hold

undisturbed for shelf aging for 6 months or for such other periods of time agreed upon by the purchaser and the seller.

5.2 Open the can holding the shelf-aged sample without shaking or agitation, and examine the sample without removal of supernatant vehicle. Use the spatula to determine the extent and character of portions of the paint that may have separated during storage. Prepare a suitable spatula for this purpose by cutting the tip from an ordinary 5-in. (127-mm) flexible steel laboratory spatula to the specified length. Hold the spatula perpendicular to and in the center area of the paint at a height whereby the bottom edge of the spatula is level with the top of the can. Drop the spatula from that position. Rate the condition of the sample in accordance with 5.4.

5.3 After examination of the entire specimen as described in 5.2, if a portion of the pigment has separated out to form a firm cake at the bottom of the container pour the supernatant portion of the liquid off into a clean container and hold for subsequent use. Reincorporate the separate cake by hand stirring with the spatula, adding back the liquid in small amounts until the pigment has been reincorporated to form a homogeneous paint suitable for the intended use or until it is determined that the pigment cake cannot be reincorporated by hand stirring. Rate the condition of the specimen in accordance with 5.4.

5.4 Rate the sample for degree of settling on a scale from 10 to 0 in accordance with the following. Give intermediate conditions the appropriate odd number.

Rating	Description of Paint Condition
10	Perfect suspension. No change from the original condition of the paint.
8	A definite feel of settling and a slight deposit brought up on spatula. Significant resistance to sidewise movement of spatula.
6	Definite cake of settled pigment. Spatula drops through cake to bottom of container under its own weight. Definite resistance to sidewise motion of spatula. Coherent portions of cake may be removed by spatula.
4	Spatula does not fall to bottom of container under its own weight. Difficult to move spatula through cake sidewise and slight edgewise resistance. Paint can be remixed readily to a homogeneous state.
2	When spatula has been forced through the settled layer it is difficult to move spatula sidewise. Definite edgewise resistance to movement of spatula. Paint can be remixed to a homogeneous state.
0	Very firm cake that cannot be reincorporated with the liquid to form smooth paint by stirring manually.

Precision and Bias

6.1 *Precision*—Due to the poor precision of this method if it is used in a specification, the maximum deviation from the settling limits specified should be agreed upon by the purchaser and the seller.

6.2 *Bias*—Bias cannot be determined.

¹ This method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-1 on Paint and Related Coatings and Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D01.44 on Traffic Coatings.

Current edition approved Sept. 27, 1985. Published November 1985. Originally published as D 869 - 46 T. Last previous edition D 869 - 78.

² *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 06.01.



The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.

Standard Test Method For Density of Paint, Varnish, Lacquer, and Related Products¹

This standard is issued under the fixed designation D 1475; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This method has been approved for use by agencies of the Department of Defense to replace Method 4184.1 of Federal Test Method Standard No. 141A and for listing in the DoD Index of Specifications and Standards.

Scope

This test method covers the measurement of density of paints, varnishes, lacquers, and components thereof, other pigments, when in fluid form.

This standard may involve hazardous materials, operations and equipment. This standard does not purport to cover all of the safety problems associated with its use. It is the responsibility of whoever uses this standard to consult and establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

Referenced Document

ASTM Standard:
D 4000 Metric Practice²

Definition

Density—the mass (weight in vacuum) of a unit volume of the liquid at any given temperature. In this method it is expressed as the weight in grams per millilitre, or the weight in pounds avoirdupois of one U. S. gallon, of liquid at the specified temperature; in the absence of temperature specification, 25°C is assumed.

Summary of Method

The accurately known absolute density of distilled water at various temperatures (Table 1) is used to calibrate the volume of a container. The weight of the paint liquid in the same container at the standard temperature or at an agreed-upon temperature is then determined and the density of the contents calculated in terms of grams per millilitre, or pounds per gallon at the specified temperature.

Significance and Use

Density is weight per unit volume. It is a key property for identification, characterization, and quality control of a wide range of materials. Density measurements in terms of weight per gallon are commonly used to check paint quality. If the density is not within specification, there is a good indication that there was a mischarge or other serious problem. This test method is suitable for the determination of density of paint and related products and components when in fluid form. It is particularly applicable when the fluid has

too high a viscosity or when a component is too volatile for a density balance determination.

5.3 This test method provides for the maximum accuracy required for hiding power determinations. It is equally suitable for work in which less accuracy is required, by ignoring the directions for recalibration and consideration of temperature differentials, and using the container as a "weight-per-gallon" cup.

6. Apparatus

6.1 **Pycnometer**—Any type, or weight-per-gallon cup, having a capacity of from 20 to 100 mL may be used, provided that it may be filled readily with a viscous liquid, adjusted to exact volume, and covered to exclude loss of volatile matter.

6.2 **Thermometers**, graduated in 0.1°C, such as are supplied with glass pycnometers.

6.3 **Constant-Temperature Bath**, held at $25 \pm 0.1^\circ\text{C}$ is desirable.

6.4 **Laboratory Analytical Balance**.

NOTE 1—The usual weight-per-gallon cup and similar specialized pycnometers may have filled weights that exceed the capacity of the usual laboratory analytical balance. In such cases, use of a hanging pan, triple-beam balance, with scales graduated to 0.01 g has been found to provide results the mean of which was consistent with the overall precision and accuracy of the method.

6.5 **Desiccator and Desiccated Balance**, or a room of reasonably constant temperature and humidity are desirable.

7. Calibration of Pycnometer or Cup

7.1 Determine the volume of the container at the specified temperature by employing the following steps:

7.1.1 Clean and dry the container and bring it to constant weight. Chromic acid (see 7.1.1.1) cleaner and nonresidual solvents may be used with glass containers and solvents with metal containers. For maximum accuracy, continue rinsing, drying, and weighing until the difference between two successive weighings does not exceed 0.001 % of the weight of the container. Fingerprints on the container will change the weight and must be avoided. Record the weight, M , in grams.

7.1.1.1 Chromic acid cleaning solution is corrosive to skin, eyes and mucous membranes and can cause severe burns. Avoid contact with eyes, skin or clothing. In making dilute solution, always add acid to water with care. In case of contact, flush skin with water, using a shower if exposure is severe. Flush eyes for 15 minutes with copious amounts of water. Immediately call a physician. Remove clothing immediately and wash before reuse. Chromic acid cleaning solu-

¹This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-1 on Paints and Coatings and Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D-1.24 on Physical Properties of Liquid Paints and Paint Materials. This edition approved May 31, 1985. Published July 1985. Originally published as D 1475 - 57 T. Last previous edition D 1475 - 60 (1980)¹.
²ASTM Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

TABLE 1 Absolute Density of Water, g/mL

°C	Density
15	0.999127
16	0.998971
17	0.998772
18	0.998623
19	0.998433
20	0.998231
21	0.998020
22	0.997798
23	0.997566
24	0.997324
25	0.997072
26	0.996811
27	0.996540
28	0.996260
29	0.995972
30	0.995684

tion is a strong oxidizer. Avoid contact with organic or reducing substances as a fire could result. See supplier's Material Safety Data Sheet for further information.

7.1.2 Fill the container with freshly boiled distilled water at a temperature somewhat below that specified. Cap the container, leaving the overflow orifice open. Immediately remove excess overflowed water or water held in depressions by wiping dry with absorbent material. Avoid occluding air bubbles in the container.

7.1.3 Bring the container and contents to the specified temperature using the constant-temperature bath or room if necessary. This will cause further slight flow of water from the overflow orifice due to the expansion of the water with the rise of the temperature.

7.1.4 Remove the excess overflow by wiping carefully with absorbent material, avoiding wicking of water out of orifice, and immediately cap the overflow tube where such has been provided. Dry the outside of the container, if necessary, by wiping with absorbent material. Do not remove overflow that occurs subsequent to the first wiping after attainment of the desired temperature (Note 2). Immediately weigh the filled container to the nearest 0.001 % of its weight (Note 3). Record this weight, *N*, in grams.

NOTE 2—Handling the container with bare hands will increase the temperature and cause more overflow from the overflow orifice, and will also leave fingerprints; hence, handling only with tongs and with hands protected by clean, dry, absorbent material is recommended.

NOTE 3—Immediate and rapid weighing of the filled container is recommended here to minimize loss of weight due to evaporation of the water through orifices, and from overflow subsequent to the first wiping after attainment of temperature where this overflow is not retained by a cap.

7.1.5 Calculate the container volume as follows:

$$V = (N - M)/\rho$$

where:

- V* = volume of container, mL,
- N* = weight of container and water, g (7.1.4),
- M* = weight of dry container, g (7.1.1), and
- ρ = absolute density of water at specified temperature, g/mL (see Table 1).

7.1.6 Obtain the mean of at least three determinations.

8. Procedure

8.1 Repeat the steps in Section 7, substituting the sample for the distilled water and a suitable nonresidual solvent like acetone or alcohol (see 7.1.2 and Note 4). Record weight of the filled container, *W*, and the weight of the empty container, *w*, in grams.

NOTE 4—Trapping of paint liquids in ground glass or metal joints likely to result in high values of density that appear to increase with viscosity and density of the material; such errors should be minimized by firm seating of the joints.

8.2 Calculate the density in grams per millilitre as follows:

$$D_m = (W - w)/V$$

where:

D_m = density, g/mL.

8.3 Calculate the density in pounds per gallon as follows:

$$D = (W - w)K/V$$

where:

D = density, lb/gal,

K = 8.3454 (Note 5), and

V = volume of container, mL (see 7.1.6).

NOTE 5—The factor *K*, 8.3454, is calculated from volume relationship as follows:

$$8.345404 = \{(2.54)^3 \times (231.00)\} / (453.59237)$$

^a (2.54)³ is the conversion factor for millilitres to cubic inches

^b 231.00 is the conversion factor for cubic inches to gallons

^c 453.59237 is the conversion factor for grams to pounds.

9. Report

9.1 In reporting the density, state the test temperature to the nearest 0.1°C, the units, and the value calculated to the third place to the right of the decimal point (for example = x.xxx lb/gal at 25°C); state the mean, the range, and the number of replicate determinations.

10. Precision and Bias

10.1 The precision estimates are based on an interlaboratory study in which one operator in each of six different laboratories analyzed in duplicate on two different days 20 samples of paint ranging in density from 8.5 to 12.5 lb/gal. The results were analyzed statistically in accordance with Practice E 180. The within-laboratory coefficient of variation was found to be 0.20 % relative with 25 degrees of freedom and the between-laboratory coefficient of variation was 0.61 % relative with 20 degrees of freedom. Based on these coefficients, the following criteria should be used for the acceptability of results at the 95 % confidence level.

10.1.1 *Repeatability*—Two results, each the mean of duplicate determinations, obtained by the same operator on different days should be considered suspect if they differ more than 0.6 % relative.

10.1.2 *Reproducibility*—Two results, each the mean of duplicate determinations, obtained by operators in different laboratories should be considered suspect if they differ more than 1.8 % relative.

10.2 No data on bias has been generated for this test.



The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.



Standard Test Methods for Rheological Properties of Non-Newtonian Materials by Rotational (Brookfield type) Viscometer¹

This standard is issued under the fixed designation D 2196; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

Scope

1.1 These test methods cover the determination of the apparent viscosity and the shear thinning and thixotropic properties of non-Newtonian materials in the shear rate range from 0.1 to 50 s^{-1} .

1.2 *This standard does not purport to address the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

E 1 Specification for ASTM Thermometers²

Summary of Test Method

3.1 Test Method A consists of determining the apparent viscosity of coatings and related materials by measuring the torque on a spindle rotating at a constant speed in the material.

3.2 Test Methods B and C consist of determining the shear thinning and thixotropic (time-dependent) rheological properties of the materials.³ The viscosities of these materials are determined at a series of prescribed speeds of a rotational-type viscometer. The agitation of the material immediately preceding the viscosity measurements is carefully controlled.

Significance and Use

4.1 Test Method A is used for determining the apparent viscosity at a given rotational speed, although viscosities at two or more speeds better characterize a non-Newtonian material than does the single viscosity measurement.

4.2 With Test Methods B and C, the extent of shear thinning is indicated by the drop in viscosity with increasing viscometer

speed. The degree of thixotropy is indicated by comparison of viscosities at increasing and decreasing viscometer speeds (Test Method B), viscosity recovery (Test Method B), or viscosities before and after high shear (combination of Test Methods B and C). The high-shear treatment in Test Method C approximates shearing during paint application. The viscosity behavior measured after high shear is indicative of the characteristics of the paint soon after application.

5. Apparatus

5.1 Rotational-type viscometers having at least four speeds, such as:

5.1.1 *Brookfield Viscometer*, Model LVF, or equivalent having four rotational speeds, or Model LVT having eight rotational speeds, with set of four spindles; or

5.1.2 *Brookfield Viscometer*, Model RVF, having four rotational speeds, or Model RVT or equivalent having eight rotational speeds, with set of seven spindles.

5.2 *Thermometer*—ASTM thermometer having a range from 20 to 70°C and conforming to the requirements for Thermometer 49C as prescribed in Specification E 1.

5.3 *Containers*, round 1-pt (0.5-L) can, 3 $\frac{3}{8}$ in. (85 mm) in diameter, or 1-qt (1-L) can, 4 in. (100 mm) in diameter.

5.4 *Shaker*, or equivalent machine capable of vigorously shaking the test specimen.

6. Materials

6.1 *Standard Oils*, calibrated in absolute viscosity, millipascal seconds.

7. Calibration of Apparatus

7.1 Select at least two standard oils of viscosities differing by at least 5 P (0.5 Pa·s) within the viscosity range of the material being measured and in the range of the viscometer. Condition the oils as closely as possible to 25.0°C (or other agreed-upon temperature) for 1 h in a 1-pt (0.5-L) can, 3 $\frac{3}{8}$ in. (85 mm) in diameter. Measure the viscosities of each oil as described in Test Method B (Section 13) taking readings only at increasing speeds (13.7). Make certain that the spindle is centered in the container prior to taking measurements.

NOTE 1—The Brookfield LV and RV series viscometers are equipped with a spindle guard leg. The spindle/speed multiplying factors (Table 1)

¹ These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D-1 on Paint and Related Coatings, Materials, and Applications and are the direct responsibility of Subcommittee D01.24 on Physical Properties of Liquid Paints and Paint Materials.

Current edition approved April 10, 1999. Published May 1999. Originally published as D 2196 – 63 T. Last previous edition D 2196 – 86 (1991) ^{ϵ 1}.

² *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 14.03.

³ Pierce, P. E., "Measurement of Rheology of Thixotropic Organic Coatings and Resins with the Brookfield Viscometer," *Journal of Paint Technology*, Vol 43, No. 57, 1971, pp. 35–43.

TABLE 1 Factors for Converting Brookfield Dial Readings to Centipoises (Millipascal Seconds)

NOTE 1—M = 1000.

Speed, rpm	RV Series Factors Spindles						
	1	2	3	4	5	6	7
0.5	200	800	2000	4000	8000	20M	80M
1	100	400	1000	2000	4000	10M	40M
2	50	200	500	1000	2000	5M	20M
2.5	40	160	400	800	1600	4M	16M
4	25	100	250	500	1000	2.5M	10M
5	20	80	200	400	800	2M	8M
10	10	40	100	200	400	1M	4M
20	5	20	50	100	200	500	2M
50	2	8	20	40	80	200	800
100	1	4	10	20	40	100	400

Speed, rpm	LV Series Factors Spindles			
	1	2	3	4
0.3	200	1000	4000	20M
0.6	100	500	2000	10M
1.5	40	200	800	4M
3.0	20	100	400	2M
6	10	50	200	1M
12	5	25	100	500
30	2	10	40	200
60	1	5	20	100

are designed for use with the guard leg in place except for the following conditions: RV series when the factors are the same with or without the guard leg for spindles No. 3 through 7; or LV series when the factors are the same with or without the guard leg for spindles No. 3 and 4.

7.1.1 Calibration in a 1-pt (0.5-L) can is always possible with the LV series viscometer with the guard leg attached. Calibration of the RV series viscometer in the 1-pt can must be done with spindles No. 3 through 7 without the guard leg. If the No. 1 or No. 2 spindles are to be used, calibration is carried out in the 1-qt (1-L) can with the guard leg attached.

7.2 Combining the tolerance of the viscometer ($\pm 1\%$, equal to the spindle/speed factor) and the tolerance of the temperature control (typically $\pm 0.5^\circ\text{C}$ at 25°C) it is reasonable to assume that a viscometer is calibrated if the calculated viscosities are within $\pm 5\%$ of the stated values (see Table 2 for examples of the considerable change in viscosity with temperature exhibited by standard oils). If measurements are not made at 25°C , then the stated viscosities should be corrected to the temperature at which they are measured. If the viscosities determined in 7.1 differ from the stated values of the viscosity standard by more than 5% , calculate new factors for each spindle/speed combination as follows:

$$f = V/s \quad (1)$$

TABLE 2 Viscosity Variation of Cannon Viscosity Standards About the 25°C Temperature Point

Cannon Viscosity Standard	Viscosity at 25°C , cP (mPa·s)	Viscosity Change With $+1^\circ\text{C}$ at 25°C , cP (mPa·s)
S-600	1 400	87.7 (6.26 %)
S-2000	4 900	332 (6.77 %)
S-8000	20 000	1462.3 (7.31 %)

where:

f = new factor for converting scale reading to viscosity, cP (mPa·s),

V = viscosity of standard oil, mPa·s, and

s = scale reading of the viscometer.

7.3 Prepare a table of new factors similar to that furnished with the viscometer (Table 1) for the spindle/speed combinations worked out in 7.2. Spindle/speed factors vary inversely with speed.

8. Preparation of Specimen

8.1 Fill a 1-pt or 1-qt can with sample to within 1 in. (25 mm) of the top with the sample and bring it as close as possible to a temperature of 25°C or other agreed-upon temperature prior to test.

8.2 Vigorously shake the specimen on the shaker or equivalent for 10 min, remove it from the shaker, and allow it to stand undisturbed for 60 min at 25°C prior to testing (Note 2). Start the test no later than 65 min after removing the can from the shaker. Do not transfer the specimen from the container in which it was shaken.

NOTE 2—Shake time may be reduced if necessary, or as agreed upon between the purchaser and manufacturer, but, in any case, should not be less than 3 min.

TEST METHOD A—APPARENT VISCOSITY

9. Procedure

9.1 Make all measurements as close as possible to 25°C , or other agreed-upon temperature.

9.2 Place the instrument on the adjustable stand. Lower the viscometer to a level that will immerse the spindle to the proper depth. Level the instrument using the attached spirit level.

9.3 Tilt the selected spindle (Note 3), insert it into one side of the center of the surface of the material, and attach the spindle to the instrument as follows: Firmly hold the upper shaft coupling with thumb and forefinger; screw left-hand thread spindle coupling securely to the upper shaft coupling being very careful when connecting to avoid undue side pressure which might affect alignment. Avoid rotating the dial so that pointer touches the stops at either extreme of the scale.

NOTE 3—Select the spindle/speed combination that will give a minimum scale reading of 10 but preferably in the middle or upper portion of the scale. The speed and spindle to be used may differ from this by agreement between user and producer.

9.4 Lower the viscometer until the groove (immersion mark) on the shaft just touches the material. Adjust the viscometer level if necessary. Move the container slowly in a horizontal plane until the spindle is located in approximately the center of the container so that the test will be run in a region undisturbed by the lowering of the spindle.

9.5 Turn on the viscometer. Adjust the viscometer to the rpm selected (Note 3) for the material under test. Allow the viscometer to run until the pointer has stabilized (Note 4). After the pointer has stabilized, depress the clutch and switch off the motor so that when it stops, the pointer will be in view (Note 5).

NOTE 4—In thixotropic paints, the pointer does not always stabilize. On occasion it reaches a peak and then gradually declines as the structure is



broken down. In these cases, the time of rotation or number of revolutions prior to reading the viscometer should be agreed to between user and manufacturer.

NOTE 5—Always release the clutch while the spindle is still immersed so that the pointer will float, rather than snap back to zero.

10. Calculation

10.1 Calculate the apparent viscosity at each speed, as follows:

$$V = fs \quad (2)$$

where:

- V = viscosity of sample in centipoises, mPa·s,
 f = scale factor furnished with instrument (see Table 1),
 and
 s = scale reading of viscometer.

11. Report

11.1 Report the following information:

- 11.1.1 The Brookfield viscometer model and spindle,
- 11.1.2 The viscosity at the spindle/speed utilized,
- 11.1.3 The specimen temperature in degrees celsius, and
- 11.1.4 The shake time and rest period, if other than specified.

12. Precision and Bias

12.1 *Precision*—See Section 23 for precision, including that for measurement at a single speed.

12.2 *Bias*—No statement of bias is possible with this test method.

TEST METHOD B—VISCOSITY UNDER CHANGING SPEED CONDITIONS, DEGREE OF SHEAR THINNING AND THIXOTROPY

13. Procedure

13.1 Make all measurements with the Brookfield viscometer as close as possible to 25°C, or other agreed upon temperature.

13.2 Adjust the instrument and attach the spindle as in 9.2-9.4.

13.3 Set the viscometer at the slowest rotational speed (Note 5 and Note 6). Start the viscometer and record the scale reading after ten revolutions (or other agreed-upon number of revolutions).

NOTE 6—When the eight speed viscometers (RVT and LVT) are used, lower or higher speeds than that permitted by the four speed viscometers may be used upon agreement between producer and user.

13.4 Increase the viscometer speed stepwise and record the scale reading after ten revolutions (or equivalent time for each spindle/speed combination) at each speed. After an observation has been made at the top speed, decrease the speed in steps to the slowest speed, recording the scale reading after ten revolutions (or equivalent time) at each speed.

NOTE 7—It is preferable to change speed when the motor is running.

13.5 After the last reading has been taken at the slowest speed, shut off the viscometer and allow it and the specimen to stand undisturbed for an agreed-upon rest period. At the end of the rest period, start the viscometer at the slowest speed and

record the scale reading after ten revolutions (or other agreed-upon number of revolutions).

14. Calculations and Interpretation of Results

14.1 Calculate the apparent viscosity at each speed as shown in Section 9.

14.2 If desired, determine the degree of shear thinning by the following method:

14.2.1 *Shear Thinning Index* (sometimes erroneously called the thixotropic index)—Divide the apparent viscosity at a low rotational speed by the viscosity at a speed ten times higher. Typical speed combinations are 2 and 20 rpm, 5 and 50 rpm, 6 and 60 rpm but selection is subject to agreement between producer and user. The resultant viscosity ratio is an index of the degree of shear thinning over that range of rotational speed with higher ratios indicating greater shear thinning.

14.2.2 A regular or log-log plot of viscosity versus viscometer speed in rpm may also be useful in characterizing the shear-thinning behavior of the material. Such plots may be used for making comparisons between paints or other materials.

14.3 If desired, estimate the degree of thixotropy (under conditions of *limited* shearing-out of structure) by one of the following methods:

14.3.1 Calculate the ratio of the slowest speed viscosity taken with increasing speed to that with decreasing speed. The higher the ratio, the greater the thixotropy.

14.3.2 Calculate the ratio of the slowest speed viscosity taken after the rest period to that before the rest period. The higher the ratio, the greater the thixotropy.

15. Report

15.1 Report the following information:

- 15.1.1 The Brookfield viscometer and spindle,
- 15.1.2 The viscosities at increasing and decreasing spindle speeds,
- 15.1.3 The rest period time and the viscosity at the end of that time,
- 15.1.4 The specimen temperature in degrees celsius, and
- 15.1.5 The shake time if other than that specified.

15.2 *Optional Reporting*:

15.2.1 *Degree of Shear Thinning*—Shear thinning index and speeds over which it was measured (14.2).

15.2.2 *Estimated Degree of Thixotropy* (under conditions of shearing-out of structure)—Ratio of the lowest speed viscosities, for both increasing and decreasing speeds; or ratio of the lowest speed viscosities before and after the rest period, and speed at which they were measured (14.3).

16. Precision and Bias

16.1 *Precision*—See Section 23 for precision, including that for measurement of the shear thinning index (ratio of viscosity at 5 r/min to that at 50 r/min). It has not been possible to devise a method for determining precision for viscosities at increasing and decreasing speeds other than as individual measurements. No attempt was made to determine the precision of the measurement of the degree of thixotropy because this parameter is dependent on the material, the time of the test, and other variables.

16.2 *Bias*—No statement of bias is possible with this test method.

TEST METHOD C—VISCOSITY AND SHEAR THINNING OF A SHEARED MATERIAL

7. Apparatus

17.1 High-speed laboratory stirrer with speeds of at least 2000 rpm and equipped with a 2-in. (50-mm) diameter circular dispersion blade.⁴

8. Preparation of Specimen

18.1 Insert the 2-in. (50-mm) blade into the center of the can (1.3) so that the blade is about 1 in. (25 mm) from the bottom. Run the mixer at 2000 rpm (Note 8) for 1 min.

NOTE 8—Materials may be sheared at other speeds using other size blades upon agreement between producer and user.

9. Procedure

19.1 Immediately insert the same spindle used in Test Method B into the sheared material in the same manner as in Section 9.

19.2 Start the viscometer and adjust to the highest speed used in Test Method B (13.5). Record the scale reading after a set number of revolutions (or other agreed-upon number of revolutions).

19.3 Decrease the viscometer speed (Note 7) step-wise and record the scale readings at each speed down to the lowest speed used in Test Method B, recording the scale reading after a set number of revolutions at each speed (or other agreed-upon number of revolutions).

10. Calculations and Interpretation of Results

20.1 As in Test Method B, calculate the viscosities at each decreasing speed.

20.2 If desired, calculate the degree of shear thinning by the method given in Test Method B, 14.2. The measured viscosity behavior after shearing is essentially that of the paint immediately after application (disregarding changes in solids).

20.3 If desired, estimate the degree of thixotropy (under conditions of *complete* shearing-out of structure) by calculating the ratio of the lowest speed viscosities before and after shear. The lowest speed before-shear viscosity is taken from Test Method B, 14.1, at the lowest increasing speed. The lowest speed after-shear viscosity is taken from 20.1. The higher the ratio, the greater the thixotropy.

21. Report

21.1 Report the following information:

- 21.1.1 The Brookfield viscometer model and spindle,
- 21.1.2 The viscosities at decreasing spindle speeds,
- 21.1.3 The specimen temperature in degrees celsius, and
- 21.1.4 The speed of the high-speed mixer, size of blade, and time of mixing if different from method.

21.2 *Optional Reporting:*

21.2.1 *Degree of Shear Thinning*—*Shear thinning index and speed over which it was measured* (14.2).

21.2.2 *Estimated Thixotropy*—Ratio of lowest speed viscosities before and after shear and the speed at which they were measured.

22. Precision and Bias

22.1 *Precision*—The precision for individual viscosity measurements is the same as for Test Method A in Section 23. No attempt has been made to determine the precision of the shear thinning index or degree of thixotropy for Test Method C for the reasons given in 16.1.

22.2 *Bias*—No statement of bias is possible with this test method.

23. Summary of Precision

23.1 In an interlaboratory study of Test Methods A and B, eight operators in six laboratories measured on two days the viscosities of four architectural paints comprising a latex flat, a latex semi-gloss, a water-reducible gloss enamel, and an alkyd semi-gloss, that covered a reasonable range in viscosities and were shear thinning. Measurements at increasing speeds of 5, 10, 20, and 50 r/min (equivalent to eight operators testing 16 samples) were used to obtain the precision of Test Method A. The within-laboratory coefficient of variation for Test Method A (single speed) was found to be 2.49 % with 121 df and for Test Method B (Shear Thinning Index) 3.3 % with 31 df. The corresponding between-laboratories coefficients are 7.68 % with 105 df and 7.63 % with 27 df. Based on these coefficients the following criteria should be used for judging the acceptability of results at the 95 % confidence level:

23.1.1 *Repeatability*—Two results obtained by the same operator at different times should be considered suspect if they differ by more than 7 % relative for single speed viscosity and 9.5 % relative for shear thinning index.

23.1.2 *Reproducibility*—Two results obtained by operators in different laboratories should be considered suspect if they differ by more than 21.6 and 22.1 % relative, respectively, for the same two test methods.

24. Keywords

24.1 Brookfield viscometer; non-Newtonian; rheological properties; rheology; rotational; shear thinning; thixotropic; thixotropy; viscometer; viscosity

⁴ Cowles or Shar type mixer/disperser.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428.





Standard Test Method for Volatile Content of Coatings¹

This standard is issued under the fixed designation D 2369; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This test method has been approved for use by agencies of the Department of Defense to replace Method 404 1.1 of Federal Test Method Standard No. 141A and for listing in the DoD Index of Specifications and Standards.

NOTE—Paragraph 7.3 was editorially corrected and the designation date was changed June 10, 1987.

1. Scope

1.1 This test method describes a procedure for the determination of the weight percent volatile content of solvent-reducible and water-reducible coatings. Test specimens are heated at $110 \pm 5^\circ\text{C}$ for 60 min.

1.2 Sixty minutes at $110 \pm 5^\circ\text{C}$ is a general purpose test method based on the precision obtained with both solvent-reducible and water-reducible coatings (see Section 9). These coatings (single package, heat cured) are commonly applied in factories to automobiles, metal containers, flat (coil) metal and large appliances, and many other metal parts.

NOTE 1—Testing at $110 \pm 5^\circ\text{C}$ for 20 min was utilized for the establishment of the original test method in 1965. Precision data are not available and may not have been properly generated at the time. The nine paints tested then were all solvent-reducible. These conditions, 20 min at $110 \pm 5^\circ\text{C}$, are no longer satisfactory for the determination of the volatile content of many coatings being tested at the present time. Water-reducible and solvent-reducible coatings were tested in the development of Test Method D 2369 using $110 \pm 5^\circ\text{C}$ for 60 min and 20 min for which precision data have been generated. See Appendix for precision statements on the 20-min oven residence time.

1.3 This test method does not cover multi-package coatings wherein one or more parts may, at ambient conditions, contain liquid coreactants that are volatile until a chemical reaction has occurred with another component of the multipackage coating.

1.4 This test method may not be applicable to all types of coatings such as printing inks, and other procedures may be substituted with mutual agreement of the producer and user. See Note 5.

1.5 *This standard may involve hazardous materials, operations, and equipment. This standard does not purport to address all of the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use. A specific hazard statement is given in 7.3.1.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-1 on Paint and Related Coatings and Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D01.21 on Chemical Analysis of Paints and Paint Materials.

Current edition approved June 10, 1987. Published August 1987. Originally published as D 2369 - 65 T. Last previous edition D 2369 - 86.

- D 343 Specification for 2-Ethoxyethyl Acetate (Grade)²
- D 362 Specification for Industrial Grade Toluene³
- D 1193 Specification for Reagent Water⁴
- E 145 Specification for Gravity Convection and Forced Draft Ventilation Ovens⁵
- E 180 Practice for Developing Precision Data on Methods for Analysis and Testing of Industrial Chemicals⁶

3. Summary of Test Method

3.1 A designated quantity of coating specimen is weighed into an aluminum foil dish containing 3 mL of an appropriate solvent, dispersed, and heated in an oven at $110 \pm 5^\circ\text{C}$ for 60 min. The percent volatile is calculated from the weight.

4. Significance and Use

4.1 This test method is the procedure of choice for determining volatiles in coatings for the purpose of relating the volatile organic content in coatings under test conditions. The inverse value, nonvolatile, is used to determine the weight percent solids content. This method is useful to the paint producer and user for environmental interests for determining the volatiles in coatings.

5. Apparatus

5.1 *Aluminum Foil Dish*, 58 mm in diameter by 15 mm high with a smooth (planar) bottom surface. Precision dishes for 30 min in an oven at $110 \pm 5^\circ\text{C}$ and a desiccator prior to use.

5.2 *Forced Draft Oven*, Type IIA or Type IIB as specified in Specification E 145.

5.3 *Syringe*, 5-mL, capable of properly dispersing coating under test at sufficient rate that the specimen is dissolved in the solvent (see 7.2).

5.4 *Test Tube*, with new cork stopper.

² Discontinued; see 1982 Annual Book of ASTM Standards, Part 1.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 06.01.

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vol 11.01.

⁵ Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

⁶ Annual Book of ASTM Standards, Vol 15.05.

weighing or Dropping Bottle.

Reagents

Purity of Reagents—Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents shall conform to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society, where such specifications are available.⁷ Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without affecting the accuracy of the determination.

Purity of Water—Unless otherwise indicated, reference to water shall be understood to mean Type II of Specification D 1193.

Toluene, technical grade, Specification D 362.

2-Ethoxyethyl Acetate, technical grade, Specification

Procedure

Mix the sample, preferably on a mechanical shaker or until homogeneous. If air bubbles become entrapped, allow to stand until the air has been removed.

Using an appropriate weighing container (5.2, 5.3, or 5.4) or the syringe preferred for highest precision, weigh by difference, a specimen of 0.30 ± 0.10 g for specimens believed to have a volatile content less than 40 weight % or a specimen of 0.50 ± 0.10 g for coatings believed to have a volatile content greater than 40 weight %, into a clean aluminum foil dish (5.5) into which has been added 3 mL of suitable solvent (6.2, 6.3, or 6.4). Add the specimen dropwise, shaking (swirling) the dish to disperse the specimen completely in the solvent. If the material forms a coating that cannot be dispersed, discard the specimen and use a new one. Similarly prepare a duplicate.

6.2—If the specimen cannot be dispersed in the solvents listed in 6.2 or 6.4 a compatible solvent may be substituted provided it is less volatile than 2-ethoxyethyl acetate (6.4).

Heat the aluminum foil dishes containing the duplicate specimens in the forced draft oven (5.1) for 60 min at $110 \pm 5^\circ\text{C}$.

Warning—Provide adequate ventilation, consistent with accepted laboratory practice, to prevent solvent vapors

⁷ "Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications," Am. Chem. Soc., Washington DC. For suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see "Reagent Chemicals and Standards," by Ernest D. Van Nostrand Co., Inc., New York, NY and the "United States Pharmacopoeia."

from accumulating to a dangerous level.

7.4 Remove the dishes from the oven, place immediately in a desiccator, cool to ambient temperature and weigh to 0.1 mg.

NOTE 3—If unusual decomposition or degradation of the specimen occurs during heating, the actual time and temperature used to cure the coating in practice may be substituted for the time and temperature specified in this test method, subject to mutual agreement of the producer and user.

8. Calculations

8.1 Calculate the percent volatile matter, V , in the liquid coating as follows:

$$V, \% = 100 - [(W_2 - W_1)/S] \times 100$$

where:

W_1 = weight of dish,

W_2 = weight of dish plus specimen after heating, and

S = specimen weight.

8.2 The percent of nonvolatile matter, N , in the coating may be calculated by difference as follows:

$$N, \% = 100 - \text{volatile matter}$$

9. Precision and Bias

9.1 The precision estimated for tests at 60 min at $110 \pm 5^\circ\text{C}$ are based on an interlaboratory study⁸ in which 1 operator in each of 15 laboratories analyzed in duplicate on 2 different days 7 samples of water-based paints and 8 samples of solvent-based paints containing between 35 and 72 % volatile material. The paints were commercially supplied. The results were analyzed statistically in accordance with Practice E 180. The within-laboratory coefficient of variation was found to be 0.5 % relative at 213 degrees of freedom and the between-laboratories coefficient of variation was 1.7 % relative at 198 degrees of freedom. Based on these coefficients, the following criteria should be used for judging the acceptability of results at the 95 % confidence level.

9.1.1 **Repeatability**—Two results, each the mean of duplicate determinations, obtained by the same operator on different days should be considered suspect if they differ by more than 1.5 % relative.

9.1.2 **Reproducibility**—Two results, each the mean of duplicate determinations, obtained by operators in different laboratories should be considered suspect if they differ by more than 4.7 % relative.

9.2 **Bias**—Bias has not been determined.

⁸ Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR. D01-1026.



IFR · ESPOL



Standard Test Methods for Scrub Resistance of Wall Paints¹

This standard is issued under the fixed designation D 2486; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reappraisal. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reappraisal.

1. Scope

1.1 These test methods cover a procedure for determining the resistance of wall paints to erosion caused by scrubbing, referred to herein after as “scrub resistance”.

1.2 Two test methods are covered as follows:

1.2.1 *Test Method A*—Cycles-to-failure obtained on test paint.

1.2.2 *Test Method B*—Ratio expressed as a percentage of cycles-to-failure obtained on the test paint to that obtained on a concurrent run with a known reference paint.

1.3 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are for information only.

1.4 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

D 3924 Specification for Standard Environment for Conditioning and Testing Paint, Varnish, Lacquer, and Related Materials²

D 4213 Test Method for Scrub Resistance of Paints by Abrasion Weight Loss²

3. Summary of Test Method

3.1 In Test Method A, the test paint is applied to a black plastic panel. After curing, the coated panel is placed over a 12.7 wide by 0.25-mm thick (1/2-in. by 10-mil) shim and held in place on a drawdown plate in a washability machine by means of a gasketed frame. The coated panel is then scrubbed with a bristle brush and an abrasive scrub medium until the paint film is removed in one continuous thin line across the shim.

3.2 In Test Method B, the test paint and a reference paint are applied simultaneously perpendicular to the length of the black

plastic panel. After curing, the coated panel is placed over two 12.7 by 0.25-mm (1/2-in. by 10-mil) shims that are positioned under each coating. The coatings are then scrubbed with a bristle brush and an abrasive scrub medium until each paint film is removed in one continuous thin line across its own shim.

4. Significance and Use

4.1 Paints often become soiled especially near doorways, windows, and in work and play areas. These test methods cover the determination of the relative resistance of different paints to erosion when repeatedly scrubbed during the life of the paint.

4.2 Test Method D 4213 is a similar scrub resistance test using a weight-loss technique and reporting volumetric film erosion rates.

4.3 Test Method A measures scrub resistance by the traditional cycles-to-failure concept. Poor correlation in scrub testing can be attributable to among other things variations in the stiffness of the brush bristles, condition of washability tester, application and drying conditions. In an attempt to improve reproducibility, Test Method B has been developed.

5. Apparatus

5.1 Straight Line Washability Machine.

5.1.1 Accessory Apparatus: (see Figs. 1 and 2).

5.1.1.1 *Nylon Bristle Brush and Accessories*, (total weight 454 ± 10 g).

5.1.1.2 *Drawdown Plate*, 454 by 165 by 6.3 mm (17 7/8 by 6 1/2 by 1/4 in.)

5.1.1.3 *Brass Shims*, 12.7- by 0.25-mm (1/2-in. by 10-mils). Its length can be fitted to the width of the drawdown plate.

5.2 *Film Applicator*, having 0.18-mm (7-mil) clearance and 6.25-mm (1/4-in.) edge and width of 135 mm (5 1/4-in.).

6. Reagents and Materials

6.1 *Purity of Reagents*—Reagent grade chemicals shall be used in all tests.

¹ These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D-1 on Paint and Related Coatings, Materials, and Applications and is the direct responsibility of Subcommittee D01.42 on Architectural Coatings.

Current edition approved March 10, 2000. Published May 2000. Originally published as D 2486 – 66 T. Last previous edition D 2486 – 96.

² *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 06.02.

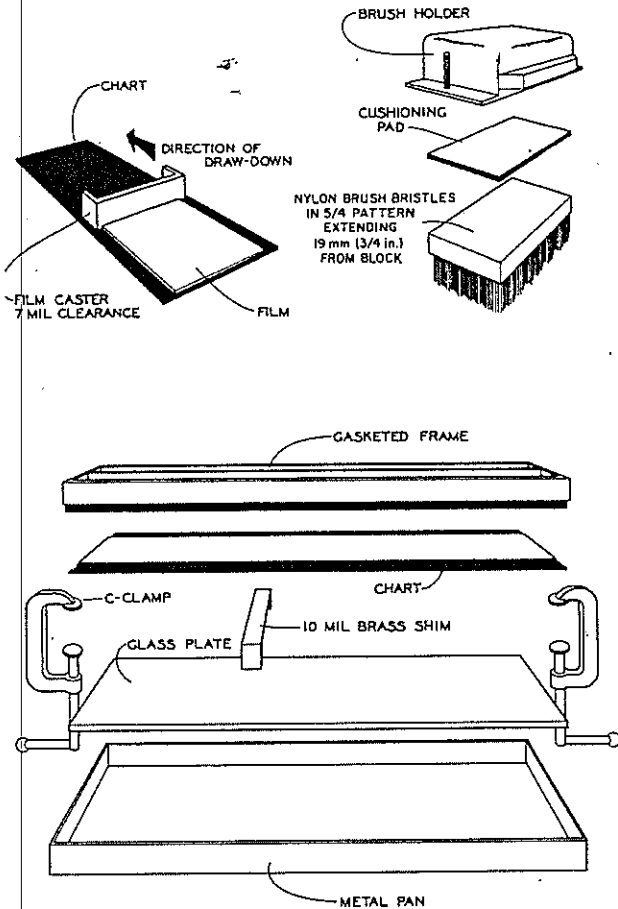


FIG. 1 Accessory Apparatus for Scrub Test

6.2 Black Plastic Panels.^{3,4}

6.3 Abrasive Scrub Medium.^{4,5}

6.3.1 Laboratory standardized abrasive scrub medium consisting of the following:

	grams
Water, distilled or deionized	49.4 ^A
Hydroxyethyl cellulose ^{4,6}	0.8
Ammonium hydroxide, 28 %	0.1
Detergent ^{4,7}	2.0
Trisodium phosphate, anhydrous	2.0
Silica ^{4,8}	45.0
Acetic acid (glacial)	0.7 ^B
Preservative ^{4,9}	0.1

^AAdjust to achieve viscosity of 110 to 120 Krebs units before use.

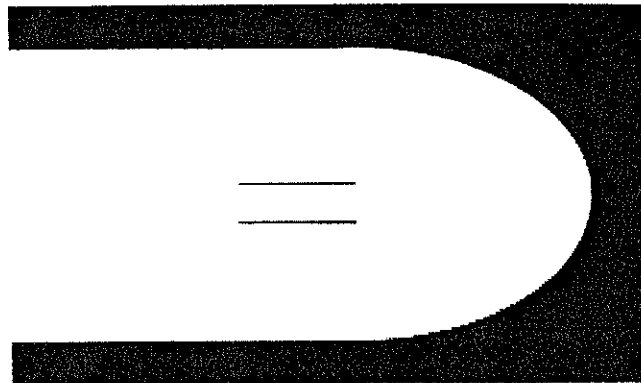
^BVary to achieve a pH of 9.5 to 10.

³ Dull black plastic panels, P-121-10N, 165 by 432 by 0.25 mm (6 1/2 by 17 in. by 10 mils) manufactured by the Leneta Co., 15 Whitney Rd., Mahwah, NJ 07430 were used in the original development of this standard in order to get the results in these test methods.

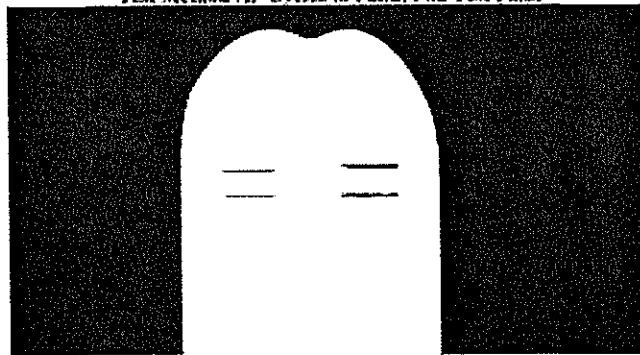
⁴ If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee,¹ which you may attend.

⁵ The sole source of supply of the abrasive scrub medium known to the committee at this time is the Leneta Company.

⁶ The sole source of supply of cello size OP-4400, viscosity grade of HEC, known to the committee at this time is Union Carbide, Polymer Division, 318-24 Fourth Ave., So. Charleston, WV 25303.



Test Method A: Cycles to Failure on Test Panel



Test Method B: Rate of Cycles to Failure of Test Panel and Reference Point

FIG. 2 Accessory Apparatus for Scrub Test

6.4 Reference paint when using Test Method B.

7. Preparation of Apparatus

7.1 Washability Machine—The straight line washability machine should be leveled before use and operated at 37 ± 1 cycles per minute.

7.2 Brush—Replace the brush when the bristles have become worn to a point that the bristles extend less than 15 mm (3/4 in.) from the block. Mark the ends of the brush to ensure it is oriented in the same direction for each use.

7.2.1 Brushes (that are in frequent use)—Brushes that are in frequent use shall be stored in water. Each time before starting the first test of the day, remove the brush and rinse in water, then precondition the brush, by running it for 400 cycles on a scrub panel, after which it is ready for test work.

7.2.2 Brushes (that are not in regular use)—Brushes that will not be used on a regular basis shall be washed out thoroughly in water after their last use and stored with the bristling side up under ambient conditions. Before being used again, the brush should be soaked in water for at least 24 h. Precondition the brush as directed in 7.2.1 before starting the test work.

⁷ The sole source of supply of the Triton X-100 detergent known to the committee at this time is Union Carbide, 10235 W. Little York Road, Suite 300, Houston, TX 77040.

⁸ The sole source of supply of the Tamsil 45, known to the committee at this time is Unimin Specialty Minerals Inc., 258 Elm St., New Canaan, CT 06840.

⁹ The sole source of supply of the 1,3,5-triethyl hexahydro-sym-triazine (Vancide TH), known to the committee at this time is R. T. Vanderbilt Co., 30 Winfield St., Norwalk, CT 06855.



7.3 *Brush Holder*—For washability testers that include a separate brush holder, insert a 3.2-mm (1/8-in.) thick rubber mat in the holder above the brush block. When in operation, this mat allows the brush to ride evenly on the paint surface without tilting. The brush must fit loosely in the holder. Mount the brush in the holder being sure that the mat is in place above the brush block and that the brush and holder are always in the same position.

TEST METHOD A

8. Procedure

8.1 Stir the test paint thoroughly and strain to remove all skins and particles. Make three drawdowns of each paint. Draw down the paint on the black plastic panel using the same operator and same 0.18-mm (7.0-mil) clearance film applicator. The time for application should be fairly slow –3 to 4 s from end to end to prevent formation of pinholes or holidays in the film. Air dry in a horizontal position for 7 days in an conditioning chamber at $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ($73.5 \pm 3.5^\circ\text{F}$) and $50 \pm 5\%$ relative humidity in accordance with Specification D 3924.

8.2 Soak the brush in water overnight. Clean the plate and set it in the pan of the washability tester. Ensure that the shim is smooth and free of burrs and placed perpendicular to the path of the brush. Wipe the test panel carefully and place it on top of the shimmed plate with the painted side up. Be sure that there are no defects in the film above the shim and that the test area is level. Place the frame over the drawdown being sure that the entire gasket is on the painted surface. Clamp the gasket in place. The clamps should be tight enough to ensure close contact, but not tight enough to cause warping of the panel.

8.3 Before beginning the test, it should be noted that the brush has been preconditioned for 400 cycles as outlined in 7.2.1. Remove the brush and shake vigorously to remove any excess water. Stir the abrasive scrub medium and spread 10 g uniformly over the brush bristles. Place the brush at one end of the path. Wet the panel with 5 mL of water in the path of the brush.

8.4 Start the test. After each 400 cycles before failure, remove the brush (do not rinse), add 10 g of stirred abrasive scrub medium and place 5 mL of water on the path of the brush before continuing.

8.5 Record the number of cycles to remove one continuous thin line of paint film across the 12.7-mm (1/2-in.) width of the shim. Stop the machine and wipe off the shim area to determine, if necessary, if the end point is achieved.

8.6 Test two of the drawdowns. If the two results differ by more than 30 % of the average, test the third drawdown. If one of the three results is obviously discrepant, discard it, then average the results from the remaining drawdowns.

TEST METHOD B

9. Procedure

9.1 Stir the test paint and reference paint thoroughly and strain to remove all skins and particles. Draw down the test and reference paints side by side perpendicular to the length of the

panel following procedures outlined in 8.1. Prepare three drawdowns for each test/reference paint. The paints should be drawn down simultaneously and the painted portion should be in the middle of the chart. Air dry in a horizontal position for 7 days at standard conditions.

9.2 Soak the brush in water overnight. Clean the plate and set it in the pan of the washability machine. Centrally place two shims, one each under the test paint and one under the reference paint drawdown areas on the chart. Wipe the test panel carefully and place it on top of the shimmed plate with the painted side up. Be sure that there are no defects in the film above the shims and that the test areas are level. Place the gasket over the painted surface and clamp in place.

9.3 Remove the brush and shake it vigorously to remove any excess water. Before testing, the brush shall be conditioned for 400 cycles as outlined in 7.2.1. Follow procedures outlined in 8.3 and 8.4. It is recommended that the first two panels to be tested are prepared by altering the position of the reference paint, that is, one panel has the reference paint on the right, and the second panel has the reference paint on the left.

9.4 Record respectively the number of cycles to remove one continuous thin line of paint film from both the test and reference paints across the 12.7-mm (1/2-in.) width of each of the shims. Stop the machine and wipe off the shim areas to determine, if necessary, if each end point is achieved.

9.5 Test two of the drawdowns. If the two results differ by more than 30 %, test the third drawdown. If one of the three results is obviously discrepant, discard it, then average the results from the remaining drawdowns.

10. Report

10.1 Report the following information:

10.1.1 When using Test Method A, report the mean number of cycles to failure.

10.1.2 When using Test Method B, report a percentage as follows:

$$\frac{\text{Cycles for test paint}}{\text{Cycles for reference paint}} \times 100 \quad (1)$$

if:

Result is > 100 %, test paint has better scrub resistance than reference paint.

if:

Result is < 100 %, test paint has poorer scrub resistance than reference paint.

10.1.3 Method used (Test Method A or Test Method B).

10.1.4 Referenced paint used, if using Test Method B.

10.1.5 Outline any deviations from standard procedures.

11. Precision and Bias

11.1 *Precision*—In an interlaboratory study of these test methods, scrub resistance was recorded in five laboratories using three coatings. The following criteria should be used for judging the acceptability of results of scrub resistance tests at a 95 % confidence level.

Test Method A

11.1.1 *Repeatability*—Duplicate results by a single operator should be considered suspect if they differ by more than 30 % of their mean value.



11.1.2 Reproducibility—Two results (each the mean of duplicate measurements) obtained by operators in different laboratories should be considered suspect if they differ by more than 58 % of their mean.

Test Method B

11.1.3 Repeatability and reproducibility are being determined by ASTM D01.42.25.

11.2 Bias—Bias is not applicable to these test methods.

12. Keywords

12.1 scrub resistance; wet abrasion resistance

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

APÉNDICE E:

**NORMAS INEN DE REFERENCIA PARA PRUEBAS DE
CONTROL DE CALIDAD DE PINTURAS
ARQUITECTÓNICAS**



IT - ESPOL

<p>Norma Ecuatoriana</p>	<p>AGENTES TENSOACTIVOS DETERGENTE EN POLVO REQUISITOS</p>	<p>INEN 849 1982-02</p>
------------------------------	--	-----------------------------

OBLIGATORIA

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece los requisitos que debe cumplir el detergente sintético en polvo para uso doméstico general.



2. ALCANCE

2.1 Esta norma no se refiere a los detergentes abrasivos (povos limpiadores) ni a los detergentes para máquinas lavadoras.

3. REQUISITOS GENERALES

3.1 El detergente en polvo debe presentar textura homogénea; el producto no debe formar aglutinamientos, en condiciones normales de uso y de almacenamiento.

3.2 El olor debe ser aceptable, en condiciones normales de uso y de almacenamiento.

3.3 El producto no debe dejar olor, color o residuo objetables en las cosas lavadas; puede contener agentes blanqueadores de uso permitido.

3.4 El producto no debe contener ingredientes en cantidades que sean tóxicas para los seres humanos.

3.5 El detergente en polvo debe estar libre en su formulación de material abrasivo y solventes orgánicos.

3.6 El producto debe ser apto para disolverse en agua, formar espuma y eliminar la suciedad.

3.7 El detergente en polvo debe cumplir las especificaciones establecidas en la Tabla 1.

TABLA 1 Especificaciones del detergente en polvo.

REQUISITOS	UNIDAD	MINIMO	MAXIMO	METODO DE ENSAYO
Materia insoluble en agua (con excepción de Zeolitas)	% (m/m)		2,5	INEN 816
Materia insoluble en alcohol	% (m/m)		80	INEN 817
Humedad y materia volátil	% (m/m)		15	INEN 818
Hidróxido alcalino libre	% (m/m)		0,1	INEN 821
pH	—	6	11,5	INEN 820
Materia activa	% (m/m)	13		INEN 833
Tripolifosfato de sodio	% (m/m)		50	
Jabón como ácido graso	% (m/m)		5	INEN 823

(Continúa)

Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN, Casilla 3999 - Baquerizo 454 y Ave. 6 de Diciembre - Quito-Ecuador - Prohibida la reproducción

4. ENVASADO, EMPAQUETADO Y ETIQUETADO

4.1 El detergente en polvo debe envasarse y empaquetarse en materiales adecuados que garanticen la conservación de las características del producto, en condiciones normales de uso y de almacenamiento.

4.2 Cada unidad de embalaje debe presentar un rótulo perfectamente legible, que incluya la información siguiente:

- a) razón social del fabricante y marca comercial,
- b) denominación del producto,
- c) identificación del lote de fabricación respectivo,
- d) masa neta, al envasar, en gramos,
- e) Norma INEN de referencia,
- f) número del Registro Sanitario,
- g) dirección del fabricante, ciudad y país,
- h) y demás especificaciones exigidas por ley.

4.3 No debe presentar leyendas de significado ambiguo ni descripción de características del producto que no puedan ser debidamente comprobadas.

5. MUESTREO

5.1 El muestreo debe realizarse de acuerdo con la Norma INEN 815.

(Continúa)

APENDICE Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

- INEN 815 *Agentes tensoactivos. Muestreo.*
- INEN 816 *Agentes tensoactivos. Determinación de la materia insoluble en agua.*
- INEN 817 *Agentes tensoactivos. Determinación de la materia insoluble en alcohol.*
- INEN 818 *Agentes tensoactivos. Determinación de humedad y materia volátil.*
- INEN 820 *Agentes tensoactivos. Determinación del pH.*
- INEN 821 *Agentes tensoactivos. Determinación de la alcalinidad libre y total.*
- INEN 833 *Agentes tensoactivos. Determinación de la materia activa.*
- INEN 823 *Agentes tensoactivos. Determinación de materia grasa total.*

Z. 2 BASES DE ESTUDIO

Norma Sudafricana SABS 892. *General purpose detergent. (Beads, granules and powder).* South African Bureau of Standards. Pretoria, 1976.

Norma ASTM D 2815. *Cleaning compound, general purpose.* American Society for Testing and Materials. Filadelfia, 1970.

Norma Hindú IS: 4955. *Specification for synthetic detergents for household use.* Indian Standards Institution. Nueva Delhi, 1969.



IB - ESPOL

Norma
Ecuatoriana

PINTURAS Y PRODUCTOS AFINES.
DETERMINACION DE LA DENSIDAD.

INEN 1 009
1983 01

OPCIONAL

DONACION

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece el método para determinar la densidad en pinturas, barnices, lacas y productos afines, distintos de los pigmentos en estado líquido.

2. ALCANCE

2.1 Este método se aplica a líquidos que tienen alta viscosidad o en aquellos donde uno de los componentes es demasiado volátil.

3. TERMINOLOGIA

3.1 Densidad. Masa por unidad de volumen de un líquido a cualquier temperatura, se expresa en gramos por cm^3 .

4. METODOS DE ENSAYO

4.1 Resumen del método. Consiste en determinar la masa de la pintura líquida, contenida en un picnómetro, a una temperatura normal de $25^{\circ}C$, o a otra temperatura convenida, y calcular su densidad en gramos por cm^3 . El volumen del picnómetro se determina previamente con agua destilada. En la Tabla I se indican los valores de la densidad absolutas del agua a diferentes temperaturas:

TABLA I

DENSIDAD ABSOLUTA DEL AGUA g/cm^3	
$^{\circ}C$	DENSIDAD
15	0.999099
16	0.998943
17	0.998744
18	0.998595
19	0.998405
20	0.998203
21	0.997992
22	0.997770
23	0.997538
24	0.997296
25	0.997044
26	0.996783
27	0.996512
28	0.996232
29	0.995944
30	0.995656

(Continúa)

Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN, Casilla 3999 - Baquerizo 454 y Ave. 6 de Diciembre - Quito-Ecuador - Prohibida la reproducción

4.2 Aparatos

4.2.1 *Picnómetro*. De cualquier tipo con capacidad de 20 a 100 cm³, diseñado de tal manera que permita llenarlo fácilmente con productos de alta viscosidad y provisto de una tapa para evitar la evaporación de las materias volátiles; la tapa debe tener un pequeño orificio para eliminar el exceso del producto (ver figura 1). Se puede utilizar también una copa de peso por galón.

4.2.2 *Termómetros graduados en 0,1°C.*

4.2.3 *Baño de temperatura constante, regulable a 25°C ± 1°C.*

3.2.4 *Balanza analítica, con sensibilidad de 0,001 g (ver nota 1).*

4.2.5 *Desecador, o un cuarto de temperatura y humedad razonablemente constantes.*

4.3 Calibración del picnómetro o de la copa

4.3.1 *Se determina el volumen del recipiente a la temperatura especificada en la forma siguiente:*

4.3.1.1 Se limpia el recipiente sin usar elementos abrasivos, se seca y se lleva a masa constante o hasta que la diferencia entre en 2 pesadas consecutivas no exceda en 0,001 g. Se deben evitar las impresiones de los dedos sobre el recipiente, lo cual hace variar su peso. Se registra la masa M_1 en gramos.

4.3.1.1.1 Los recipientes de vidrio se pueden limpiar con mezcla sulfocrómica (ácido crómico) o disolvente que no dejen residuo y los metálicos con disolventes apropiados.

4.3.1.2 El recipiente se llena con agua destilada recién hervida, a una temperatura aproximadamente inferior a la especificada y se tapa, dejando abierto el orificio de rebose. Inmediatamente se retira el exceso de agua, o el agua acumulada en los bordes, lavando con acetona o alcohol y se seca con un material absorbente. Se debe evitar que queden burbujas de aire ocluidas dentro del recipiente.

4.3.1.3 El recipiente y su contenido se llevan a la temperatura especificada usando el baño de temperatura constante, lo cual puede producir un leve flujo de agua en el orificio de rebose causado por expansión de ésta con el aumento de temperatura.

4.3.1.4 Se elimina el agua rebosada limpiando cuidadosamente con un material absorbente y, evitando absorber agua a través de los orificios; inmediatamente se tapa el tubo de rebose; si este tiene tapa y, si es necesario, se seca el lado exterior del recipiente. Una vez alcanzada la temperatura deseada, no se debe eliminar el agua que rebose después de la primera limpieza. Inmediatamente, se pesa el recipiente lleno y se registra la masa M_2 en gramos, con aproximación al 0,001 g.

NOTA 1. La copa usual de peso por galón o los picnómetros similares especiales, cuando están llenos, tienen pesos que exceden la capacidad de las balanzas analíticas usuales. En tales casos, se podrá usar una balanza de mayor capacidad con escala graduada hasta 0,01 g. El promedio de los resultados con esta balanza tiene la precisión y exactitud necesarias.

(Continúa)

4.3.1.4.1 La manipulación del recipiente con las manos descubiertas, aumentará su temperatura y causará más reboso en el orificio; lo mismo sucede al presionarlo con los dedos. Por lo tanto, se debe manejar el recipiente con una pinza o con las manos protegidas con un material absorbente limpio y seco.

4.3.1.4.2 Se debe pesar rápida e inmediatamente el recipiente lleno, para minimizar las pérdidas de peso debidas a la evaporación de agua o reboses posteriores.

4.4 Procedimiento con pintura o productos afines

4.4.1 Repetir los pasos del numeral 4.3, substituyendo el agua destilada por la muestra y la acetona o el alcohol por un disolvente apropiado; registrar la masa M_3 del recipiente lleno y M_4 del recipiente vacío.

4.4.1.1 La retención de películas de pintura que pueden quedar adheridas a las superficies esmeriladas o juntas, pueden causar valores erróneos, lo cual ocurre especialmente en productos de viscosidades y densidades altas. Tales errores se deben minimizar asentando firmemente las uniones.

4.5 Cálculos

4.5.1 El volumen del recipiente se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$V = \frac{M_2 - M_1}{D}$$

Donde:

V = volumen del recipiente, en cm^3 .

M_2 = peso del recipiente y el agua (numeral 4.3.1.4), en g.

M_1 = peso del recipiente seco (numeral 4.3.1.1), en g.

D = densidad absoluta del agua, en g por cm^3 , a la temperatura especificada en la Tabla 1.

4.5.1.1 Se deben hacer al menos tres determinaciones del volumen del recipiente y promediarse los resultados para obtener el valor de V necesario en el numeral 4.5.2.

4.5.2 Se calcula la densidad de la muestra con cuatro cifras significativas, en g/cm^3 , empleando la siguiente ecuación:

$$D_m = \frac{M_3 - M_4}{V}$$

Donde:

D_m = la densidad de la muestra, en g/cm^3 .

M_3 = masa del recipiente con la muestra, en g.

M_4 = masa del recipiente vacío, en g.

V = volumen del recipiente calculado en el numeral 4.5.1 en cm^3 .



IN - ESPOL

(Continúa)

3.6 Informe. En este se debe indicar:

4.6.1 Identificación apropiada de la muestra.

4.6.2 Densidad de la muestra, en g/cm^3 .

4.6.3 Temperatura del ensayo, expresada en $0,1^{\circ}C$ más cercano.

4.6.4 Promedio, intervalo y número de determinaciones.

4.6.5 Fecha del ensayo.

(Continúa)

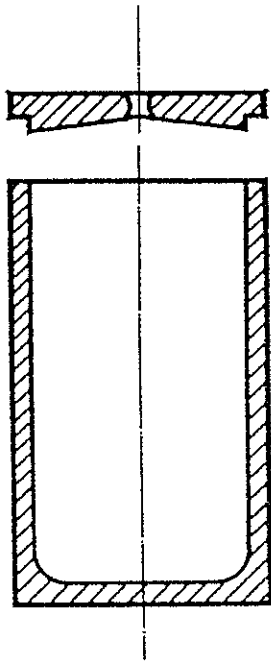


FIGURA 1. Pícnómetro.



IR - ESPOL

APENDICE Z

Z.1 NÓRMAS A CONSULTAR

Esta norma no requiere de otras para su aplicación.

Z.2 BASES DE ESTUDIO

Normas ASTM Part. 21. *Paint, varnish, lacquer and related products test formulated products and applied coatings.* American Society for Testing and Materials. Filadelfia, 1970.

Normas ASTM D 1475 - 60 (1968). *Density of paint, varnish, lacquer and related products.* American Society for Testing and Materials. Filadelfia, 1968.

Norma Colombiana ICONTEC 561. *Pinturas. Determinación de la densidad.* Instituto Colombiano de Normas Técnicas. Bogotá, 1970.

Norma Ecuatoriana Obligatoria	PINTURAS ARQUITECTONICAS. DETERMINACION DE LA RESISTENCIA AL CAMBIO DE TEMPERATURA.	INEN 1 538 1987-01
-------------------------------------	--	-----------------------

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece el método para determinar la resistencia al cambio de temperatura en pinturas arquitectónicas.

2. RESUMEN

2.1 El recipiente que contiene la muestra se cierra herméticamente y se expone tres veces al siguiente ciclo: 16h a $5^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ y 8h a $28^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$; transcurrido los tres ciclos se determina la viscosidad.

3. INSTRUMENTAL

3.1 Viscosímetro de Stormer (ver figura 1 de la Norma INEN 1013).

3.2 Láminas de fibra o yeso.

3.3 Brocha.

4. PREPARACION DE LA MUESTRA

4.1 Llenar dos tarros barnizados con tapa de fricción con la pintura de muestra que se recibe y cerrar las tapas herméticamente.

4.2 Exponer un tarro o recipiente tres veces al siguiente ciclo de cambio de temperatura.

4.2.1 Temperatura baja de $5^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ por 16 horas.

4.2.2 Temperatura alta de $28^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ por 8 horas.

4.3 Almacenar la otra muestra en un horno de $45^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ por 11 días.



TR - ESPOL

5. PROCEDIMIENTO

5.1 Al terminar la preparación de la muestra, medir la viscosidad de las dos muestras, de acuerdo con la Norma INEN 1013, y comparar con la viscosidad original, para determinar el cumplimiento de los requisitos del numeral 4.11 de la Norma INEN 1541.

(Continúa)

5.2 Extender la pintura con brocha sobre una lámina de fibra blanca y observar, mientras se aplica la pintura y después del secado, si la pintura es normal y aplicable en todos los aspectos.

5.3 Comparar con la pintura no expuesta que está libre de coagulación, manchas y cambios en el brillo o color.

6. INFORME DE RESULTADOS

6.1 Como resultado final debe indicarse lo siguiente:

- a) Identificación completa de la muestra.
- b) Fecha del ensayo.
- c) Nombre de la persona que realizó el ensayo.
- d) Si la pintura pasa o no pasa el ensayo.

6.2 En el informe de resultados debe indicarse el método usado y el resultado obtenido. Debe mencionarse, además, cualquier condición no especificada en esta norma o considerada opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.

(Continúa)

APENDICE Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

INI N 1 013 *Pinturas. Determinación de la viscosidad.*

INEN 1 544 *Pinturas arquitectónicas. Pinturas al agua tipo emulsión (latex). Requisitos.*

Z.2 BASES DE ESTUDIO

Norma ICONTEC 1335 *Pinturas. Pinturas al agua tipo emulsión.* Instituto Colombiano de Normas Técnicas. Bogotá, 1982.

Norma Federal TT-P-1728 *Federal Specification. Paint, Latex-Base, Interior, Flat, Deep-Tone.* General Services Administration. Washington D.C., 1974.



IN - ESPOL

Norma
Ecuatoriana
Obligatoria

PINTURAS ARQUITECTONICAS. DETERMINACION
DE LA RESISTENCIA AL AGUA Y A LOS ALCALIS

INEN 1539
1987-01

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece los métodos para determinar el efecto producido por el agua y los álcalis sobre superficies recubiertas con pinturas arquitectónicas.

2. INSTRUMENTAL

2.1 *Lámina de vidrio.*

2.2 *Pipeta graduada.*

2.3 *Medio absorbente.*

2.4 *Vidrio de reloj.*

3. REACTIVOS

3.1 *Agua destilada.*

3.2 *Solución acuosa de hidróxido de sodio, al 0,5%.*

4. PREPARACION DE LOS PANELES

4.1 A las láminas de vidrio libre de polvo y grasa, aplicar una capa de pintura de 12,5 micras mínimo de película húmeda, dejar secar y curar por 7 días.

4.2 Condiciones del ensayo. Los ensayos se efectúan en condiciones ambiente de temperatura y humedad.

5. PROCEDIMIENTO

5.1 Resistencia al agua.

5.1.1 Preparar los paneles como se indica en 4.1.

5.1.2 Colocar 5 gotas de agua destilada sobre la pintura y cubrir la superficie con un vidrio de reloj. *1/2*

5.1.3 Después de dejar el espacio retirar el vidrio de reloj y observar cualquier cambio en la apariencia de la película.

(Continúa)

5.1.4 Retirar el agua y dejar para recuperación.

5.1.5 Frotar suavemente la superficie de la película para determinar si la pintura cumple lo especificado en 4.12 de la Norma INEN 1 544.

5.2 Resistencia a los álcalis

5.2.1 Preparar los paneles como se indica en 4.1.

5.2.2 Colocar 5 gotas de una solución acuosa de hidróxido de sodio al 0,5% m/m sobre la pintura y cubrir la superficie con un vidrio de reloj.

5.2.3 Después de retirar el vidrio de reloj.

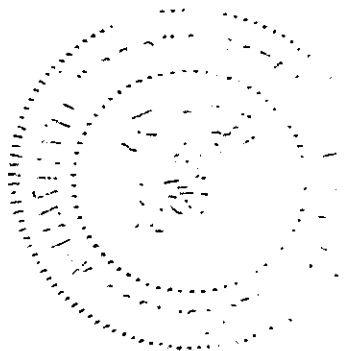
5.2.4 Enjuagar la película, dejar dos horas para recuperación y examinar si cumple con lo especificado en 4.13 de la Norma INEN 1 544.

6. INFORME DE RESULTADOS

6.1 Como resultado final debe indicarse lo siguiente:

- a) Identificación completa de la muestra.
- b) Fecha de ensayo.
- c) Nombre de la persona que realizó el ensayo.
- d) Si la pintura pasa o no pasa el ensayo.

6.2 En el informe de resultados debe indicarse el método usado y el resultado obtenido. Debe mencionarse, además, cualquier condición no especificada en esta norma o considerada opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.



IN - ESPOL

(Continúa)

APENDICE Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

INEN 1 544 *Pinturas arquitectónicas. Pinturas al agua tipo emulsión(latex). Requisitos.*

Z.2 BASES DE ESTUDIO

Norma ICONTEC 1335 *Pinturas. Pinturas al agua tipo emulsión.* Instituto Colombiano de Normas Técnicas. Bogotá, 1982.

Norma Federal TT-P-1728 *Federal Specification. Paint, Latex-Base, Interior, Flat, Deep-Tone.* General Administration, Washington, D.C. 1974.

Norma Ecuatoriana Obligatoria	PINTURAS ARQUITECTONICAS. DE TERMINACION DE LA RESISTENCIA A LA ESTABILIDAD ACELERADA.	INEN 1540 1987-01
-------------------------------------	---	----------------------

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece el método para determinar la estabilidad acelerada de las pinturas arquitectónicas.

2. INSTRUMENTAL

2.1 *Recipiente de hojalata*, de 500 cm³ de capacidad con tapa hermética.

2.2 *Refrigerador*, regulado a $-5^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

2.3 *Estufa regulada*, a $50^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

3. PROCEDIMIENTO

3.1 Llenar el recipiente con la muestra en examen, tapar bien y colocar en el refrigerador a $-5^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, durante 40 horas.

3.2 Retirar y dejar el recipiente cerrado en ambiente de laboratorio durante 6 horas.

3.3 Colocar en estufa a $50^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ durante 40 horas.

3.4 Retirar y dejar que alcance la temperatura ambiente.

3.5 Destapar y agitar la pintura observando si se desprende olores desagradables o irritantes, si se han formado coágulos o presenta alguna otra alteración irreversible por agitación manual.

3.6 Medir la viscosidad de acuerdo con la Norma INEN 1 011 de la muestra y comparar la viscosidad original para determinar el cumplimiento de los requisitos del numeral 4.14 de la Norma INEN 1 544.

4. INFORME DE RESULTADOS

4.1 Como resultado final debe indicarse lo siguiente:

- Identificación completa de la muestra.
- Fecha de ensayo.
- Nombre de la persona que realiza el ensayo.
- Si la pintura pasa o no pasó el ensayo.

4.2 En el informe de resultados debe indicarse el método usado y el resultado obtenido. Debe mencionarse, además, cualquier condición no especificada en esta norma o considerada opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.

(Continúa)

APENDICE Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

INEN 1 013 *Pinturas. Determinación de la viscosidad.*

INEN 1 544 *Pinturas arquitectónicas. Pinturas al agua tipo emulsión (latex). Requisitos.*

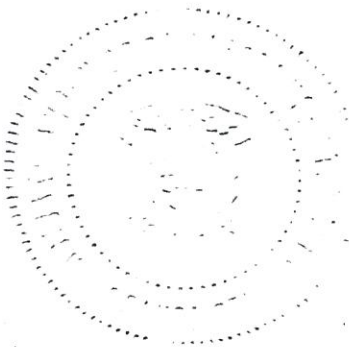
Z.2 BASES DE ESTUDIO

Norma Argentina IRAM 1070 *Pinturas al agua tipo emulsión, para interiores.* Instituto Argentino de Racionalización de Materiales. Buenos Aires, 1982.

Norma Sudafricana *Method 150 Storage Stability of paint, varnish, and lacquer: Short term (30 days).* South African Bureau of Standard. Pretoria, 1975.



IPEC - ESPOL



Norma
Ecuatoriana
Obligatoria

PINTURAS ARQUITECTONICAS. DETERMINACION
DE LA RESISTENCIA A LA INTEMPERIE.

INEN 1 541
1987-04

Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN, Casilla 3999 - Baquerizo 154 y Ave. 6 de Diciembre - Prohibida la reproducción

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece el método para determinar la resistencia a la intemperie en pinturas arquitectónicas.

2. RESUMEN

2.1 El método se basa en la determinación de los efectos que sobre la película de pintura, ocasionan los agentes de la intemperie.

3. INSTRUMENTAL

3.1 *Paneles de asbesto-cemento o madera*, de 150 x 150 x 6 mm.

4. PROCEDIMIENTO

4.1 Aplicar la primera mano de pintura diluyendo la pintura con agua de acuerdo con las instrucciones dadas por el fabricante para las pinturas arquitectónicas.

4.2 Después de 4 horas de secado al aire, aplicar una segunda mano de la pintura sin diluir a un régimen de cobertura de 13,1 m² por litro (76 ± 2 cm³ por m²).

4.3 Dejar que la pintura se seque al aire durante 24 horas y exponer los paneles a un ángulo de 45°.

4.4 Examinar la probeta para ver si cumple con lo especificado en 4.15 de la Norma INEN 1 544.

5. INFORME DE RESULTADOS

5.1 Como resultado final debe indicarse lo siguiente.

- a) Identificación completa de la muestra.
- b) Fecha de ensayo.
- c) Nombre de la persona que realizó el ensayo.
- d) Si la pintura pasa o no pasa el ensayo.

5.2 En el informe de resultados debe indicarse el método usado y el resultado obtenido. Debe mencionarse, además, cualquier condición no especificada en esta norma e considerada opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.

(Continúa)

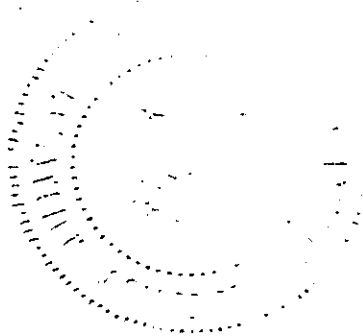
APENDICE. Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

INEN 1 544 *Pinturas arquitectónicas. Pinturas al agua tipo emulsión (latex). Requisitos.*

Z.2 BASES DE ESTUDIO

Norma SABS 634 Norma Standard para *Pinturas de emulsión para empleo exterior.* South African Bureau of Standard. Pretoria, 1972.



Norma Ecuatoriana Obligatoria	PINTURAS ARQUITECTONICAS Y DE DETERMINACION DE LA RESISTENCIA A LA ABRASION HUMEDA (RESTREGADO).	INEN 1542 1987-01
-------------------------------------	--	----------------------

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece el método para determinar la resistencia a la abrasión húmeda en pinturas arquitectónicas.

2. ALCANCE

2.1 Este método comprende un procedimiento acelerado para determinar la resistencia de las pinturas arquitectónicas para pared plana a la erosión causada por abrasión.

3. RESUMEN

3.1 La pintura de ensayo se aplica a un panel de vidrio esmerilado o plástico negro. Después del envejecimiento, restregar con un cepillo de cerda y un medio abrasivo hasta que se produzca una falla sobre la película.

3.2 Significado

3.2.1 Las pinturas de paredes interiores a menudo llegan a mancharse especialmente cerca de los marcos de las puertas, ventanas y en las áreas de trabajo y juego.

3.2.2 El método comprende la determinación de la resistencia relativa de diferentes pinturas de pared a la erosión cuando se restregan repetidamente para remover las manchas durante la vida de la pintura.

3.2.3 Los resultados desarrollados por el uso de este método no representan necesariamente la resistencia a la abrasión de películas de pinturas envejecidas.

4. INSTRUMENTAL

4.1 **Máquina de lavado.** Consiste esencialmente de un motor eléctrico montado en una plancha de metal y un mecanismo por medio del cual el motor imprime al cepillo un movimiento recíproco a lo largo de la lámina de prueba sujeta a la plancha.

4.2 **Accesorios** (ver Fig. 1).

4.2.1 *Cepillo con base de aluminio*, cerdas de nylon o su equivalente, lámina de caucho y un soporte, cuya masa total sea de 454 g.

4.2.2 *Lámina de vidrio esmerilado*.

(Continúa)

Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN, Casilla 3999 - Baquerizo 454 y Ave. 6 de Diciembre - Quito-Ecuador - Prohibida la reproducción



INEN - ESPOL

4.2.3 Marco con empuques y gomas.

4.3 Aplicador de película de 150 a 175 micrones de brisa o similar (0,15 a 0,175 mm).

4.4 Lámina de vidrio revestida de un fondo a base de solvente, o lámina de plástico negro (Leneta P-121-10 N o similar).

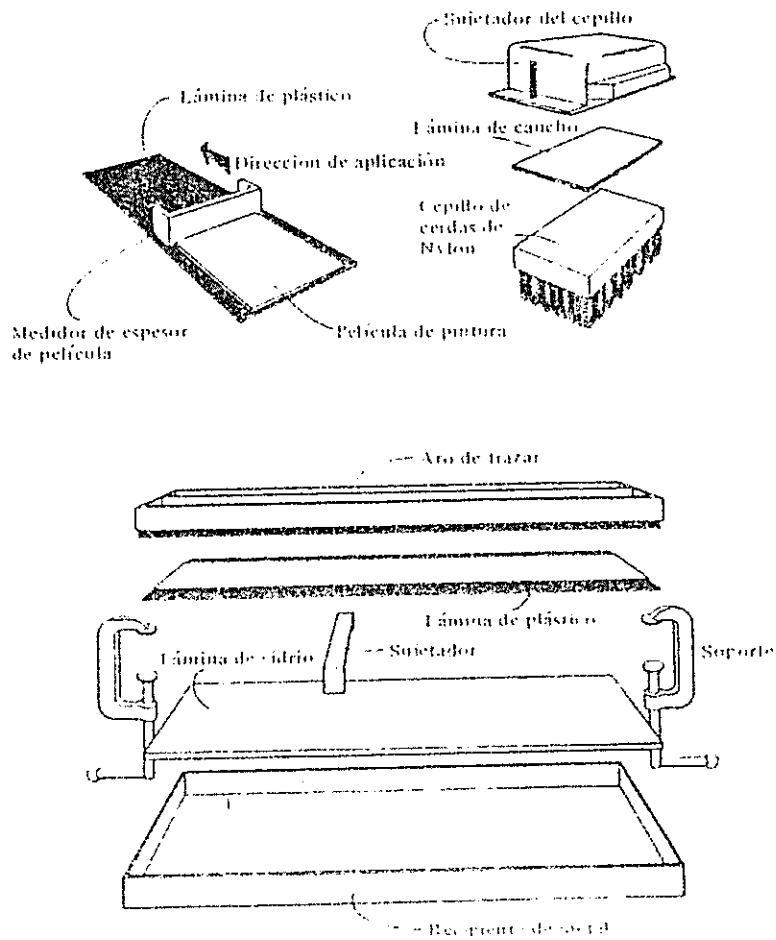


FIGURA 1. Accesorios y aparato para el ensayo de lavado.

(Continúa)

5. MEDIO ABRASIVO

5.1 Solución acuosa al 5% de detergente sintético aniónico (INEN 849).

6. PREPARACION DEL APARATO PARA LA ABRASION

6.1 Máquina de lavado. La máquina de lavado debe nivelarse antes del uso y operarse a 35 ± 5 ciclos por minuto. Antes de cada ensayo revisar la tirantez de la banda del motor o la transmisión de cadena, la alineación de las poleas y cables tanto en el plano horizontal como en el vertical y la tensión del cable.

6.2 Cepillo. Las cerdas, si son nuevas, deben nivelarse antes del uso para permitir un desgaste uniforme en la superficie de la pintura. La nivelación se cumple recorriendo el cepillo sobre una lija de óxido de aluminio o tela esmeril de mallas 100 a 120 adherido longitudinalmente a la placa de vidrio de la máquina de lavado. El número total de ciclos requeridos puede variar de 1 000 a 5 000. La masa adicional, hasta 454 g puede usarse para agilizar el procedimiento. Cambiar la lija o la tela esmeril si llegan a ser atascadas. Cubrir los bordes con cinta si se observa algún goteo. Reemplazar el cepillo cuando las cerdas se han gastado hasta sobresalir menos de 16 mm de bloque.

6.3 Soporte del cepillo. El cepillo debe estar flojo en el soporte, para ello deben quitarse los tornillos de éste y colocar sobre la base del cepillo en el soporte una lámina de caucho de 3,2 mm de espesor cuando la máquina está en funcionamiento, dicha lámina permite al cepillo moverse uniformemente *sin oscilaciones* sobre la lámina pintada.



7. PROCEDIMIENTO

CIB - ESPOL

7.1 Limpiar la parte superior de la lámina de vidrio y ambos lados del panel de plástico negro para asegurarse que estén libres de motas.

7.2 Colocar el panel de plástico negro sobre la lámina y adherir un extremo a la lámina.

7.3 Alisar el panel a lo largo de la lámina frotándole con la franela, produciendo electricidad estática que aumenta la adhesión a la placa.

7.4 Agitar la pintura en ensayo y filtrar para remover las pieles (natas) y partículas.

7.5 Extender la película de pintura sobre el panel usando un aplicador de película de 150 a 175 micrones. El tiempo de aplicación debe ser lento, de 3 a 4 segundos de extremo a extremo, para evitar la formación de agujeros o vacíos en la película.

7.6 Dejar secar en posición horizontal durante 7 días manteniendo la temperatura y humedad relativa ambiente.

7.7 Limpiar la lámina y colocarla en el recipiente metálico de la máquina de lavado.

(Continúa)

7.8 Colocar el panel de ensayo sobre la bandeja e instalar el equipo.

7.9 Humectar el cepillo durante una hora luego escurrir y colocarlo en su posición.

7.10 Agitar la solución acuosa y extender 10 cm³ de éste sobre las cerdas del cepillo uniformemente.

7.11 El contador de ciclos colocar en cero, iniciar el ensayo manteniendo constantemente humectada la película.

7.12 Registrar el número de ciclos necesarios para remover o desgastar el 50% de la película de pintura. Inmediatamente detener la máquina, limpiar la superficie de la película de pintura y comprobar el punto final.

7.13 Hacer tres extracciones de cada muestra. Ensayar dos y promediarlos si están dentro el 25% de repetibilidad. Si no están, ensayar un tercero y promediar los tres a menos de que no sea notablemente distinto, en cuyo caso debe descartarse.

8. ERRORES DE METODO

8.1 Los siguientes criterios deben usarse para juzgar la aceptabilidad de los resultados de los ensayos de resistencia a la abrasión a un nivel de confiabilidad del 90% .

8.1.1 *Repetibilidad* (dentro de laboratorio) = 25% (n = 2).

8.1.2 *Reproducibilidad* (entre laboratorios) = 50% (n = 2).

9. INFORME DE RESULTADOS

9.1 Como resultado final debe indicarse lo siguiente:

- a) Tipo y número de la muestra o cualquier otra identificación.
- b) Ensayo efectuado y método empleado.
- c) Resultado del ensayo.
- d) Condiciones de humedad y temperatura para la preparación de la muestra.
- e) Fecha de ensayo.
- f) Nombre de la persona que realizó el ensayo.

(Continúa)

APENDICE 2

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

INEN 849 *Agentes tensioactivos. Detergente en polvo. Requisitos*

Z.2 BASES DE ESTUDIO

Norma ASTM D 2186 *Standard Test Method for Scrub resistance of interior latex flat wall Paints*. American Society for Testing and Materials. Filadelfia, 1982.

Norma ICONTEC 966 *Pinturas. Determinación de la resistencia a la abrasión húmeda*. Instituto Colombiano de Normas Técnicas. Bogotá, 1981.

Norma
Ecuatoriana
Obligatoria

PINTURAS ARQUITECTONICAS.
DETERMINACION DE LA RESISTENCIA AL LAVADO.

INEN 1 543
1987 01

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece el método para determinar la resistencia al desgaste de las pinturas arquitectónicas, causado por el lavado.

2. RESUMEN

2.1 El método consiste en someter una película de pintura arquitectónica, previamente ensuciada, a la limpieza, con una esponja húmeda e impregnada de una solución de detergente. Observando la apariencia de la película, antes y después del tratamiento, se aprecia una indicación completa del aspecto de la misma.

3. INSTRUMENTAL

3.1 Máquina de lavado

3.1.1 Consiste esencialmente de un motor eléctrico, montado en una plancha de metal y un mecanismo por medio del cual el motor imprime a la esponja un movimiento recíproco a lo largo de la lámina de prueba sujeta a la plancha (figura 1).

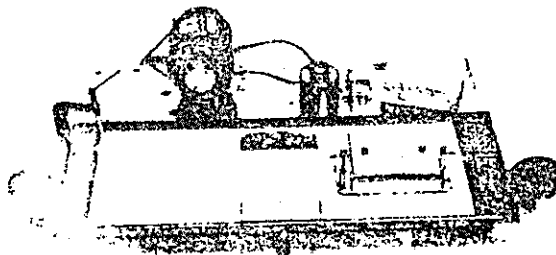


FIGURA 1. Máquina de lavado tipo 105 A de Gardner o similar.

3.2 Esponja. La esponja es preentogida y cortada a un tamaño en seco de 95 x 72 x 38 mm. La masa total de la caja de esponja y la esponja seca debe ser de 150 g \pm 15 g. Una capa de plomo debe sujetarse a la parte superior de la caja de esponja para alcanzar esta masa.

3.3 Lámina de vidrio. Revestida de un tamaño base de soporte, o lamina de plástico negro Leneta P-121-10 N (o similar).

3.4 Aplicador de película de 150 a 175 micrones de luz o similar (0,15 a 0,175 mm).

(Continúa)

4. MEDIO ENSUCIANTE

- 4.1 Lápiz de grafito HB.
- 4.2 Salsa de tomate

5. MEDIO DE LAVADO

- 5.1 Solución acuosa al 5% de detergente sintético aniónico (INEN 849).

6. PREPARACION DEL PANEL Y ENVEJECIMIENTO ACELERADO DE LA PELICULA

- 6.1 Extender una película de la pintura sobre un panel de vidrio plano o lámina de plástico negro con un aplicador como se indica en 3.4.
- 6.2 La película debe ser de 90 mm o más de ancho y debe hacerse paralela a la dimensión más alargada del panel con un movimiento uniforme.
- 6.3 Envejecer el panel por 7 días a temperatura y humedad relativa ambiente.
- 6.4 Colocar en un horno por 48 horas a $40 \pm 2^\circ\text{C}$ y luego enfriar a la temperatura ambiente.



CIB - ESPOL

7. PROCEDIMIENTO

- 7.1 Manchar transversalmente el panel en el centro extendiendo una película de 10 mm de ancho de cada medio ensuciante (4) espaciado uno de otro 30 mm.
- 7.2 Secar el panel manchado por lo menos 30 minutos a temperatura ambiente.
- 7.3 Sujetar el panel a la máquina de lavado en forma tal que la esponja en su recorrido pase por el centro de la parte ensuciada.
- 7.4 Sumergir la esponja en agua destilada a la temperatura ambiente hasta que esté completamente mojada, retirar del agua y exprimir repetidamente con una mano hasta que no gotee el agua de la esponja.
- 7.5 Luego verter uniformemente 50 cm^3 de medio de lavado cada 25 ciclos sobre la esponja previamente enjuagada.
- 7.6 Colocar la esponja en el soporte de la máquina y poner en funcionamiento el motor inmediatamente.
- 7.7 La esponja debe moverse a una velocidad de 35 ± 5 ciclos.

(Continúa)

7.8 Esto hace un total de 35 ciclos.

7.9 Retirar el panel de ensayo de la máquina, lavar con agua corriente y con una esponja limpia, finalmente, secar a la temperatura ambiente.

7.10 Observar el aspecto de la película.

8. INFORME DE RESULTADOS

8.1 Expresar el resultado como el número de ciclos en el cual se puede considerar la mancha limpia sin deterioro notorio de la película.

8.2 Además, debe indicarse lo siguiente:

- a) Tipo y número de la muestra o cualquier otra identificación.
- b) Ensayo efectuado y método empleado.
- c) Condiciones de humedad y temperatura para la preparación de la muestra.
- d) Fecha de ensayo.
- e) Nombre de la persona que realizó el ensayo.

(Continúa)

APENDICE Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

INEN 849 *Agentes tensoactivos. Detergente en polvo. Requisitos.*

Z.2 BASES DE ESTUDIO

Norma Federal Method 6141 *Washability of enamels and oil paints.* General Services Administration, Washington D. C., 1958.

Norma Colombiana ICONTEC 799 *Pinturas. Ensayo de lavabilidad.* Instituto Colombiano de Normas Técnicas. Bogotá, 1981.

Norma Argentina IRAM 1 109 Método B XVII. *Pinturas. Métodos de ensayos generales. Método de determinación de la resistencia al lavado.* Instituto Argentino de Racionalización de Materiales. Buenos Aires, 1981.

Norma Sudafricana SABS 633 *Norma Standard para pinturas de emulsión para empleo interior.* South African Bureau of Standards. Pretoria, 1972.



CIB - ESPOL

<p>Norma Ecuatoriana Obligatoria</p>	<p>PINTURAS ARQUITECTONICAS. PINTURAS AL AGUA TIPO EMULSION (LATEX). REQUISITOS.</p>	<p>INEN 1544 1987</p>
--	--	---------------------------

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece los requisitos que deben cumplir las pinturas al agua tipo emulsion (latex) empleadas para recubrir superficies exteriores e interiores de mamposteria, hormigon, enlucidos, estucos, asbesto-cemento y otros, con fines de proteccion y decorativos.

2. DEFINICIONES

2.1 Pintura latex. Es una pintura que tiene como base una emulsion pigmentada de resinas sinteticas, disoluble con agua y que seca por evaporacion.

2.2 Homopolimero. Es un polimero cuyas moléculas constan de una clase de unidad estructural repetida cualquier número de veces, ejemplo: acetato de polivinilo, acrílico u otros.

2.3 Copolimero. En un polimero cuyas moléculas constan de una clase de unidades estructurales derivadas de más de un monómero, repetida cualquier número de veces; ejemplo: acetato de polivinilo-acrílico, vinil acrílico, acil vinílico u otros.

2.4 Lote. Es aquella mezcla final de pintura en un recipiente grande desde el cual se llenan en envases más pequeños para su distribución y venta en el mercado.

2.5 Partida. Es aquella cantidad de pintura al agua tipo emulsion del mismo tipo, acabado y color, que lleva la misma identificación del lote de un mismo fabricante, y sometido al mismo tiempo para inspección y ensayo.

3. CLASIFICACION

3.1 Las pinturas al agua, tipo emulsion, deben ser de uno de los tipos que se indica a continuación:

3.1.1 Tipo 1.

3.1.2 Tipo 2.

4. REQUISITOS GENERALES

4.1 Vehículo. Debe ser una emulsion acuosa, estable, de un homopolimero o de un copolimero.

4.2 Color. El color de la película de la pintura seca debe tener conformidad visual con el color de referencia especificado por el productor a través de un patron.

(Continúa)

4.3 Olor. Cuando se apliquen en lugares con ventilación normal, su olor no debe ser irritante, antes, durante, ni después de su aplicación y no debe tener olor residual después de 24 horas de secado.

4.4 Almacenamiento. Las pinturas al agua, en sus envases llenos y sin abrir, mantenidos a temperatura ambiente, no deben endurecerse, espesarse, formar sedimentos duros, ni presentar putrefacción, en el lapso de un año contado a partir de la fecha de fabricación. Si se presenta algún sedimento, éste debe dispersarse fácilmente por agitación manual sin formar espuma persistente.

4.5 Los pigmentos empleados en la preparación de este tipo de pinturas deben cumplir con los requisitos las áreas de utilización.

4.6 Cuando se ensayan las pinturas no deben formar nata (piel).

4.7 Propiedades de aplicación. Las pinturas deben ser fácilmente aplicables mediante brocha, rodillo o pulverización, y deben mezclarse con facilidad y con un valor mínimo de formación de espuma hasta alcanzar un estado fino y homogéneo.

4.8 Aspecto de la película seca. Cuando se apliquen las pinturas deben ser lisas (excepto las texturizadas), uniformes, estar libres de cráteres, burbujas o empates y no debe presentar marcas objetables de brocha u otras irregularidades.

4.9 Propiedades de repintado. Cuando se apliquen dos capas de pintura, la primera capa no debe ablandarse ni levantarse.

4.10 Vetas. Cuando se apliquen las pinturas no deben presentar vetas, separación de componentes, ni cambio de color.

4.11 Resistencia al cambio de temperatura. Cuando se ensayan las pinturas de acuerdo a la Norma INEN 1 538, podrán tener un cambio en la viscosidad máximo de 5 U. Krebs, y, terminado el ensayo, la pintura aplicada se debe secar en forma de una película suave y uniforme; no debe presentar coagulación, aglomeración, espesamiento y separación de color o cualquier otro defecto.

4.12 Resistencia al agua. Cuando la pintura al agua tipo 1 se ensaye de acuerdo a la Norma INEN 1 539 no debe presentar arrugamiento, reemulsificación o cualquier otra irregularidad.

4.13 Resistencia a los álcalis. Cuando la pintura al agua tipo 1 se ensaye, de acuerdo a la Norma INEN 1 539, no debe presentar cambios de color o cualquier otro defecto visible a simple vista.

4.14 Resistencia a la estabilidad acelerada. Cuando las pinturas al agua tipo 1 y tipo 2 se ensayan de acuerdo a la Norma INEN 1 540 podrán presentar un aumento máximo de ± 10 U. Krebs en su viscosidad.

4.15 Resistencia a la intemperie. Cuando la pintura al agua, tipo 1 se ensaye de acuerdo a la Norma INEN 1 541 durante 12 meses de exposición, no debe presentar señales de cuarteamiento, agrietamiento, ampollas, pérdida de adherencia, no más de un ligero entizado (aspecto yesoso), ni cambios acentuados de color, comparado con el color de una muestra estándar.

(Continúa)



4.16 Las pinturas al agua tipo emulsión deben cumplir con los requisitos establecidos en la Tabla 1.

TABLA 1. Requisitos para las pinturas al agua tipo emulsión.

REQUISITOS	UNIDAD	TIPO 1		TIPO 2		METODO DE ENSAYO
		mín.	máx.	mín.	máx.	
Brillo especular						INEN 1 003
- Pinturas mates	a 85 ^a		15	-	15	
- Pinturas semimates	a 85 ^b		30	-	30	
- Pinturas semibrillante	a 60 ^c		60	-	60	
Finura de dispersión	U. Hegman	3		3	-	INEN 1 007
Tiempo de secado	h					INEN 1 011
- al tacto		-	1	-	1	
- para repintar		4	-	4	-	
Viscosidad a 200 rpm	U. Krebs	85	110	85	110	INEN 1 013
Sólidos totales	%(m/m)	45		40	-	
Resistencia a la abrasión húmeda (Restregado)	ciclos	100	-	100	-	INEN 1 542
Lavabilidad	ciclos	-	30	-	40	INEN 1 543

5. INSPECCION



CYR-03820L

5.1 El muestreo debe realizarse de acuerdo con lo indicado en la Norma INEN 999.

5.2 Para realizar la totalidad de los ensayos deben emplearse láminas de vidrio o de asbesto cemento, según sea el caso, preparadas de acuerdo con la Norma INEN 1 022.

5.3 En la muestra extraída se efectuarán los ensayos indicados en el numeral 4.16 de esta norma.

5.4 Si la muestra ensayada no cumple con uno o más de los requisitos establecidos en el numeral 4.16 de esta norma, se extraerá una nueva muestra y se repetirán los ensayos.

5.5 Si alguno de los ensayos repetidos no cumpliera con los requisitos establecidos, se rechazará el lote correspondiente.

6. ENVASADO Y ETIQUETADO

6.1 Las pinturas al agua deben envasarse en recipientes de material adecuado que permitan conservar la calidad del producto, así como su manejo hasta el destino final.

6.2 Cada envase debe presentar un rotulo permanentemente legible que incluya la siguiente información:

(Continúa)

- a) razón social del fabricante y marca comercial,
- b) denominación del producto "*Pintura al agua tipo emulsión*" y tipo de pintura al agua,
- c) identificación del lote de producción,
- d) contenido neto al envasar, en centímetros cúbicos o litros,
- e) color y referencia,
- f) instrucciones para su uso,
- g) precauciones o toxicidad del producto,
- h) la frase "*Industria Ecuatoriana*",
- i) Norma INEN de referencia,
- j) dirección del fabricante, ciudad y país,
- k) y las demás especificaciones exigidas por Ley.

6.3 El envase no debe presentar leyendas de significado ambiguo ni descripción de características del producto que no puedan ser debidamente comprobadas.

6.4 La comercialización de este producto cumplirá con lo dispuesto en las Regulaciones y Resoluciones dictadas, con sujeción a la Ley de Pesas y Medidas.

(Continúa)

APENDICE 7

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

- INEN 999 *Pinturas y barnices. Muestreo.*
- INEN 1 003 *Pinturas y productos afines. Determinación del brillo especular a 60°.*
- INEN 1 007 *Pinturas y productos afines. Determinación de la finura de dispersión de sistemas. Pigmento. Vehículo.*
- INEN 1 011 *Pinturas y productos afines. Determinación de los tiempos de secamiento.*
- INEN 1 013 *Pinturas. Determinación de la viscosidad.*
- INEN 1 022 *Pinturas y barnices. Inspección y preparación de muestras para ensayos.*
- INEN 1 538 *Pinturas arquitectónicas. Determinación de la resistencia al cambio de temperatura.*
- INEN 1 539 *Pinturas arquitectónicas. Determinación de la resistencia al agua y a los álcalis.*
- INEN 1 540 *Pinturas arquitectónicas. Determinación de la resistencia a la estabilidad acelerada.*
- INEN 1 541 *Pinturas arquitectónicas. Determinación de la resistencia a la intemperie.*
- INEN 1 542 *Pinturas arquitectónicas. Determinación de la resistencia a la abrasión húmeda (restregado).*
- INEN 1 543 *Pinturas arquitectónicas. Determinación de la resistencia al lavado.*

Z.2 BASES DE ESTUDIO

- Norma Colombiana ICONTEC 1 335 *Pinturas. Pinturas al agua tipo emulsión.* Instituto Colombiano de Normas Técnicas. Bogotá, 1982.
- Norma Federal TT-P-1728 *Federal Specification. Paint, Latex-Base, Interior, Flat, Deep-Tone.* General Services Administration. Washington, D.C., 1974.
- Norma SABS 634. *Norma Standard para Pinturas de emulsión para empleo exterior.* South African Bureau of Standards. Pretoria, 1972.
- Norma Cubana NC 32-06 *Pintura emulsionada para exteriores a base de copolímero. Especificaciones de calidad.* Comité Estatal de Normalización. Habana, 1984.
- Norma Argentina IRAM 1070 *Pinturas al agua tipo emulsión para interiores.* Instituto Argentino de Racionalización de Materiales. Buenos Aires, 1982.

APÉNDICE F:

DATOS DE LAS PRUEBAS DE CONTROL DE CALIDAD DE LAS PINTURAS ANALIZADAS.



CIB-ESPOL

Fecha: Agosto 2006		MUESTRA: A.0		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.				
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,64	11,64	11,64	11,64
Viscosidad (KU)	120,00	122,00	123,00	121,67
% Sólidos por peso	53,35	53,38	53,22	53,32
Agua y Alcalis	OK	Ok	Ok	OK
Estabilidad Acelerada	—	—	—	—
KU INICIAL	122	121		121,50
KU FINAL	128	127		127,50
Sedimentación	9	10		9,50
Intemperie		OK		OK
Cambio de Temperatura	—	—	—	—
Caso 1	—	—	—	—
KU INICIAL	120	121		120,50
KU FINAL	136	124		130,00
Sedimentación	10	10		10,00
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	Ok		OK
pH	8,44	8,44	8,41	8,43
Lavado	25	25		25
Abrasión	—	—	—	—
Punto inicial	395	390		392,50
Punto final	520	473		496,50

Fecha: Agosto 2006		MUESTRA: A.1		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		15 % Agua		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,08	11,08	11,08	11,08
Viscosidad (KU)	91,00	92,00	91,00	91,33
% Sólidos por peso	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.
Agua y Alcalis	OK	Ok	Ok	OK
Estabilidad Acelerada	---	---	---	---
KU INICIAL	92	92		92,00
KU FINAL	98	95		96,50
Sedimentación	9	10		9,50
Intemperie		OK		OK
Cambio de Temperatura	---	---	---	---
Caso 1	---	---	---	---
KU INICIAL	102	92		97,00
KU FINAL	103	91		97,00
Sedimentación	10	10		10,00
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	Ok		OK
pH	8,52	8,45	8,29	8,42
Lavado	25	25		25,00
Abrasión	---	---	---	---
Punto inicial	209	170		189,50
Punto final	318	360		339,00

Fecha: Febrero 2006		MUESTRA: A.2		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Cabuya 10 % (Alcalinización y Blanqueo)		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,156	11,67	11,62	11,48
Viscosidad (KU)	135,00	131,00	141,00	135,67
% Sólidos por peso	53,75	53,24	53,96	53,65
Agua y Álcalis	Falla	Falla	Falla	Falla
Estabilidad Acelerada	---	---	---	---
KU INICIAL	134	134	135	134,33
KU FINAL	136	127	133	132,00
Sedimentación	10	10	10	10,00
Intemperie		OK		OK
Cambio de Temperatura	---	---	---	---
Caso 1	---	---	---	---
KU INICIAL	135	136	135	135,33
KU FINAL	135	132	134	133,67
Sedimentación	10	10	10	10,00
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	Ok	Ok	OK
pH	8,60	8,41	8,56	8,52
Lavado	71	50		60,50
Abrasión	---	---	---	---
Punto inicial	740	885		812,50
Punto final	850	1136		993,00

Fecha: Febrero 2006		MUESTRA: A.3		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Cabuya 10% (Alcalinización y Blanqueo) y 15% Agua		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	10,8	10,94	10,94	10,89
Viscosidad (KU)	114,00	113,00	111,00	112,67
% Sólidos por peso	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.
Agua y Álcalis	OK	Ok	Ok	OK
Estabilidad Acelerada	---	---	---	---
KU INICIAL	109	109	108	108,67
KU FINAL	115	106	108	109,67
Sedimentación	10	9	9	9,33
Intemperie		OK		OK
Cambio de Temperatura	----	----	----	----
Caso 1	---	---	---	---
KU INICIAL	114	110	110	111,33
KU FINAL	109	106	107	107,33
Sedimentación	10	10	10	10,00
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	Ok	Ok	OK
pH	8,34	8,02	8,44	8,27
Lavado	50	50		50,00
Abrasión	---	---	---	---
Punto inicial	330	236		283,00
Punto final	430	296		363,00



CIB-ESPOL

Fecha: Abril 2006		MUESTRA: A.4		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Cabuya 10% (Alcalinización y Silane)		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,32	11,29	11,28	11,30
Viscosidad (KU)	135,00	132,00	129,00	132,00
% Sólidos por peso	51,02	51,13	51,03	51,06
Agua y Alcalis	OK	Ok	Ok	OK
Estabilidad Acelerada	---	---	---	---
KU INICIAL	129	126	129	128,00
KU FINAL	126	126	125	125,67
Sedimentación	9	9	9	9,00
Intemperie		OK		OK
Cambio de Temperatura	---	---	---	---
Caso 1	---	---	---	---
KU INICIAL	128	127	128	127,67
KU FINAL	128	130	130	129,33
Sedimentación	10	10	10	10,00
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	Ok	Ok	OK
pH	8,30	8,34	8,33	8,32
Lavado	50	50		50,00
Abrasión	---	---	---	---
Punto inicial	267	265		266,00
Punto final	377	377		377,00

Fecha: Abril 2006		MUESTRA: A.5		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Cabuya 10% (Alcalinización y Silane) y 15% Agua		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	10,946	10,949	10,946	10,95
Viscosidad (KU)	108,00	108,00	106,00	107,33
% Sólidos por peso	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.
Agua y Alcalis	OK	Ok	Ok	OK
Estabilidad Acelerada	---	---	---	---
KU INICIAL	104	104	104	104,00
KU FINAL	103	102	104	103,00
Sedimentación	9	9	9	9,00
Intemperie		OK		OK
Cambio de Temperatura	---	---	---	---
Caso 1	---	---	---	---
KU INICIAL	104	105	104	104,33
KU FINAL	106	106	106	106,00
Sedimentación	10	10	10	10,00
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	Ok	Ok	OK
pH	8,39	8,38	8,39	8,39
Lavado	50	50		50,00
Abrasión	---	---	---	---
Punto inicial	240	323		281,50
Punto final	335	400		367,50

Fecha: Agosto 2006		MUESTRA: A.6		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Tagua 5 % (# 200)		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,62	11,62	11,60	11,61
Viscosidad (KU)	138,00	142,00	142,00	140,67
% Sólidos por peso	53,75	53,99	53,73	53,87
Agua y Alcalis	OK	Ok	Ok	OK
Estabilidad Acelerada	---	---	---	---
KU INICIAL	124	124	125	124,33
KU FINAL	118	118	116	117,33
Sedimentación	10	10	10	10,00
Intemperie	OK	Ok	Ok	OK
Cambio de Temperatura	---	---	---	---
Caso 1	---	---	---	---
KU INICIAL	123	124	123	123,33
KU FINAL	121	122	121	121,33
Sedimentación	10	10	10	10,00
Aplicación (Lámina de Yeso)				
pH	8,13	8,14	8,17	8,15
Lavado	25	25		25,00
Abrasión	---	---	---	---
Punto inicial	630	600		615,00
Punto final	698	768		733,00

Fecha: Agosto 2006		MUESTRA: A.7		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Tagua 5% y 15% Agua		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,23	11,23	11,23	11,23
Viscosidad (KU)	105,00	105,00	105,00	105,00
% Sólidos por peso	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.
Agua y Alcalis	OK	Ok	Ok	OK
Estabilidad Acelerada	---	---	---	---
KU INICIAL	95	95	96	95,33
KU FINAL	85	87	89	87,00
Sedimentación	10	10	10	10,00
Intemperie	OK	Ok	Ok	OK
Cambio de Temperatura	---	---	---	---
Caso 1	---	---	---	---
KU INICIAL	95	95	95	95,00
KU FINAL	90	90	91	90,33
Sedimentación	10	10	10	10,00
Aplicación (Lámina de Yeso)				
pH	6,70	8,24	8,01	7,65
Lavado	25	25		25,00
Abrasión	---	---	---	---
Punto inicial	290	300		295,00
Punto final	420	505		462,50



CEMEX-ESPOL

Fecha: Agosto 2006		MUESTRA: A.8		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Tagua 5% (Organo-Silane)		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,51	11,51	11,51	11,51
Viscosidad (KU)	120,00	121,00	122,00	121,00
% Sólidos por peso	52,73	52,67	52,67	52,69
Agua y Alcalis	OK	Ok	Ok	OK
Estabilidad Acelerada	----	----	----	----
KU INICIAL	112	112	112	112,00
KU FINAL	108	109	109	108,67
Sedimentación	10	10	10	10,00
Intemperie	OK	Ok	Ok	OK
Cambio de Temperatura	----	----	----	----
Caso 1	----	----	----	----
KU INICIAL	112	112	112	112,00
KU FINAL	111	109	109	109,67
Sedimentación	10	10	10	10,00
Aplicación (Lámina de Yeso)				
pH	8,38	8,29	8,34	8,34
Lavado	25	25		25,00
Abrasión	----	----	----	----
Punto inicial	297	266		281,50
Punto final	458	432		445,00



CIB-ESPOL

Fecha: Agosto 2006		MUESTRA: A.9		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Tagua 5% (Organo-Silane) y 15% Agua		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,19	11,19	11,19	11,19
Viscosidad (KU)	94,00	93,00	93,00	93,33
% Sólidos por peso	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.
Agua y Alcalis	OK	Ok	Ok	OK
Estabilidad Acelerada	----	----	----	----
KU INICIAL	88	88	88	88,00
KU FINAL	82	83	83	82,67
Sedimentación	10	10	10	10,00
Intemperie	OK	Ok	Ok	OK
Cambio de Temperatura	----	----	----	----
Caso 1	----	----	----	----
KU INICIAL	88	88	88	88,00
KU FINAL	85	85	85	85,00
Sedimentación	10	10	10	10,00
Aplicación (Lámina de Yeso)				
pH	7,16	7,82	6,86	7,28
Lavado	25	25		25,00
Abrasión	----	----	----	----
Punto inicial	256	209		232,50
Punto final	470	357		413,50

Fecha: Agosto 2006		MUESTRA: B.0		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.				
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,8	11,80	11,80	11,80
Viscosidad (KU)	95,00	99,00	97,00	97,00
% Sólidos por peso	53,05	53,14	53,25	53,15
Agua y Alcalis	OK	Ok	Ok	OK
Estabilidad Acelerada	----	----	----	----
KU INICIAL	100	103		101,50
KU FINAL	117	98		107,50
Sedimentación	9	10		9,50
Intemperie		OK		OK
Cambio de Temperatura	----	----	----	----
Caso 1	----	----	----	----
KU INICIAL	108	103		105,50
KU FINAL	117	110		113,50
Sedimentación	10	10		10,00
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	Ok		OK
pH	8,34	7,94	7,95	8,08
Lavado	25	25		25,00
Abrasión	----	----	----	----
Punto inicial	204	120		162,00
Punto final	389	230		309,50

Fecha: Agosto 2006		MUESTRA: B.1		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		15% Agua		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,18	11,18	11,18	11,18
Viscosidad (KU)	78,00	79,00	80	79,00
% Sólidos por peso	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.
Agua y Álcalis	OK	Ok	Ok	OK
Estabilidad Acelerada	----	----	----	----
KU INICIAL	91	91		91,00
KU FINAL	90	80		85,00
Sedimentación	8	10		9,00
Intemperie		OK		OK
Cambio de Temperatura	----	----	----	----
Caso 1	----	----	----	----
KU INICIAL	83	91		87,00
KU FINAL	91	80		85,50
Sedimentación	10	10		10,00
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	OK		OK
pH	7,94	7,98	8,05	7,99
Lavado	25	25		25,00
Abrasión	----	----	----	----
Punto inicial	151	126		138,50
Punto final	222	253		237,50



CIB-ESPOL

Fecha: Febrero 2006		MUESTRA: B.2		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Cabuya 10 % (Alcalinización y Blanqueo)		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,18	11,35	11,34	11,29
Viscosidad (KU)	121,00	118,00	126,00	121,67
% Sólidos por peso	50,38	49,21	50,24	49,94
Agua y Álcalis	OK	OK	OK	OK
Estabilidad Acelerada	----	----	----	----
KU INICIAL	121	118	120	119,67
KU FINAL	108	107	107	107,33
Sedimentación	10	8	9	9,00
Intemperie		OK		OK
Cambio de Temperatura	----	----	----	----
Caso 1	----	----	----	----
KU INICIAL	121	119	119	119,67
KU FINAL	111	100	98	103,00
Sedimentación	9	9	9	9,00
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	OK	OK	OK
pH	7,79	8,03	7,86	7,89
Lavado	25	25		25,00
Abrasión	----	----	----	----
Punto inicial	260	176		218,00
Punto final	400	260		330,00

Fecha: Febrero 2006		MUESTRA: B.3		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Cabuya 10% (Alcalinización y Blanqueo) y 15% Agua		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	10,83	11,05	11,03	10,97
Viscosidad (KU)	99,00	99,00	104	100,67
% Sólidos por peso	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.
Agua y Alcalis	OK	OK	OK	OK
Estabilidad Acelerada	----	----	----	----
KU INICIAL	99	99	99	99,00
KU FINAL	97	101	102	100,00
Sedimentación	9	8	9	8,67
Intemperie		OK		OK
Cambio de Temperatura	----	----	----	----
Caso 1	----	----	----	----
KU INICIAL	99	101	99	99,67
KU FINAL	99	102	98	99,67
Sedimentación	9	9	9	9,00
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	OK	OK	OK
pH	8,0500	7,9200	8,2800	8,08
Lavado	25	25		25,00
Abrasión	----	----	----	----
Punto inicial	135	190		162,50
Punto final	200	228		214,00



CIB-ESPOL

Fecha: Abril 2006		MUESTRA: B.4		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Cabuya 10% (Alcalinización y Silane)		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,38	11,40	11,401	11,39
Viscosidad (KU)	130,00	123,00	124,00	125,67
% Sólidos por peso	51,87	52,65	51,60	52,04
Agua y Álcalis	OK	OK	OK	OK
Estabilidad Acelerada	----	----	----	----
KU INICIAL	124	124	126	124,67
KU FINAL	126	127	130	127,67
Sedimentación	9	9	9	9,00
Intemperie		OK		OK
Cambio de Temperatura	----	----	----	----
Caso 1	----	----	----	----
KU INICIAL	126	124	124	124,67
KU FINAL	121	118	120	119,67
Sedimentación	10	10	10	10,00
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	OK	OK	OK
pH	7,65	7,54	7,76	7,65
Lavado	25	25		25,00
Abrasión	----	----	----	----
Punto inicial	380	420		400,00
Punto final	491	530		510,50



CTB-ESPOL

Fecha: Abril 2006		MUESTRA: B.5		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Cabuya 10% (Alcalinización y Silane) y 15% Agua		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,032	11,04	11,032	11,03
Viscosidad (KU)	105,00	103,00	101	103,00
% Sólidos por peso	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.
Agua y Alcalis	Ok	Ok	Ok	OK
Estabilidad Acelerada	----	----	----	----
KU INICIAL	105	104	102	103,67
KU FINAL	99	98	100	99,00
Sedimentación	8	8	8	8,00
Intemperie		OK		OK
Cambio de Temperatura	----	----	----	----
Caso 1	----	----	----	----
KU INICIAL	102	104	102	102,67
KU FINAL	101	106	99	102,00
Sedimentación	10	8	10	9,33
Aplicación (Lámina de Yeso)	Ok	Ok	Ok	OK
pH	7,22	7,63	7,43	7,43
Lavado	25	25		25,00
Abrasión	—	—	—	—
Punto inicial	30	128		79,00
Punto final	75	208		141,50

Fecha: Agosto 2006		MUESTRA: B.6		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Tagua 5 % (# 200)		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,77	11,77	11,77	11,77
Viscosidad (KU)	115,00	108,00	107,00	110,00
% Sólidos por peso	49,52	53,96	53,38	52,29
Agua y Alcalis	OK	Ok	Ok	OK
Estabilidad Acelerada	---	---	---	---
KU INICIAL	99	98	99	98,67
KU FINAL	70	68	66	68,00
Sedimentación	9	9	9	9,00
Intemperie		OK		OK
Cambio de Temperatura	---	---	---	---
Caso 1	---	---	---	---
KU INICIAL	117	96	96	103,00
KU FINAL	111	68	68	82,33
Sedimentación	9	9	8	8,67
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	Ok	Ok	OK
pH	6,08	6,24	6,04	6,12
Lavado	25	25		25,00
Abrasión	---	---	---	---
Punto inicial	330	365		347,50
Punto final	481	445		463,00

Fecha: Agosto 2006		MUESTRA: B.7		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Tagua 5% y 15% Agua		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,31	11,31	11,31	11,31
Viscosidad (KU)	88,00	89,00	89	88,67
% Sólidos por peso	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.
Agua y Alcalis	OK	Ok	Ok	OK
Estabilidad Acelerada	----	----	----	----
KU INICIAL	79	79	79	79,00
KU FINAL	60	62	63	61,67
Sedimentación	8	8	8	8,00
Intemperie		OK		OK
Cambio de Temperatura	----	----	----	----
Caso 1	----	----	----	----
KU INICIAL	79	79	79	79,00
KU FINAL	59	60	60	59,67
Sedimentación	8	8	10	8,67
Aplicación (Lámina de Yeso)	OK	Ok	Ok	OK
pH	6,13	6,41	6,18	6,24
Lavado	25	25		25,00
Abrasión	----	----	----	----
Punto inicial	240	330		285,00
Punto final	344	468		406,00



CIB-ESPOL

Fecha: Agosto 2006		MUESTRA: B.8			
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Tagua 5% (Organo-Silane)			
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio	
Densidad (Lbs/g)	11,5	11,50	11,50	11,50	
Viscosidad (KU)	100,00	99,00	100,00	99,67	
% Sólidos por peso	54,53	52,63	53,07	53,41	
Agua y Alcalis	OK	Ok	Ok	OK	
Estabilidad Acelerada	----	----	----	----	
KU INICIAL	90	90	91	90,33	
KU FINAL	90	95	95	93,33	
Sedimentación	10	10	10	10,00	
Intemperie		OK		OK	
Cambio de Temperatura	----	----	----	----	
Caso 1	----	----	----	----	
KU INICIAL	91	91	92	91,33	
KU FINAL	84	87	90	87,00	
Sedimentación	10	10	10	10,00	
Aplicación (Lámina de Yeso)					
pH	6,03	6,24	5,92	6,06	
Lavado	25	25		25,00	
Abrasión	----	----	----	----	
Punto inicial	297	400		348,50	
Punto final	452	530		491,00	



CTB-ESPOL

Fecha: Agosto 2006		MUESTRA: B.9		
Realizado por: Ma. Belén Salazar V.		Tagua 5% (Organo-Silane) y 15% Agua		
Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Promedio
Densidad (Lbs/g)	11,13	11,13	11,13	11,13
Viscosidad (KU)	79,00	79,00	78	78,67
% Sólidos por peso	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.
Agua y Álcalis	OK	Ok	Ok	OK
Estabilidad Acelerada	----	----	----	----
KU INICIAL	72	72	72	72,00
KU FINAL	74	73	76	74,33
Sedimentación	10	10	10	10,00
Intemperie		OK		OK
Cambio de Temperatura	----	----	----	----
Caso 1	----	----	----	----
KU INICIAL	72	72	72	72,00
KU FINAL	68	73	71	70,67
Sedimentación	10	10	10	10,00
Aplicación (Lámina de Yeso)				
pH	6,28	6,40	5,99	6,22
Lavado	25	50		37,50
Abrasión	----	----	----	----
Punto inicial	143	161		152,00
Punto final	299	316		307,50



CIB-ESPOL

BIBLIOGRAFÍA

1. ABOUL-FADL AM, ZERONIAN SH, KAMAL MM, KIM MS, ELLISON MS. *Textile Res Inst* 1985; 55:461–469.
2. ALCIDES L. LEAO; ROGER ROWELL; and NILTON TAVARES. *Applications of Natural Fibers in Automotive Industry in Brazil-Thermoforming Process*, 1998
3. BARKAKATTY B. C., *J. Appl. Polym. Sci.* 1976,20,2921.
4. BAUMGARTL H., SEHLARB A., "Nachwachsende Rohsto J. Je-Perspektiven für die Chemie", 2. Symposium, Frankfurt, May 5-6, 1993
5. BELGACEM MN, BATAILLE P, SAPIEHA S. *J Appl. Polym. Sci.* 1994; 53:379–385.
6. BERENBROK, P. A.; LILES, B. E. *Spedal Areas Annual Technical Conference-ANTEC*, Toronto, Conference Proceedings, Vol. 3, pp 2931-2933; Society of Plastics Engineers, Brookfield, CT, 1997.
7. BESHAY, A. D.; KOKTA, B. V.; MALDAS, D.; DANEULT, C. *Polym. Compos.* 1985, 6, 261
8. BHAGWAN, S. S.; TRIPATHY, D. K.; De, S. K. *J Appl. Polym. Sci.* 1987,33,1623.
9. BISANDA E. T. N., ANSELI M. P., *Compos. Sd. Tedmol.* 1991, 41, 165
10. BISANDA E. T. N., ANSELL M. P., *J. Mater. Sic.* 27, 1690 (1992)
11. BISANDA E.T.N., ANSELL M. P., *J. Mater Sic.* 1992; 27:1690–1700.

12. BISANDA, E. T. N.; ANSEIL, M. P. *Compos. Sci. Technol* 1991, 41, 165.
13. BLEDZKI A. K., GASSAN J., in: "Handbook of Engineering Polymeric Materials", N. P. Cheremisinoff, Ed., Marcel Dekker, Inc. New Jersey 1997, p. 787
14. BLEDZKI A. K., GASSAN J., *Prog. Polym. Sci.* 24, 221 (1999)
15. BLEDZKI A. K., GASSAN J. Composites reinforced with cellulose based fibers, 2 December 1998
16. BLEDZKI A. K., IZBICKA J, GASSAN J. *Kunststoffe-Umwelt-Recycling*. Stettin, Poland, 27–29 September 1995.
17. BLEDZKI A. K., REIHMANE S, GASSAN J. *J Appl. Polym. Sci.* 1996; 59:1329–1336.
18. BLEDZKI A. K., REIHMANE S., GASSAN J., 1. *Appl. Polym. Sci.* v 59, 1329 (1996)
19. BOND F.C., "Chushing and Grinding Calculations, Partes I y II," *Br. Chem. Eng.*, 6, 378-385; 543-548 (1961)
20. BONILA OMAR ING. Experiencia del Centro Textil Politécnico en la Investigación con Fibras Naturales no Tradicionales http://www.sica.gov.ec/agronegocios/consejos_cosultivos/consejos/fibras/3er_congreso/textil_fibras.htm
21. CASTANO, V. M.; VAZQUEZ, P. G.; AMADOR, M. A.; GARCIA, F. Z.; MARTINEZ, E.; MARQUEZ, A. U.; ALTMAMIRANO, M. A. *J Reinf Plast. Compos.* 1995, 14 (8), 866.
22. CHAND N, ROHATGI PK. *Polym. Commun* 1986; 27:157–160.
23. CHAND N., ROHATGI P. K., in: "Natural Fibers and Composites", Periodical Experts Agency, Delhi, India, 1994, p. 55

24. CHAND N., TIWARI R. K, ROHATGI P. K., J. MALA Sd. 1998, 23, 381
25. CHEN, H. L.; PORTER, R S. J Appl. Polym. Sci. 1994, 54, 1781.
26. CORPEI – CBI PROJECT “EXPANSION OF ECUADOR’S EXPORT COMMODITIES”.PRODUCT PROFILE IVORY NUT (TAGUA NUT) 2000
27. D. NABI SAHED and J. P. JOG. Natural Fiber Polymer Composites: A review. May 19, 1999
28. DONG S, SAPIEHA S, SCHREIBER HP. Polym. Eng Sci. 1992; 32:1734–1739.
29. DRIGGERS JOHN M., MUSSEY ROBERT D., and GARVIN SUZANNE M. TREATMENT OF AN IVORY-INLAID ANGLO-INDIAN DESK BOOKCASE, 1991
30. ELIAS SINGER, Technical Director, Troy Chemical Company Newark, N. J. Fundamentals of Paint, Varnish, And Lacquer Technology. Sixth Printing July 1966
31. Enciclopedia Encarta 2005
32. FELIX JM, GATENHOLM P. J Appl Polym. Sci. 1991; 42:609–620.
33. FLEMMING M, ZIEGMANN G, ROTH S. Faserberbundbauweise-Fasern und Matrices. Berlin: Springer, 1995.
34. GARAY RUBÉN Dr. PINTURAS I: Teoría y Práctica en la Fabricación de Pinturas. Mayo 2000
35. GASSAN J, BLEDZKI AK. 7. Internationals Techtexil Symposium 1995. Frankfurt, 20–22 June 1995.
36. GASSAN J, BLEDZKI AK. Die Angew Makromol Chem 1996; 236:129–138.

37. GASSAN J, BLEDZKI AK. Ninth Int Conf on Mechanics of Composite Materials. Riga, Latvia, 17–20 October 1995.
38. GASSAN, J.; BIEDZKI, A K. Compos, Part A: Appl. Sci. Manuf 1997, 28A, 1001.
39. GATENHOLM P, BERTILSSON H, MATHIASSEN A. J Appl. Polym. Sci. 1993; 49:197–208.
40. GEETHAMMA, V. G.; THOMAS, K M.; LAKSHMINARAYANAN, R; THOMAS, S. Polymer 1998,39,1483.
41. GEETHARNMA V. G., MATHEW K. T., LAKSHMINARAYANAN R., THOMAS S., Polym. Sci. 39 (6-7),1483 (1998)
42. GEORGE, J.; JOSEPH, K.; BHAGAWAN, S. S.; THOMAS, S. Mater Lett 1993, 18 (3), 163.
43. GHOSH, A K.; DEY, S. S. Ceram-Matrix Compos 1993, 813
44. GOA S, ZENG Y. J Appl. Polym. Sci. 1993; 47: 2065–2071.
45. HEMPEL, Product data, Industry
46. HORNSBY, P. R; HINRICHSEN, E.; TARVERDI, K. J Mater Sci 1997, 32, 1009.
47. HUA L, FLODIN P, RO"NNHULT T. Polym. Comp. 1987;8(3):203–207.
48. HUA L, ZADORECKI P, FLODIN P. Polym. Comp. 1987;8(3):199–202.
49. Information collected from Union Carbide and Kenrich Kenrich
50. JAIN, S.; KUMAR, R; JINDAI, U. C. Adv Compos Mater 1990, 135, Oxford IBH Publ. Comp. Pvt Ltd, New Delhi, India.
51. JIMÉNEZ RUÍZ EDWIN ROLANDO. SISTEMA DE ESCARIFICACIÓN DE SEMILLAS DE TAGUA *Phytelephas aecuatoriales*, PARA MEJORAR LA GERMINACIÓN, 2003

52. JOSEPH, K.; THOMAS, S.; PAVITHRAN, C J Reinf Plast. Compos 1993, 12, 139.
53. JOSEPH, K.; THOMAS, S.; PAVITHRAN, C Polymer 1996, 37, 5139
54. JOSEPH, K.; THOMAS, S.; PAVITHRAN, C; BRAHMAKUMAR, M.J Appl. Polym. Sci. 1993,47,1731.
55. KARMACKER, A. C; HINRICHSEN, G. Polym. Plast. Technol Eng 1991, 30 (5), 609.
56. KELLY G. ERROL, SPOTTISWOOD DAVID J. Introducción al Procesamiento de Minerales. Primera Edición. Editorial LIMUSA, S. A. de C. V. 163-164
57. KHAZANCHI AC, SAXENA M, RAO TC. Text Comp. Build Constr 1990; 69–76.
58. KHAZANCHI AC, SAXENA M, Rao TC. Textile Composites in Building Constructions 1990; 69–76.
59. KOKTA, B. Y.; MALDAS, D.; DANEULT, C; BELAND, P. Polym. Compos 1990, 11,84.
60. KRITSCHESKY GE. Chemical technology von textilmaterialien. Moskau: Legprombitisdat, 1985.
61. KROSCWITZ JI. Polymers: Fibers and textiles. New York: Wiley, 1990.
62. KUEHARYOV M. S., Tekst. Prom. 8-9,23 (1993)
63. KULKARNI A. G., SATYANARAYANA K. G., ROHATGI P. K., MATER J.: Sci. 1983,18,19.
64. KUMAR, P. INDIAN J Technol 1986, 24, 29.
65. KUMAR, R P.; AMMA, P.; GEETHAKUMARI, M. L.; THOMAS, S. J

- Appl. Polym. Sci. 1995, 58,597.
66. LAURENT, M. M.; PARK, C B.; BALATINECZ, J. J. J Eng Appl. Sci. 1996, 2, 1900.
 67. LAWRENCE E. NIELSEN, ROBERT F. LANDEL, MECHANICAL PROPERTIES OF POLYMERS AND COMPOSITES, SECOND EDITION. pp 377-378
 68. LEONARD Y. MWAIKAMBO, MARTIN P. ANSELL. Chemical Modification of Hemp, Sisal, Jute, and Kapok Fibers by Alkalinization. 15 September 2001
 69. LI H., ZADORECKI P., FLODIN P., Polym. Compos. 1987,8,199.
 70. LIGHTSEY, G.; SHORT, P. H.; KLASINSLEY, K. S.; MANN, L. J Miss Acad Sci. 1979,24,76.
 71. MALDAS D, KOKTA BV, DANEULF C. J Appl. Polym. Sci. 1989; 37:751–775.
 72. MATHUR V. K. Composites materials from local resources, 31 January 2005.
 73. MICHELL AJ, WILLIS D. Appita 1978; 31(3):347–354.
 74. MIECK, K. P.; NECHWATAL, A; KNOBELSDORF, C. Angew Makromol Chem. 1995, 225, 37.
 75. MITTAL KL. Silanes and other coupling agents. Netherlands: VSP BV, 1992.
 76. MOHAN RANARAJAN; KISHOR, K. J Reinf Plast. Compos 1985, 4, 186
 77. MOHANTY, A. K.; MISRA, M. Polym. Plast. Technol Eng 1995, 34 (5), 729.
 78. MUKHERJEE P. S., SATYANARAYANA K. G., MATER J.: Sci. 1984,

79, 3925

79. MUKHERJEE PS, SATYANARAYANA KG. J Mater Sci. 1986; 21:51–56.
80. MURTHY, Y. M.; DE, S. K. J Appl. Polym. Sci. 1984, 29, 1355.
81. NEVELL TP, ZERONIAN SH. Cellulose chemistry and its applications. New York: Wiley, 1985.
82. PAVITHRAN C, MUKHERJEE PS, BRAHMAKUMAR M. J Reinf. Plast. Comp. 1991; 10:91–101.
83. PINTUCO S. A.
84. [Pinturas Arquitectónicas www.specialchem4coatings.com](http://www.specialchem4coatings.com)
85. Pinturas orgánicas www.monografias.com/trabajos37/pintura-organica/pintura-organica.shtml
86. Polímeros: http://icc.ucv.cl/materiales/trabajos_investigacion/polimeros
87. PRASAD SV, PAVITHRAN C, POHATGI PK. J Mater Sci. 1983; 18:1443–1454.
88. RAJ RG, KOKTA BV, DEMBELE F, SANSCHAGRAIN B. J Appl. Polym. Sci. 1989; 38:1987–1996.
89. RAY PK, CHAKRAVARTY AC, BANDYOPADHYAY SB. J Appl. Polym. Sci. 1976; 20:1765–1767.
90. RIALS, T. G.; WOLCOTT, M. P. J Mater Sci. Lett 1998, 17 (4), 317.
91. RIGAIL ANDRÉS ING. , Presentación de Polímeros
92. ROE PJ, ANSELL MP. J Mater Sci. 1985; 20: 4015–4020.
93. ROWELL R. M., BANKS W. B., Gen. Tech. Rep. FPL-GTR-50; USDA Forest Service, Forest Products Laboratory, Madison, WI,1985,p.24
94. ROWELL R. M., in: "Emerging Technologies for Materials and

- Chemicals", R. M. Rowell, T. P. Sehzult, R. Narayan, Eds., 476, 12 (1992)
95. SAECHTLING H. International Plastics handbook. München: Hanser, 1987.
 96. SAECHTLING H., "International Plastics Handbook", Hanser, Munich 1987
 97. SAFONOV VV. Treatment of textile materials. Moscow: Legprombitizdat, 1991.
 98. SAKATA I, MORITA M, TSURUTA N, MORITA K. J Appl. Polym. Sci. 1993; 49:1251–1258.
 99. SANADI, A. R; YOUNG, A. A.; OEMSONS, C.; ROWEIL, R M. J Reinf. Plast. 1994, 13, 54.
 100. SANADI, A. R; PRASAD, S. V.; ROHADGI, P. K J Mater Sci. 1986, 21, 4299.
 101. SATI, M.; AGNELLI, J. A. M. J Appl. Polym. Sci. 1989,37,1777.
 102. SEMSARZADEH MA, LOTFALI AR. MIRZADEH H. Polym. Comp. 1984; 5(2):2141–2142.
 103. SEMSARZADEH MA. Polym. Comp. 1986;7(2):23–25
 104. SHAN AN, LAKKARD SC. Fiber Sci. Technol 1981; 15: 41–46.
 105. SHAN AN, LAKKARD SC. Fiber Sci. Technol 1981; 15: 41–46.
 106. SIMONSEN, J.; RIALS, T. G. J Thermo Plast. Compos. Mater 1999, 292
 107. SINGH, B.; GUPTA, M.; VERMA, A. Polym. Compos. 1996, 17, 910
 108. SPYRA MISHRA, AMAR K. MOHANTY, LAWRENCE T. DRZAL, MANJUSRI MISRA, GEORG HINRICHSEN. A Review on Pineapple

- Leaf Fibers, Sisal Fibers and Their Bio Composites. September 8, 2004
109. SREEKALA M. S., THOMAS S. Effect of fiber modification on water-sorption characteristics of oil palm fibers, 8 November 2002
 110. SREENIVASAN S, BAHAMA IYER P, KRISHNA IYER KR. J Mater Sci. 1996; 31:721.
 111. SRIDHAR MK, BASAVARAJAPPA G. INDIAN J Text. Res 1982; 7(9):87–92.
 112. SRIDHAR, M. K.; BASAVARAJJAPPA, G.; KASTURI, S. SG.; BALSUBRAMANIAN, N. INDIAN J Text. Res 1982, 7, 87.
 113. TOBIAS, B. C.; IBARRA, E. Proceedings of the 42nd International SAMPE Symposium, p 181, 1997.
 114. TOMAS, B. C. Evolving Technologies for the Competitive Edge, International SAMPE Symposium and Exhibition (Proceedings) 1997, 42 (2), 996; SAMPE, Covina, CA
 115. UGBOLUE S. C. O., Text. Inst. 20(4), 1 (1990)
 116. UGBOLUE SCO. Text. Inst. 1990; 20(4):41–43.
 117. UGBOLUE SCO. Textil Institute 1990; 20(4):1–43.
 118. VALADEZ-GONZALEZ A., CERVANTES J. M. UC, OLAYO R., HERRERA P. J.-FRANCO. Effect of fiber surface treatment on the fiber-matrix bond strenght of natural fiber reinforced Composites. 28 May 1998
 119. VARMA D. S., VARMA M., VARMA I. K., Text. Res. Inst. 54 (12), 821 (1984)
 120. VARMA D. S., VARMA M., VARMA I. K., Thermochim. Acta 108, 199 (1986)

121. VARMA DS, VARMA M, VARMA IK. *Textile Res Inst* 1984; 54:349.
122. WANG Q, KALIAGUINE S, AIT-KADI A. *J Appl. Polym. Sci.* 1993; 48:121–136.
123. WESTERLIND BS, BERG JC. *J Appl. Polym. Sci.* 1988; 36:523–534.
124. WULFHORST B, TETZLAFF G, KALDENHOFF R. *Techn Text* 1992; 35(3):10–11.
125. YARGHESE, S.; KURIAKOSE, B.; THOMAS, S. *J Adhes Sci. Technol* 1994, 8, 235.
126. ZADORECKI P, FLODIN P. *J Appl. Polym. Sci.* 1986; 31:1699–1707.
127. ZADORECKI P, RO"NNHULT T. *J Polym. Sci. Part A Polym. Chem.* 1986; 24:737–745.
128. ZERONIAN SH, KAWABATA H, ALGER KW. *Text Res Inst* 1990; 60(3):179–183.
129. ZERONIAN SH. *J Appl. Polym. Sci.* 1991; 47:445–461.
130. ZHU, W. H.; TOBIAS, B. C.; COUTTS, R S. P. *J Mater Sci. Lett* 1995, 14 (7), 508.