

NORMA VENEZOLANA

COVENIN
1358:1994

POLIMEROS SEMICRISTALINOS. DETERMINACION DEL PUNTO DE FUSION POR EL METODO OPTICO. (1^{ra} REVISION)



ASOQUIM

asociación venezolana de la
industria química y petroquímica



PROLOGO

La Comisión Venezolana de Normas Industriales (**COVENIN**), creada en 1958, es el organismo encargado de programar y coordinar las actividades de Normalización y Calidad en el país. Para llevar a cabo el trabajo de elaboración de normas, la **COVENIN** constituye Comités y Comisiones Técnicas de Normalización, donde participan organizaciones gubernamentales y no-gubernamentales relacionadas con un área específica.

La presente norma fue elaborada por el Comité Técnico de Normalización **CT13: QUIMICA** a través del convenio de cooperación suscrito entre **ASOQUIM y Fondonorma**, siendo aprobada por la **COVENIN** en su reunión **No 129** de fecha **19-10-94** y sustituye totalmente a la Norma Venezolana **COVENIN 1358-79**.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades: **ASOQUIM, AVIPLA, GRUPO QUIMICO, INDESCA, INSTITUTO DE COMERCIO EXTERIOR, MINISTERIO DEL AMBIENTE (M.A.R.N.R), MINISTERIO DE FOMENTO, MONTANA GRAFICA, CONVEPAL, C.A., PEQUIVEN, S.A., PLASTICOS DEL LAGO, C.A., PLASTICOS GUARENAS, POLIMEROS DEL LAGO, C.A., RESILIN, C.A., UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR.**



**NORMA VENEZOLANA
POLIMEROS SEMICRISTALINOS.
DETERMINACION DEL PUNTO DE FUSION
POR EL METODO OPTICO**

**COVENIN
1358:1994
(1ra. Revisión)**

1 OBJETO

1.1 Esta Norma Venezolana especifica un método de ensayo para determinar el punto de fusión de polímeros semicristalinos por el método óptico.

1.2 Este método es aplicable a polímeros semicristalinos en forma granular o laminar, con un espesor de 0,04 mm, ó menos y en un rango de temperatura de fusión entre 30° C y 230° C.

1.3 Los efectos causados sobre el punto de fusión por el tratamiento térmico y el aire pueden ser detectados por este método.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Esta Norma es completa.

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta Norma Venezolana se aplica la siguiente definición :

Polímeros semicristalinos : Son polímeros capaces de formar arreglos intermoleculares en su producción, transformación o por tratamientos térmicos. La cantidad y el grado de perfección de este ordenamiento o cristalización depende de la distribución espacial de los átomos en la molécula, así como también del tratamiento aplicado.

4 RESUMEN DEL ENSAYO

Este método de ensayo consiste en calentar la muestra en una unidad de calentamiento colocada bajo un microscopio y observarla en el cruce de los rayos polarizados. Cuando el material cristalino funde, las características de doble refracción de los agregados cristalinos desaparecen. El punto en el cual la doble refracción o birrefringencia desaparece completamente se toma como el punto de fusión del polímero.

5 REACTIVOS

Nitrógeno u otro gas inerte para ser conectado a la unidad de calentamiento en caso de que sea necesario prevenir la oxidación de la muestra.

6 APARATOS

6.1 Microscopio : compuesto, con aumento de 50X a 100X y por lo menos 6 mm, de distancia de trabajo, equipado con tapa analizadora y un disco polarizador. Se debe emplear un condensador de bajo poder.

Nota 1 : El microscopio con analizador incorporado, capaz de soportar las temperaturas de trabajo y teniendo la distancia de trabajo requerida, tiene mejor sensibilidad y visibilidad que una tapa analizadora.

6.2 Sistema de Enfriamiento : Un sistema capaz de mantener el objetivo del microscopio frío cuando se trabaje sobre los 230° C (Ver fig. 1).

6.3 Unidad de Calentamiento : Un bloque metálico aislado que pueda ser colocado ligeramente por encima de la base del microscopio. El bloque debe tener :

a) Un orificio para el paso de la luz.

b) Estar construido de tal manera, que exista una cámara que permita crear una atmósfera de gas inerte sobre la muestra, deberá contener además un deflector y una cubierta de vidrio.

Nota 2 : En el caso de polietileno de baja densidad no se necesita la cámara inerte porque los tiempos de inducción oxidativa son muy altos.

c) Equipo para ser calentado eléctricamente con suficientes controles para que se pueda ajustar la velocidad de enfriamiento o calentamiento.

d) Un orificio para la inserción del termómetro cerca del orificio de paso de luz (Fig. 2).

6.4 Controlador de Temperatura : Un controlador de temperatura eléctrico o transformador variable, capaz de aumentar la temperatura rápidamente en la unidad de calentamiento hasta cerca del punto de fusión y que luego, manualmente, se pueda ajustar a $(0,5 \pm 0,1)^{\circ} \text{C/min}$ a través del rango de temperatura crítica.

6.5 Bloque de enfriamiento (opcional) : Un bloque metálico ayuda a bajar la temperatura rápidamente después de cada determinación (Fig. 3).

6.6 Termómetro calibrado : Con apreciación de $\pm 0,5^{\circ} \text{C}$. El rango de fusión del polímero a evaluar determinará el tipo de termómetro a utilizar.

6.7 Lente de Aumento : Un lente de aumento convencional que se ajuste a los termómetros.

6.8 Vidrios para Microscopio : de 25 mm x 38 mm x 1 mm (porta-objetos No. 1) y un cubre-objeto de 18 mm, de diámetro y 0,15 mm, de espesor.

7 MATERIAL A ENSAYAR

7.1 MUESTRA EN POLVO

7.1.1 Se colocan 2 mg ó 3 mg, de muestra sobre el porta objetos limpio y se tapa con el cubre objetos. Se calienta el conjunto anterior sobre la plancha de calentamiento hasta llegar a una temperatura superior a la temperatura de ablandamiento del polímero, de manera que pueda formar una película delgada del mismo.

Nota 3 : Algunas veces es necesario ensayar un polímero a temperaturas superiores a su punto de fusión, (no solamente superiores a su punto de ablandamiento) a fin de desarrollar la birrefringencia durante el enfriamiento.

7.1.2 Se presiona ligeramente el cubre-objetos para formar una película delgada de 0,01 mm, a 0,04 mm y luego se deja enfriar lentamente para promover la cristalización.

7.1.3 Se transfiere el porta-objetos con la muestra y el cubre-objetos a la unidad de calentamiento, se cubre con el deflector de calor y con la cubierta de vidrio que trae la unidad de calentamiento.

Nota 4 : El punto de fusión de algunos polímeros puede cambiar con el tratamiento térmico o con la exposición al aire.

7.2 MUESTRAS MOLDEADAS O EN FORMA GRANULAR

Se corta la muestra con un microtomo o una hojilla hasta alcanzar un tamaño de aproximadamente 1,6 mm de diámetro y 0,04 mm de espesor. Se coloca sobre una lámina porta-objeto, cubriéndola posteriormente con el cubre-objeto.

7.3 MUESTRAS EN PELICULAS U HOJAS FINAS

7.3.1 Para películas con espesor entre 0,01 mm y 0,04 mm, se corta la muestra a un diámetro aproximado de 1,6 mm.

7.3.2 Para películas con espesor aproximado de 0,04 mm, se corta la muestra con un diámetro aproximado de 1,6 mm, y se presiona la película como en 7.1.

Nota 5 : Para muestras de polímeros que requieran acondicionamiento, éste se llevará a cabo a temperatura ambiente $23^{\circ} \text{C} \pm 2^{\circ} \text{C}$ con $50 \% \pm 5 \%$ de humedad relativa por no menos de 40 h antes de realizar el ensayo.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Se ensambla sobre el microscopio la unidad de calentamiento, el analizador y el polarizador, se conecta el controlador de temperatura y el suministro de nitrógeno si es necesario.

8.2 Para lograr el acondicionamiento de la muestra a ensayar, es necesario calentarla hasta una temperatura de al menos 15°C por encima de su punto de fusión en atmósfera de nitrógeno. Se mantiene a esa temperatura por 1 min y luego se enfría a una velocidad controlada de 5°C/min .

8.3 Se ajusta la intensidad de la luz al máximo, con el campo brillante.

8.4 Para probetas degradadas por el calor y el aire, se ajusta la admisión del gas a la unidad de calentamiento de manera que una corriente muy pequeña de nitrógeno cree una atmósfera inerte. Se mantiene una ligera presión positiva alimentando la corriente de gas a través de un burbujeador posterior a la etapa de calentamiento.

8.5 Se rota el analizador hasta obtener un campo oscuro. Se coloca la muestra en el campo visual y de enfoque del microscopio. (Materiales cristalinos aparecen brillantes o multicoloreados en el campo oscuro).

Nota 6 : Las probetas cortadas pueden mostrar esfuerzos residuales en sus bordes.

8.6 Se ajusta el controlador de temperaturas de manera de obtener rápidamente una temperatura cercana a 10°C bajo el punto de fusión.

Se ajusta el controlador de temperatura para obtener una velocidad de calentamiento de $(0,5 \pm 0,1)^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Nota 7 : Cuando se requiera una alta precisión en el punto de fusión, el calentamiento rápido se detiene 3°C ó 4°C antes de dicho punto.

8.7 Se observa la temperatura hasta $0,5^{\circ}\text{C}$ del punto de fusión (o la tolerancia requerida por el material). Este es el punto donde toda la doble refracción desaparece dejando el campo totalmente oscuro. (Se descartan todos los cristales que pueden ser visibles en los bordes del campo visual).

8.8 Se apaga el controlador de temperatura, se retira el cubre-objetos mas largo y se coloca el bloque enfriador si se desea enfriar rápidamente.

8.9 Si el procedimiento de creación de atmósfera de nitrógeno, descrito mas adelante, no produce la reproducibilidad especificada de los resultados ($\pm 1^{\circ}\text{C}$), el punto de fusión del polímero, no puede ser determinado por este método.

8.10 Se realiza el ensayo por duplicado.

9 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

9.1 El punto de fusión de polímeros semicristalinos viene dado por la temperatura obtenida, cuando la doble refracción desaparece dejando el campo totalmente oscuro.

9.2 Precisión

9.2.1 Repetibilidad

Resultados por duplicado realizados por el mismo operador y en el mismo laboratorio se consideran dudosos si difieren en mas de $1,0^{\circ}\text{C}$.

9.2.2 Reproducibilidad

Resultados por duplicado realizados por diferentes laboratorios se consideran dudosos si difieren en más de $2,0^{\circ}\text{C}$.

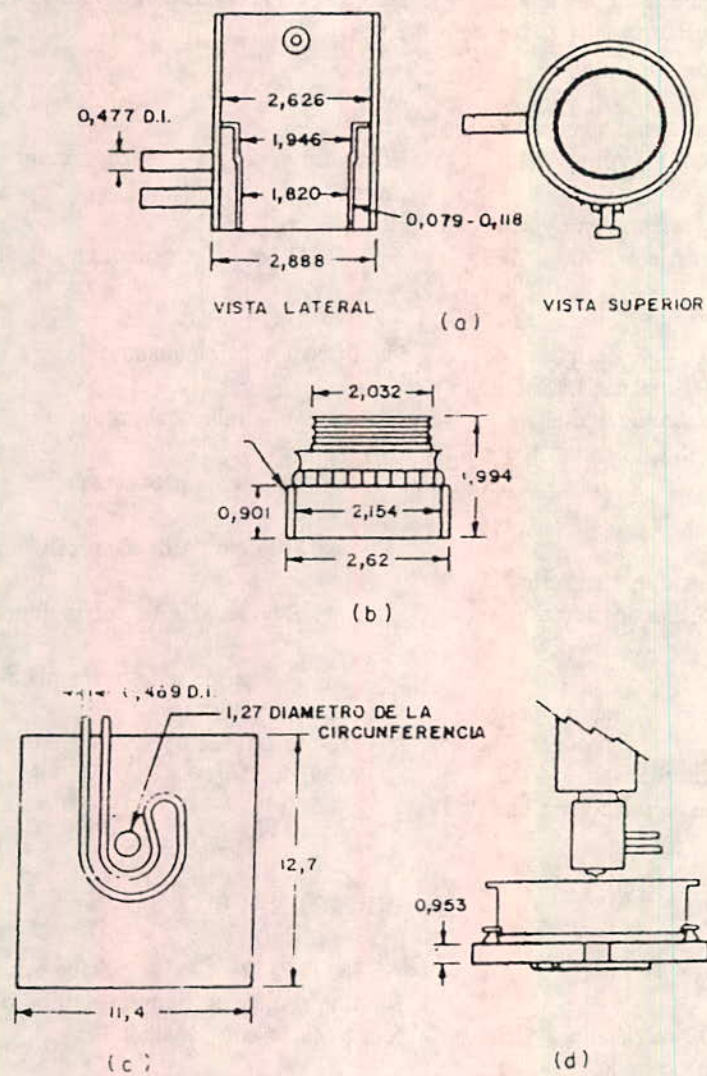
10 INFORME

El informe deberá contener como mínimo la siguiente información :

- 1) Identificación completa de la muestra.
- 2) Fecha de realización del ensayo e identificación del analista.
- 3) Nombre del producto.
- 4) Lote de producción.
- 5) Punto de fusión promedio.
- 6) Velocidad de enfriamiento.
- 7) Tipo de muestra empleada según el aparte 6.
- 8) Número y año de aprobación de esta Norma COVENIN.
- 9) Observaciones.

BIBLIOGRAFIA

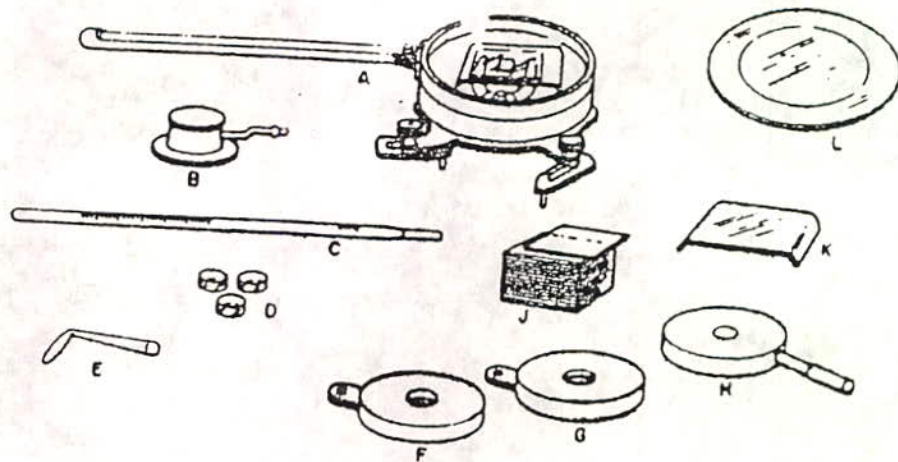
ASTM D 2117-82 Standard Test Method for Melting Point of Semicrystalline Polymers by the Hot Stage Microscopy Method.



DIMENSIONES EN cm

- a) SISTEMA DE ENFRIAMIENTO
- b) ADAPTADOR DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO
- c) PLATO DE ENFRIAMIENTO DE LA UNIDAD DE CALENTAMIENTO
- d) ENSAMBLAJE

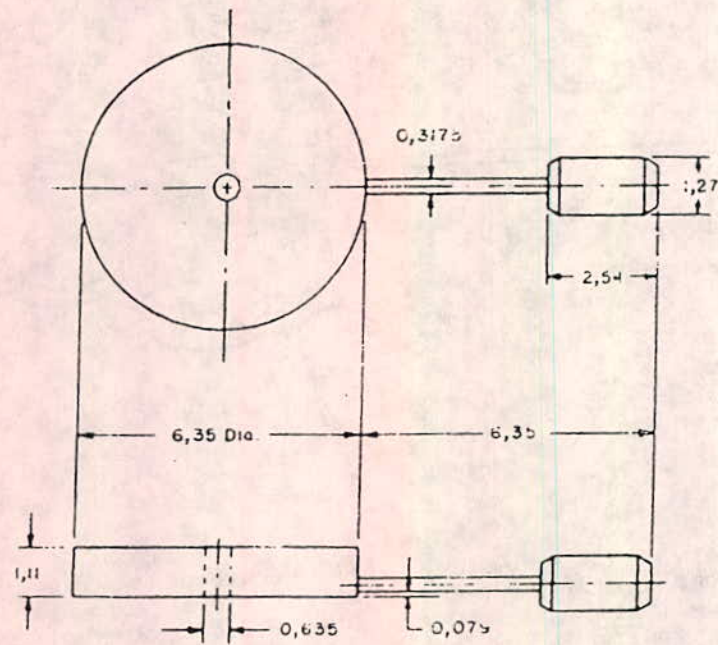
Figura 1. Sistema de enfriamiento.



A. UNIDAD DE CALENTAMIENTO
SIN LA CUBIERTA DE VIDRIO
B. CAMARA DE SUBLIMACION PARA VACIO
C. TERMOMETRO
D. CAPSULAS DE SUBLIMACION
E. PINZA

F. BLOQUE DE SUBLIMACION (PEQUEÑO)
G. BLOQUE DE SUBLIMACION (GRANDE)
H. BLOQUE DE ENFRIAMIENTO
J. MICRO DESLIZADOR
K. PUENTE DE CALENTAMIENTO
L. CUBIERTA DE VIDRIO DE LA UNIDAD

Figura 2. Unidad de calentamiento con sus accesorios.



DIMENSIONES EN cm

Figura 3. Bloque de enfriamiento

COVENIN
1358:1994

CATEGORIA
B

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12
CARACAS

publicación de:



CDU:541.66

Cualquier traducción o reproducción parcial o total de la presente
Norma deberá ser autorizada por el Ministerio de Fomento

ISBN: 980 -06 -13

Descriptores: Polimero, punto de fusión, método óptico.