

LIBRO: **MMP. MÉTODOS DE MUESTREO Y PRUEBA DE MATERIALES**

PARTE: **2. MATERIALES PARA ESTRUCTURAS**

TÍTULO: 07. Pinturas para Recubrimiento de Estructuras

CAPÍTULO: 003. Contenido de Pigmento en Pinturas para Recubrimiento de Estructuras

A. CONTENIDO

Este Manual describe los procedimientos para determinar el contenido de pigmento de las pinturas que se utilicen como primarios o acabados, de uno o dos componentes, a que se refiere la Norma N-CMT-2-07, *Pinturas para Recubrimiento de Estructuras*, en muestras tomadas conforme al Manual M-MMP-2-07-001, *Muestreo de Pinturas para Recubrimiento de Estructuras*.

B. OBJETIVO DE LAS PRUEBAS

Estas pruebas permiten determinar el contenido de sustancias químicas, principalmente de tipo inorgánico (pigmentos) que contienen las pinturas, separando dichas sustancias del vehículo de las pinturas mediante reactivos o calcinación en un horno.

C. REFERENCIAS

Este Manual se complementa con la Norma N-CMT-2-07, *Pinturas para Recubrimiento de Estructuras* y el Manual M-MMP-2-07-001, *Muestreo de Pinturas para Recubrimiento de Estructuras*.

D. EQUIPO Y MATERIALES

El equipo para la ejecución de las pruebas estará en condiciones óptimas para su uso, calibrado, limpio, completo en todas sus partes y sin desgaste que pueda alterar significativamente el resultado de la prueba. Todos los materiales y reactivos a emplear serán de calidad, considerando siempre la fecha de su caducidad.

El equipo y los materiales necesarios para realizar todas las pruebas, dependiendo del procedimiento de prueba que se utilice, contenidos en la Cláusula F. de este Manual, son los siguientes:

D.1. CENTRÍFUGA

Capaz de desarrollar de 2 000 a 4 000 rpm (revoluciones por minuto), con tapa de seguridad y capacidad para 4 ó 6 tubos de 60 a 100 cm³.

D.2. BALANZA ANALÍTICA

De 200 g de capacidad y aproximación de 0,001 g.

D.3. HORNO ELÉCTRICO

Con ventilación y capaz de mantener una temperatura de 110 ± 5°C.

D.4. HORNO MUFLA

Horno eléctrico con control de temperatura, capaz de mantener una temperatura de $1\ 000 \pm 25^{\circ}\text{C}$.

D.5. PARRILLA

De calentamiento, con placa de *pyroceram* o *teflón*, de aproximadamente 150 mm de ancho por 150 mm de largo, para temperaturas máximas de 500°C , aproximadamente.

D.6. CRONÓMETRO

Con aproximación a 1 s.

D.7. TERMÓMETRO

De inmersión total, con rango de 0 a 100°C y aproximación de 1°C .

D.8. TUBOS DE CENTRÍFUGA

De vidrio, de pared gruesa para centrifugado y capacidad de 60 a $100\ \text{cm}^3$, según el tipo de máquina centrífuga que se utilice.

D.9. AGITADOR

Varilla de vidrio o acero inoxidable, de aproximadamente 4 mm de diámetro y 100 mm de longitud.

D.10. CÁPSULA DESECHABLE

De aluminio, de aproximadamente 58 mm de diámetro y 15 mm de profundidad.

D.11. BURETA

De vidrio, de $25\ \text{cm}^3$ y con aproximación de $0,1\ \text{cm}^3$.

D.12. CRISOL

De porcelana, capaz de resistir temperaturas de 800°C y con capacidad de 15 a $25\ \text{cm}^3$.

D.13. DESECADOR

De vidrio, con las dimensiones adecuadas, con cloruro de calcio como elemento deshidratante.

D.14. EMBUDO PARA FILTRACIÓN

De vidrio, de 50 mm de diámetro, con canales y tallo de aproximadamente 100 mm.

D.15. EMBUDO DE SEPARACIÓN CON TAPÓN

De vidrio, de $200\ \text{cm}^3$ de capacidad.

D.16. ESPÁTULA O PALA

De madera o acero inoxidable, con las dimensiones adecuadas.

D.17. MATRACES ERLLENMEYER

De vidrio, graduados, de 250 y $600\ \text{cm}^3$ de capacidad.

D.18. PIPETA GRAVIMÉTRICA

De vidrio, graduada, de 10 cm³ de capacidad y aproximación de 0,1 cm³.

D.19. PIZETA

De plástico o cualquier otro material resistente a los solventes, de aproximadamente 250 cm³ de capacidad.

D.20. PROBETAS

De vidrio, graduadas, de 50 y 100 cm³ de capacidad.

D.21. VASOS DE PRECIPITADO

De vidrio, graduados, con vertedero, con capacidades de 25, 50, 100, 250 y 600 cm³.

D.22. PAPEL FILTRO

Con bajo contenido de cenizas, para velocidades de filtración rápida con poro de 20 a 25 μm (micrómetros) y lenta con poro de 8 μm.

D.23 REACTIVOS

Para efectuar esta prueba se requieren los siguientes reactivos de grado analítico:

D.23.1. Acetona.

D.23.2. Acetato de sodio.

D.23.3. Ácido fosfórico.

D.23.4. Ácido sulfúrico.

D.23.5. Agua destilada.

D.23.6. Alcohol etílico.

D.23.7. Alcohol metílico.

D.23.8. Benceno.

D.23.9. Cloroformo.

D.23.10. Cloruro férrico.

D.23.11. Cloruro de calcio.

D.23.12. Éter de petróleo.

D.23.13. Éter etílico.

D.23.14. Oxalato de sodio.

D.23.15. Permanganato de potasio.

D.23.16. Sulfato de manganeso.

D.23.17. Tolueno.

E. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

La preparación de la muestra de pintura, obtenida según se establece en el Manual M·MMP·2·07·001, *Muestreo de Pinturas para Recubrimiento de Estructuras*, se hace de la siguiente manera:

E.1. PINTURAS DE UN COMPONENTE

Se agita vigorosamente la muestra por probar con una espátula o pala durante 5 a 10 min para homogeneizarla y se toma la cantidad necesaria para la prueba, cuidando que no se formen burbujas o se contamine con materiales extraños.

E.2. PINTURAS DE DOS COMPONENTES

Se hace la mezcla de los componentes previamente homogeneizados, de acuerdo con la proporción y orden de incorporación que se especifique en la ficha técnica que proporcione el fabricante. Esta mezcla permanecerá en reposo durante 15 a 30 min para permitir la reacción de sus componentes y finalmente se homogeneiza para tomar la cantidad de pintura necesaria para la prueba, cuidando que no se formen burbujas o se contamine con materiales extraños.

F. PROCEDIMIENTO DE LAS PRUEBAS

Antes de iniciar el procedimiento de prueba, se verifica que el laboratorio esté bien ventilado, con temperatura comprendida entre 25 y 28°C y una humedad relativa de $50 \pm 5\%$, evitando el polvo y corrientes de aire. La extracción del pigmento de las pinturas se puede hacer aplicando alguno de los procedimientos que se describen a continuación:

F.1. EXTRACCIÓN DE LOS PIGMENTOS TOTALES CON TOLUENO POR EL MÉTODO DE CENTRIFUGADO

Este procedimiento es apropiado para la extracción de la mayoría de los pigmentos, excepto para algunos de origen orgánico, incluyendo el negro.

F.1.1. Equipo y materiales

El equipo y materiales necesarios para efectuar esta prueba son: horno eléctrico, centrífuga, tubo de centrífuga, desecador, balanza analítica, cronómetro, vasos de precipitado, espátula, pizeta, pipeta, agitador, tolueno y éter de petróleo, mismos que se detallan en la Cláusula D. de este Manual.

F.1.2. Desarrollo de la prueba

- F.1.2.1. En el tubo de la centrífuga puesto previamente a una masa constante, se colocan de 2 a 5 g de la muestra de prueba y se registra la masa del conjunto, con aproximación de 0,001 g.
- F.1.2.2. Con la ayuda de una pizeta, se le agregan a la muestra pequeñas porciones de tolueno hasta completar aproximadamente 60 mL y con un agitador de vidrio se agita vigorosamente. Un poco antes de completar este volumen, con el tolueno faltante se lava la pintura adherida al agitador, con el fin de no alterar la masa de la muestra de prueba.
- F.1.2.3. Se centrifuga la muestra a una velocidad entre 3 500 y 4 000 rpm, hasta que el pigmento y el solvente queden separados claramente, lo que ocurre en un lapso de aproximadamente 30 min.
- F.1.2.4. Posteriormente se elimina por decantación o con una pipeta, el solvente separado, conservando el pigmento de la pintura dentro del tubo de centrífuga.

F.1.2.5. Con dicho residuo se hacen dos nuevas extracciones o lavados, una con tolueno y otra con éter de petróleo, siguiendo el mismo procedimiento descrito en los Párrafos F.1.2.2. a F.1.2.4., con la única diferencia de que el tiempo de centrifugación será de 15 min.

F.1.2.6. El tubo de la centrifuga que contiene el pigmento se seca en el horno a una temperatura de $110 \pm 5^\circ\text{C}$ durante 2 h, posteriormente se deja enfriar a temperatura ambiente dentro del desecador y finalmente se obtiene su masa, con aproximación de 0,001 g.

F.1.3. Cálculos y resultados

Se reporta como resultado de la prueba, el contenido de pigmentos totales y el contenido del vehículo de las pinturas, utilizando las siguientes expresiones:

$$P = \frac{A - B}{C - B} \times 100$$

$$V = 100 - P$$

Donde:

P = Contenido total de pigmento, (%)

A = Masa del tubo de la centrifuga con la muestra de prueba, después del secado final, (g)

B = Masa del tubo de la centrifuga, (g)

C = Masa del tubo de la centrifuga y la muestra de pintura por probar antes de la prueba, (g)

V = Contenido de vehículo, (%)

F.1.4. Precauciones para evitar errores

Para evitar errores durante la ejecución de la prueba, se observarán las siguientes precauciones:

F.1.4.1. Verificar que al hacer las extracciones, la separación del pigmento se defina claramente, de lo contrario el resultado de la prueba no será real.

F.1.4.2. Controlar adecuadamente la velocidad y el tiempo de centrifugado para garantizar la separación de los pigmentos.

F.1.4.3. Realizar la prueba en un lugar cerrado, con ventilación indirecta, limpio y libre de corrientes de aire, de cambios de temperatura y de partículas que provoquen la contaminación de las muestras de prueba.

F.1.4.4. Cuidar que todo el equipo esté perfectamente limpio, para que al hacer la prueba la pintura no se mezcle con agentes extraños y se altere el resultado.

F.2. EXTRACCIÓN DE PIGMENTOS TOTALES CON MEZCLA DE SOLVENTES POR EL MÉTODO DE CENTRIFUGADO

En caso de que el pigmento no se separe con tolueno, como se indica en la Fracción anterior, se utilizará entonces una mezcla extractora, compuesta por una combinación de solventes orgánicos en las siguientes proporciones:

- Diez partes de éter etílico.
- Seis partes de benceno.
- Cuatro partes de alcohol metílico.
- Una parte de acetona.

El procedimiento de la prueba y el cálculo de los resultados son idénticos a los descritos en la Fracción anterior, con la única diferencia de que se utiliza la mezcla extractora en lugar del tolueno para la extracción de los pigmentos. Se deberán hacer las extracciones necesarias para que salga limpio el solvente.

F.3. DETERMINACIÓN DE LOS PIGMENTOS TOTALES POR CALCINACIÓN

F.3.1. Equipo y materiales

El equipo y materiales necesarios para efectuar esta prueba son: horno mufla, espátula o pala, cronómetro, crisol o cápsula desechable de aluminio, desecador, balanza analítica, vaso de precipitado, agua destilada, alcohol etílico y cloroformo, mismos que se detallan en la Cláusula D. de este Manual.

F.3.2. Identificación de la naturaleza del pigmento

En forma previa al desarrollo de la prueba se identifica la naturaleza orgánica o inorgánica del pigmento, de la siguiente manera:

- F.3.2.1. En un vaso de precipitado se mezclan 2 g de la muestra de prueba con 25 mL de agua destilada y se calientan a una temperatura de aproximadamente 40°C durante 2 min; se deja asentar y el líquido separado se elimina por decantación.
- F.3.2.2. A continuación, se repite el procedimiento descrito en el Párrafo anterior, primero con 25 mL de alcohol etílico y después con 25 mL de cloroformo.
- F.3.2.3. La identificación de la naturaleza del pigmento se realiza mediante la observación del color presentado durante el desarrollo de estas actividades; cualquier coloración del líquido resultante al adicionar alguno de los reactivos antes mencionados indica la presencia de pigmentos de naturaleza orgánica, mientras que la ausencia de coloración indica la naturaleza inorgánica de los mismos.

F.3.3. Desarrollo de la prueba

- F.3.3.1. En un crisol puesto previamente a masa constante, se colocan aproximadamente de 2 a 3 g de la muestra de prueba y se registra la masa del conjunto, con aproximación de 0,001 g. Para el caso de las pinturas con pigmento orgánico, se puede usar una cápsula desechable de aluminio en lugar del crisol.
- F.3.3.2. El crisol o la cápsula desechable con la pintura, se introduce al horno mufla previamente calentado a 400°C; si el pigmento es de naturaleza orgánica, la prueba se continúa como se describe en el siguiente Párrafo; cuando el pigmento es inorgánico, se procede como se describe en el Párrafo F.3.3.4. de este Manual.
- F.3.3.3. En el caso de pigmentos orgánicos, la temperatura del horno mufla con la muestra en su interior, se mantiene a $400 \pm 25^\circ\text{C}$ durante 2 h. El crisol o la cápsula desechable con el residuo obtenido por este procedimiento se deja enfriar a temperatura ambiente dentro del desecador y después se obtiene su masa, con aproximación de 0,001 g.
- F.3.3.4. En el caso de pigmentos inorgánicos, la temperatura del horno mufla con la muestra en su interior, se incrementa paulatinamente hasta alcanzar 900°C, manteniendo esta temperatura durante 20 min a fin de asegurar que toda la materia orgánica se consuma. El crisol con el residuo obtenido por este procedimiento se deja enfriar a temperatura ambiente dentro del desecador y después se obtiene su masa, con aproximación de 0,001 g.

F.3.4. Cálculos y resultados

Se reporta como resultado de la prueba, el contenido de pigmento, utilizando la siguiente expresión:

$$P = \frac{A-B}{C-B} \times 100$$

Donde:

P = Contenido total de pigmento, (%)

A = Masa del crisol con la muestra de prueba después de la calcinación, (g)

B = Masa del crisol o de la cápsula de aluminio, (g)

C = Masa del crisol o de la cápsula de aluminio con la muestra de prueba antes de la calcinación, (g)

F.3.5. Precauciones para evitar errores

Para evitar errores durante la ejecución de la prueba, se observarán las siguientes precauciones:

- F.3.5.1. Realizar la prueba en un lugar cerrado, con ventilación indirecta, limpio y libre de corrientes de aire, de cambios de temperatura y de partículas que provoquen la contaminación de las muestras de prueba.
- F.3.5.2. Cuidar que todo el equipo esté perfectamente limpio, para que al hacer la prueba la pintura no se mezcle con agentes extraños y se altere el resultado.
- F.3.5.3. Cuidar que el lapso entre que la muestra ha sido homogeneizada y la determinación de la masa inicial de la cápsula, el agitador y la muestra, no sea mayor de 3 s, con objeto de evitar la pérdida de materiales volátiles.
- F.3.5.4. Verificar que se logre la calcinación total de la materia orgánica para obtener datos reales del contenido de pigmento.
- F.3.5.5. Cuidar que las lecturas de las masas sean lo más precisas posibles.

F.4. DETERMINACIÓN DEL PIGMENTO TOTAL DE ZINC METÁLICO POR ANÁLISIS QUÍMICO VOLUMÉTRICO

Este procedimiento de prueba se aplica para la determinación del pigmento de zinc, en pinturas a base de inorgánicos de zinc.

F.4.1. Equipo y materiales

El equipo y materiales necesarios para efectuar esta prueba son: bureta, balanza analítica, matraces Erlenmeyer, espátula, cloruro férrico, acetato de sodio, agua destilada, oxalato de sodio, permanganato de potasio, sulfato de manganeso, acetato de sodio, ácido sulfúrico y ácido fosfórico, mismos que se detallan en la Cláusula D. de este Manual.

F.4.2. Desarrollo de la prueba

- F.4.2.1. Se preparan las siguientes tres soluciones, con las proporciones y en las cantidades descritas a continuación:
 - Solución *A*, formada por 20 g de cloruro férrico y 20 mL de una solución de acetato de sodio al 20%, que se completa con agua destilada para obtener un volumen de 100 mL.
 - Solución *B*, formada por 67 mg de sulfato de manganeso, 130 mL de ácido sulfúrico y 138 mL de ácido fosfórico al 85%, que se completa con agua destilada para obtener un volumen de 1 L.

- Solución C, para titulación, formada con 3,16 g de permanganato de potasio diluido con agua destilada para completar 1 L. Esta solución se conoce como solución de un décimo normal de permanganato de potasio.

F.4.2.2. En un matraz Erlenmeyer se colocan 50 mL de la solución A, se adicionan 50 mL de la solución B, acompañada de un agitado moderado y finalmente se agregan 250 mL de agua destilada, incorporándola también por agitado; el resultado de esta operación es una solución denominada *blanco*.

F.4.2.3. El *blanco* se titula con la solución C, es decir, se agrega gradualmente la solución C hasta que se presente un cambio en el color del conjunto. En este momento se registra la cantidad de solución C empleada, que corresponde al volumen V_1 de la fórmula indicada en el Inciso F.4.3. de este Manual.

F.4.2.4. En otro matraz Erlenmeyer se coloca una porción de 0,2 g de la muestra de prueba y se continúa con la preparación de la solución como se describe en el Párrafo F.4.2.2. El producto resultante se titula con la solución C, registrando la cantidad necesaria para la identificación del pigmento (cambio de color), que corresponde al volumen V_2 de la fórmula indicada en el Inciso F.4.3. de este Manual.

F.4.3. Cálculos y resultados

Se reporta como resultado de la prueba, el contenido de zinc metálico total, utilizando la siguiente expresión:

$$Z = \frac{(V_2 - V_1) \times N \times K}{S} \times 100$$

Donde:

Z = Contenido total de zinc metálico, (%)

V_2 = Volumen de permanganato de potasio (solución C) empleado para la titulación de la muestra de prueba, (mL)

V_1 = Volumen del permanganato de potasio (solución C) empleado para la titulación del *blanco*, (mL)

N = Se considera igual a 0,10, y es el valor calculado para la concentración en masa de 3,16 g de permanganato de potasio diluido con agua destilada para obtener 1 L de solución (solución C)

K = Se considera igual a 0,0327, y es el valor calculado por la masa atómica del zinc (65,4) dividida entre 2 y a su vez entre 1 000 para que se considere como miliequivalente

S = Masa de la muestra de prueba, (g)

F.4.4. Precauciones para evitar errores

Para evitar errores durante la ejecución de la prueba, se observarán las siguientes precauciones:

F.4.4.1. Realizar la prueba en un lugar cerrado, con ventilación indirecta, limpio y libre de corrientes de aire, de cambios de temperatura y de partículas que provoquen la contaminación de las muestras de prueba.

F.4.4.2. Cuidar que todo el equipo esté perfectamente limpio, para que al hacer la prueba la pintura no se mezcle con agentes extraños y se altere el resultado.

F.4.4.3. Cuidar que las lecturas de las masas sean lo más precisas posibles.