

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
1735:1999**

**POLICLORURO DE VINILO (PVC).
DETERMINACIÓN DEL NÚMERO
DE VISCOSIDAD Y VALOR K**

(2^{da} Revisión)



ASOQUIM

asociación venezolana de la
industria química y petroquímica



FONDONORMA

PRÓLOGO

La presente norma sustituye totalmente a la Norma Venezolana COVENIN 1735-97 Policloruro de Vinilo (PVC). **Determinación del número de viscosidad y valor K**, fue revisada de acuerdo a las directrices del Comité Técnico de Normalización CT37 Polímeros, resinas termoplásticas, a través del convenio para la elaboración de normas suscrito entre ASOQUIM y FONDONORMA, siendo aprobada por FONDONORMA en la reunión del Consejo Superior N° 1999-09 de fecha 18/08/1999.

En la revisión de esta Norma participaron las siguientes entidades: Asociación Venezolana de Industrias Plásticas AVIPLA; Consorcio Oleaginoso Portuguesa, C.A. COPOSA; Investigaciones y Desarrollo, C.A. INDESCA; Petroquímica de Venezuela, S.A. PEQUIVEN y ASOQUIM.

**NORMA VENEZOLANA
POLICLORURO DE VINILO (PVC)
DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE
VISCOSIDAD Y VALOR K**

**COVENIN
1735:1999
(2^{da} Revisión)**

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana establece el método de ensayo para la determinación del Número de Viscosidad y Valor K en resinas de PVC. Este método aplica a homopolímeros de cloruro de vinilo y copolímeros que tengan como constituyente principal el cloruro de vinilo.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones que, al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Venezolana. Las ediciones indicadas estaban vigentes para el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos con base en ellas que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente:

COVENIN 244:1998 Fertilizantes. Muestreo.

COVENIN 3133-1:1997 Procedimientos de muestreo para inspección por atributos. Parte 1: Planes de muestreo indexados por nivel o de calidad aceptable para inspección por lote.

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma se aplican las siguientes definiciones:

3.1 Viscosidad, es la propiedad de una solución de polímero de resistir a un movimiento interno y la cual depende del tamaño molecular promedio de la porción del polímero que está disuelta en el solvente.

3.2 Número de Viscosidad (NV), es la relación del incremento de viscosidad y la concentración del polímero en la disolución; y es una medida de la capacidad específica del polímero para incrementar su viscosidad relativa. El número de viscosidad también se le conoce como la viscosidad reducida y viene expresada en mililitros por gramo (ml/g).

3.3 Viscosidad Relativa (η_{rel}), es la relación adimensional entre el tiempo de flujo de una solución con una concentración específica de un polímero y el tiempo de flujo del solvente puro.

3.4 Valor K, es una constante adimensional que depende de la concentración del polímero en una solución y de su viscosidad.

4 MUESTREO

La toma de muestra se realiza en acuerdo con la norma COVENIN 244 y los planes de muestreo de acuerdo con la norma COVENIN 3133-1.

5 APARATOS

5.1 Viscosímetro, tipo nivel suspendido Ubbelohde, con un diámetro capilar de $0,58 \text{ mm} \pm 0,02 \text{ mm}$ (véase Figura 1).

5.2 Matraz aforado de 100 ml con tapón esmerilado.

5.3 Pipeta automática de 50 ml.

5.4 Embudo de filtración de vidrio con tamaño de poro de $40 \text{ }\mu\text{m}$ a $50 \text{ }\mu\text{m}$.

5.5 Baño con temperatura regulada de $25,0 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.6 Placa de calentamiento y agitador mecánico, con un dispositivo de calentamiento que mantenga el matraz aforado y su contenido a una temperatura de $85^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

Nota 1: Como sustituto puede ser instalado un agitador giratorio en una estufa mantenida a $85^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

5.7 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

5.8 Medidor de tiempo acoplado al viscosímetro.

5.9 Termómetro graduado con una apreciación mínima de $0,1^{\circ}\text{C}$, con un rango apropiado para las temperaturas requeridas.

6 REACTIVOS

6.1 Ciclohexanona ($\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}$) destilada por lo menos dos semanas antes de usarla y con una viscosidad cinemática entre $2,06 \text{ mm}^2/\text{s}$ y $2,14 \text{ mm}^2/\text{s}$ (centistokes) a 25°C .

Nota 2: La ciclohexanona se purifica mediante destilación a una presión de 101,3 KPa (1013 mbar); se toma sólo la fracción que hierve entre $155,0^{\circ}\text{C}$ y $156,0^{\circ}\text{C}$, y se guarda en obscuridad en una botella color ámbar herméticamente cerrada y con tapón esmerilado.

6.2 Acetona, ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$) grado técnico.

6.3 Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4).

6.4 Solución saturada de dicromato de potasio en agua ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Preparación de la solución

7.1.1 Se pesan $0,500 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ de la muestra en polvo, se transfieren completamente al matraz aforado y se tapa.

7.1.2 Se agregan de 30 ml a 70 ml de ciclohexanona teniendo cuidado de lavar las paredes del matraz. Se agita manualmente en forma circular para evitar la coagulación o la formación de grumos.

7.1.3 Se continúa la disolución con agitación mecánica (véase punto 5.6) por 1 h manteniendo la temperatura a $85^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ hasta que la disolución sea completa.

Nota 3: Algunas muestras pueden necesitar calentamiento por un período adicional para disolverse.

7.1.4 Si se observan partículas tipo gel, se debe preparar una nueva muestra hasta que se obtenga una solución clara y uniforme.

7.1.5 Se enfría la solución a $25,0^{\circ}\text{C} \pm 1,0^{\circ}\text{C}$ y se diluye hasta el aforo con ciclohexanona a la misma temperatura. Se mezcla completamente la solución por agitación con movimiento circular.

7.2 Limpieza del viscosímetro

7.2.1 El viscosímetro debe limpiarse con una mezcla de volúmenes iguales de ácido sulfúrico concentrado y una solución saturada de dicromato de potasio en agua.

7.2.2 La limpieza debe realizarse antes de comenzar a utilizar el viscosímetro o después de mediciones no coincidentes a intervalos regulares. Se deja que la mezcla actúe por varias horas, se lava con agua, luego con acetona por medio del embudo y luego se seca el viscosímetro pasándole una corriente de aire seco, libre de polvo. Entre determinaciones aceptables y sucesivas se lava el viscosímetro con acetona y se seca de la forma indicada.

Nota 4: La presencia de partículas extrañas en el tubo capilar del viscosímetro puede dar lugar a serios errores en las mediciones de viscosidad. Por lo tanto, es esencial una limpieza extrema del material.

7.3 Medición del tiempo de flujo del solvente

7.3.1 Se sumerge el viscosímetro en el baño a $25,0^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}$. Se fija tal modo que el nivel del baño quede, como mínimo, a 2 cm sobre la graduación superior y el eje del tubo 2 se encuentre perfectamente vertical (véase Figura 1).

7.3.2 Por medio del embudo de filtración, se filtra el solvente en el tubo 1 del viscosímetro hasta que, después de fluir hacia abajo, el nivel se restablezca por sí mismo entre las dos marcas de llenado.

7.3.3 Después de esperar 10 min, se pasa el líquido al tubo 2 del viscosímetro; se tapa el orificio en el tubo 3 y se sopla con aire libre de polvo en el tubo 1 o se succiona en el tubo 2. Se detiene la operación cuando el líquido alcance el centro del bulbo superior del tubo 2.

7.3.4 Luego se cierra el tubo 2 y se dejan libres los otros dos tubos. Cuando el extremo del tubo 2 queda sin líquido, se destapa y se mide el intervalo de tiempo necesario para que pase el menisco de una graduación a otra.

Nota 5: Esto también se puede lograr utilizando un medidor automático de tiempo conectado al viscosímetro, el cual comienza a funcionar cuando el líquido pasa por el menisco superior y se detiene cuando el líquido pasa por el menisco inferior.

7.3.5 Se sopla o se succiona de nuevo para pasar el líquido al tubo 1 y se repite la medición. Si las mediciones difieren en más de 0,2 s se repiten las determinaciones con solvente nuevo. Si no se obtienen valores concordantes en la determinación, se rechazan y se limpia el viscosímetro para una nueva determinación.

Nota 6: Variaciones mayores de 0,2 s entre mediciones sucesivas indican la presencia de materia extraña, pero si está pegada a la pared del capilar su presencia sólo puede detectarse por mediciones comparativas hechas con un segundo viscosímetro capilar.

3.6 Se vacía el viscosímetro dejando que el líquido salga a través del tubo 1. Luego se lava el mismo con acetona y se seca como se indica en el punto 7.2.

7.3.7 Como verificación se debe medir el tiempo de flujo del solvente, antes y después de la medición del tiempo de flujo de la solución.

7.4 Medición del Tiempo de flujo de la solución

7.4.1 Se mide el tiempo de flujo de la solución del polímero usando el mismo viscosímetro y el mismo procedimiento que se utilizó para la medición del tiempo de flujo del solvente. Después de cada medición, se vacía el viscosímetro a través del tubo 1, se lava con la ciclohexanona a través del tubo 2 y se descarta, igualmente, por el tubo 1; para posteriormente lavar con acetona y secar, como se indica en el punto 7.2.

Nota 7: El procedimiento descrito debe modificarse adecuadamente si se usa un viscosímetro distinto al Ubbelohde.

8 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

8.1 El Número de Viscosidad (NV) se calcula utilizando la siguiente expresión:

$$NV = \frac{t - t_0}{t_0 \times c}$$

donde:

NV = Número de Viscosidad, en mililitros por gramo.

t_0 = media aritmética de los tiempos de flujo del solvente, en segundos.

t = media aritmética de los tiempos de flujo de la solución, en segundos.

C = concentración de la solución de polímero, en gramos por mililitros.

8.2 El Valor K se obtiene utilizando la tabla 1

Nota 8: Los valores expresados en la tabla 1 se calculan a partir de la siguiente relación:

$$\text{Valor K} = 1000 k$$

donde

$$k = \frac{-1 + 5 \log \eta_{rel} + \sqrt{1 + (200 / C' + 1,5 \log \eta_{rel} + 2) * 1,5 \log \eta_{rel}}}{150 + 3C'}$$

donde:

η_{rel} = viscosidad relativa, y viene dada por:

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0}$$

C' = Concentración de la solución de polímero, en gramos por 100 mililitros.

9 INFORME

El informe debe llevar como mínimo lo siguiente:

- 9.1 Identificación completa de la muestra (lote de producción, código de designación).
- 9.2 Fecha de realización del ensayo e identificación del analista.
- 9.3 Número de Viscosidad, y de manera opcional, Valor K; reportados como la media aritmética de los dos resultados de cada muestra.
- 9.4 Las características del viscosímetro.
- 9.5 Realizado según la norma COVENIN 1735
- 9.6 Observaciones

10 BIBLIOGRAFÍA

ISO 1628:1988, "Plastics - Determination of viscosity number and limiting viscosity number - Part 2: Poly(vinyl chloride) resins".

ASTM D 1243-95, "Standard Test Method for Dilute Solution Viscosity of Vinyl Chloride Polymers".

DIN 53726 Testig of plastics. Determination of viscosity number and k valve of polyvinyl choride. Resins in solution.

Participaron en la revisión de esta norma: Acosta, María; Hernández, Otto; Herrera, Mauricio; González, Neil; Lamas, Nathaly; Maldonado, Alvaro; Rodriguez, Alfredo; Saavedra, Isidro.

Tabla 1. Relación de Valor K y Viscosidad Relativa.

t/t_0	Valor K	t/t_0	Valor K	t/t_0	Valor K	t/t_0	Valor K
1,344	53,14	1,414	58,14	1,484	62,58	1,554	66,54
1,346	53,30	1,416	58,26	1,486	62,70	1,556	66,66
1,348	53,42	1,418	58,38	1,488	62,84	1,558	66,74
1,350	53,66	1,420	58,50	1,490	62,94	1,560	66,90
1,352	53,74	1,422	58,66	1,492	63,08	1,562	67,00
1,354	53,90	1,424	58,78	1,494	63,18	1,564	67,08
1,356	54,02	1,426	58,94	1,496	63,32	1,566	67,18
1,358	54,18	1,428	59,06	1,498	63,42	1,568	67,32
1,360	54,34	1,430	59,22	1,500	63,52	1,570	67,40
1,362	54,46	1,432	59,32	1,502	63,66	1,572	67,54
1,364	54,66	1,434	59,46	1,504	63,78	1,574	67,66
1,366	54,78	1,436	59,60	1,506	63,90	1,576	67,78
1,368	54,94	1,438	59,74	1,508	64,02	1,578	67,86
1,370	55,14	1,440	59,82	1,510	64,10	1,580	68,00
1,372	55,18	1,442	59,98	1,512	64,22	1,582	68,06
1,374	55,38	1,444	60,12	1,514	64,34	1,584	68,18
1,376	55,50	1,446	60,22	1,516	64,46	1,586	68,30
1,378	55,66	1,448	60,36	1,518	64,54	1,588	68,36
1,380	55,82	1,450	60,40	1,520	64,60	1,590	68,50
1,382	55,90	1,452	60,62	1,522	64,78	1,592	68,62
1,384	56,06	1,454	60,74	1,524	64,86	1,594	68,68
1,386	56,22	1,456	60,86	1,526	65,02	1,596	68,80
1,388	56,34	1,458	61,00	1,528	65,10	1,598	68,92
1,390	56,54	1,460	61,10	1,530	65,20	1,600	69,00
1,392	56,62	1,462	61,26	1,532	65,34	1,602	69,10
1,394	56,78	1,464	61,36	1,534	65,42	1,604	69,20
1,396	56,90	1,466	61,52	1,536	65,56	1,606	69,32
1,398	57,02	1,468	61,62	1,538	65,64	1,608	69,42
1,400	57,18	1,470	61,70	1,540	65,80	1,610	69,50
1,402	57,30	1,472	61,86	1,542	65,86	1,612	69,62
1,404	57,42	1,474	61,94	1,544	65,98	1,614	69,72
1,406	57,58	1,476	62,10	1,546	66,10	1,616	69,82
1,408	57,70	1,478	62,22	1,548	66,22	1,618	69,90
1,410	57,86	1,480	62,30	1,550	66,30	1,620	70,00
1,412	57,98	1,482	62,46	1,552	66,42		

COVENIN
1735:1999

CATEGORÍA
B

FONDONORMA

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



I.C.S: 17.060

ISBN: 980-06-2364-7

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptores: Policloruro de vinilo, viscosidad, método de ensayo.