



**SÍNTESIS DE UNA RESINA ALQUÍDICA A PARTIR DE ACEITE DE
PALMA MEDIANTE POLICONDENSACIÓN CON MEZCLAS DE
ANHÍDRIDOS FTÁLICO/MALEÍCO**

CARLOS HUMBERTO VILLAMIZAR CEDEÑO

**UNIVERSIDAD DE PAMPLONA
FACULTAD DE INGENIERÍAS Y ARQUITECTURA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA AMBIENTAL, CIVIL Y QUÍMICA
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
PAMPLONA 2018**

DQS is member of:



*Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz*



**SÍNTESIS DE UNA RESINA ALQUÍDICA A PARTIR DE ACEITE DE
PALMA MEDIANTE POLICONDENSACIÓN CON MEZCLAS DE
ANHÍDRIDOS FTÁLICO/MALEÍCO**

CARLOS HUMBERTO VILLAMIZAR CEDEÑO

PROYECTO DE GRADO

presentado como requisito parcial para optar por el título de Ingeniero Químico

Dirigida por:

ÁLVARO EULALIO VILLAMIZAR VILLAMIZAR

Ingeniero Químico, MSc Ingeniería Ambiental

Codirector

Ingeniero Químico, Jhon Jairo Maldonado

**UNIVERSIDAD DE PAMPLONA
FACULTAD DE INGENIERÍAS Y ARQUITECTURA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA AMBIENTAL, CIVIL Y QUÍMICA
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
PAMPLONA 2018**

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**



DEDICATORIA

A mi Dios por brindarme la sabiduría para culminar esta etapa de mi vida

A mis padres que son el motor de mi vida y que me brindaron la oportunidad de realizarme como profesional, gracias por todo, los amo y los llevo en mi corazón y espero poder tenerlos por mucho tiempo junto a mí.

Mis hermanos que siempre estuvieron al tanto de este proceso y han sido mi apoyo incondicional en todo momento.

A Angélica por darme el mejor regalo del mundo que ha sido mi Sofía, hija eres el mayor motivo por culminar esta etapa, las amo.

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**



AGRADECIMIENTOS

A la Universidad de Pamplona por haberme permitido realizar mis estudios, y a todos los docentes que hicieron parte del conocimiento hoy adquirido.

A mi director Álvaro Villamizar por su acompañamiento y entrega en este proceso.

Al Ingeniero Haiver Rangel por el apoyo y acompañamiento en el desarrollo de este proyecto.

A los profesores Edwin Fuentes, William Mora, Elkin Mora, Bladimir Ramón, Daniel Molina, Joaquín Orozco por su colaboración en el desarrollo de este proyecto.

A mis compañeros Camilo Bedoya y Sergio Salgado por todos los momentos compartidos los llevo en mi corazón

A mi familia que me acompañaron en este proceso.

A Yolandita y Bético por su colaboración en el laboratorio.

A mi Viejito y Doña Rome que fueron como mis segundos padres y me brindaron su cariño, amor y confianza en esta etapa.

A los gemelos Danielito y Ruth que me brindaron su cariño y estuvieron para mí cuando los necesite.

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**



TABLA DE CONTENIDO

DEDICATORIA	3
AGRADECIMIENTOS	4
TABLA DE CONTENIDO	5
LISTA DE FIGURAS	9
LISTA DE GRAFICAS	10
LISTA DE TABLAS	11
LISTA DE ILUSTRACIONES	12
RESUMEN	13
ABSTRACT	14
1. INTRODUCCIÓN	15
1.1 Planteamiento del problema y justificación	15
1.2 Antecedentes	16
1.2.1 Resinas alquídicas	16
1.3 OBJETIVOS	19
1.3.1 Objetivo General	19
1.3.2 Objetivos Específicos	19
2. MARCO TEÓRICO	20
2.1 ACEITE DE PALMA	20
2.1.1 Producción de palma de aceite	22
2.1.2 La industria de la palma en Colombia	23
2.2 RESINAS	26
2.2.1 Resinas Alquídicas	27
2.2.2 Producción de resinas alquídicas	28



2.3 MATERIALES DE PROCESO	29
2.3.1 Ácidos Grasos	29
2.3.2 Polioles	31
2.3.3 Ácidos polibásicos	32
2.4 SÍNTESIS DE RESINAS ALQUÍDICAS	34
2.4.1 Reacciones de esterificación	34
2.3.4.2 Alcohólisis	39
2.3.4.3 Ácidolis	40
2.3.4.4 Hidrólisis	41
2.3.4.5 Transesterificación	41
3. METODOLOGÍA	42
3.1 MATERIALES Y EQUIPOS	42
3.2 CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE DE PALMA	43
3.2.1 Densidad	44
3.2.2 Índice de acidez	44
3.2.3 Índice de saponificación	44
3.2.4 Índice de yodo	45
3.2.5 Cromatografía y Espectrometría de masas (Perfil de ácidos grasos)	45
3.2.6 Reactor para síntesis de las resinas	46
3.2.7 Tratamiento del aceite	49
3.2.8 Neutralización de aceite de palma crudo.	50
3.2.9 Deshidratación del aceite neutralizado	50
3.3 FORMULACIÓN Y SÍNTESIS DE RESINA ALQUÍDICA	50
3.3.1 Condiciones de operación.	51
3.3.2 Alcohólisis de aceite deshidratado	52
3.3.3 Poliesterificación de monoglicéridos.	52



3.4 CARACTERIZACIÓN DE LAS RESINAS OBTENIDAS	53
3.4.1 Viscosidad	54
3.4.2 Densidad	54
3.4.3 Valor ácido	54
3.4.4 Contenido de no volátiles	54
3.4.5 Análisis Termogravimétrico (TGA)	55
3.4.6 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FT-IR)	55
3.4.7 Resonancia Magnética Nuclear (RMN)	55
3.4.8 Reología	56
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	60
4.1 CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE DE PALMA	60
4.1.1 Índice de acidez del aceite	60
4.1.2 Índice de saponificación del aceite	62
4.1.3 Índice de yodo del aceite	64
4.1.4 Densidad del aceite de palma	65
4.2 FORMULACIÓN Y SÍNTESIS DE LA RESINA ALQUÍDICA	66
4.2.1 Condiciones de operación	67
4.2.2 Alcohólisis	68
4.2.4 Policondensación	69
4.3 Caracterización de las resinas sintetizadas	70
4.3.1 Viscosidad	70
4.3.2 Densidad	72
4.3.3 Valor ácido	73
4.3.4 Contenido de no volátiles	75
4.3.5 Análisis Termogravimétrico (TGA)	76
4.3.6 Calorimetría Diferencial de barrido (DCS)	78



4.3.7 Espectroscopia de Infrarrojo por transformada de Fourier (FT-IR)	80
4.3.8 Resonancia Magnética Nuclear (RMN).....	81
4.3.9 Reología.....	84
5. CONCLUSIONES.....	91
6. RECOMENDACIONES.....	93
7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	94
8. ANEXOS	100
8. 1Anexo A. Norma ASTM D 5355-95 para la determinación de la gravedad específica en aceites y líquidos grasos.....	100
8. 2Anexo B. Norma TP-TM-001C - Lubrizol, para determinación del índice de acidez.....	102
8. 3Anexo C. Norma ASTM D1962-85 para determinación del índice de saponificación	103
8. 4Anexo D. Norma TP-TM-005C Lubrizol, para determinación del índice de yodo.	105
8. 5Anexo E. Norma ASTM D 1545-98 para la determinación de la viscosidad por el método de burbuja	107
8. 6Anexo F. Norma ASTM D 1475-13 para la determinación de la densidad de líquidos de recubrimiento y materiales relacionados.....	109
8. 7 Anexo G. Norma ASTM D1639-90, para la determinación del valor ácido de la resina.	112
8. 8Anexo H. Norma ASTM D1644-01, método A, para la determinación del contenido de no volátiles en las resinas.	114
8.9 Anexo I. Norma NTC 1651. Pinturas imprimantes anticorrosivos con vehículo alquídico.....	116



LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Producción mundial de palma de aceite	21
Figura 2 Áreas de producción de palma de aceite en Colombia	25
Figura 3 Producción mundial de resinas alquídicas	29
Figura 4 Principales polioles usados en resinas alquídicas	32
Figura 5 Principales ácidos polibásicos formulados en resinas alquídicas	34
Figura 6 Viscosímetro	57
Figura 7 Aguja SC34.....	58
Figura 8 Metodología para clasificar los diferentes materiales y el tipo de fluido.....	59
Figura 10 Índice de acidez de aceite de palma.....	61
Figura 11 Producción de jabón.....	62
Figura 12 Índice de saponificación	63
Figura 13 Índice de Yodo	64
Figura 14 Densidad del aceite de palma.....	65
Figura 15 Molécula resultante de la Alcohólisis.....	68
Figura 15 Espectro de protones de resinas A y B.....	82
Figura 16 Espectros de 13C de resinas A y B	83
Figura 17 Tipos de comportamiento de flujo independiente del tiempo.....	85



LISTA DE GRAFICAS

Gráfica 1 Perfil de Viscosidad.....	72
Gráfica 2 Determinación del valor ácido al finalizar la reacción	74
Gráfica 3 Analisis de TGA para cada resina	77
Gráfica 4 Análisis de DCS para cada resina.....	78
Gráfica 5 FT-IR para cada resina alquídica.....	80
Gráfica 6 Velocidad de corte Vs Esfuerzo cortante	84
Gráfica 7 Adelgazamiento de cizalladura	86
Gráfica 8 Determinación de la viscosidad aparente.....	87
Gráfica 9 Aplicación en el rango de viscosidad	89
Gráfica 10 Clasificación dentro de los tipos de materiales.....	90

DQS is member of:



*Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz*



LISTA DE TABLAS

Tabla 1 Principales países exportadores de palma de aceite en el mundo	22
Tabla 2 Tipos de Resinas	26
Tabla 3 Principales ácidos grasos presentes en aceites vegetales.....	30
Tabla 4. Reactivos utilizados para la síntesis y caracterización de la resina alquídica ..	42
Tabla 5 Equipos.....	43
Tabla 6 Formulación de las distintas resinas.....	51
Tabla 7 Determinación y toma de muestra para el cálculo de valor ácido de las distintas resinas alquídicas	53
Tabla 8 Caracterización del aceite de palma	60
Tabla 9 Contenido de ácidos grasos del aceite de palma	66
Tabla 10 Cantidades relativas del ácido graso	67
Tabla 11 Condiciones de operación en la alcoholísis	69
Tabla 12 Condiciones de operación de la poliesterificación.....	69
Tabla 13 Datos ensayo de viscosidad	71
Tabla 14 Densidades de las resinas sintetizadas.....	72
Tabla 15 Contenido de no volátiles de la distintas resinas	75

DQS is member of:



*Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz*



LISTA DE ILUSTRACIONES

Ilustración 1 Reactor de pruebas, vista isométrica	47
Ilustración 2 Reactor de pruebas, vista frontal	47
Ilustración 3 Manta de calentamiento para el reactor.....	48
Ilustración 4 Reactor de pruebas en vidrio borosilicato, con agitador	49

DQS is member of:



*Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz*



RESUMEN

Se realizó la síntesis de tres resinas alquídicas por policondensación con diferentes relaciones de anhídridos ftálico/maleíco (2:1, 1:1 y 1:2) a partir de aceite de palma. Se caracterizó tanto el aceite de palma crudo y las diferentes resinas sintetizadas por medio de diferentes técnicas instrumentales y mecánicas. El aceite de palma crudo se caracterizó por cromatografía de gases con detector de ionización en llama (GC/D) y las resinas por medio de las técnicas instrumentales de FT-IR, DCS, TGA, NMR y las propiedades mecánicas fueron medidas por medio de la Reología.

Con este trabajo se encontró una disminución en el tiempo de reacción de 210 min a 80 min en el proceso transesterificación, debido a la adición del anhídrido maleíco. Se comprobó mediante las técnicas de instrumentales los grupos funcionales característicos de una resina alquídica, confirmando la presencia el grupo alquídico.

El análisis reológico permitió medir diferentes propiedades mecánicas encontrando una clasificación de la síntesis dentro de los polímeros con características similares a las del polietileno de alta densidad. Teniendo posibles usos en diferentes industrias como la de protección de dispositivos, recubrimientos térmicos, pellets, impermeabilización de terrenos (vertederos, piscinas), entre otras.



ABSTRACT

The synthesis of three alkyd resins was carried out by polycondensation with different ratios of phthalic / maleic anhydrides (2: 1, 1: 1 and 1: 2) from palm oil. Both the crude palm oil and the different resins synthesized were characterized by means of different instrumental and mechanical techniques. Crude palm oil was characterized by gas chromatography with flame ionization detector (GC / D) and the resins by means of the instrumental techniques of FT-IR, DCS, TGA, NMR and mechanical properties were measured by means of the Rheology.

With this work we found a decrease in the reaction time from 210 min to 80 min in the transesterification process, due to the addition of maleic anhydride. The functional groups characteristic of an alkyd resin was checked by instrumental techniques, confirming the presence of the alkyd group.

The rheological analysis allowed to measure different mechanical properties finding a classification of the synthesis within the polymers with characteristics similar to those of high density polyethylene. Having possible uses in different industries such as protection of devices, thermal coatings, pellets, waterproofing of land (landfills, swimming pools), among others.

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**

1. INTRODUCCIÓN

1.1 Planteamiento del problema y justificación

Los aceites vegetales son una clase importante de recursos biológicos para la producción de materiales poliméricos debido a su gran abundancia, bajo costo y revocabilidad. (Bora, Deka, Ahmed, & Kakati, 2014) La palma aceitera (*Elaeis guineensis*) es un cultivo económicamente importante que garantiza la seguridad alimentaria. Recientemente, se ha convertido en una fuente potencial de energía renovable (Khatun, Reza, Moniruzzaman, & Yaakob, 2017)

El uso de estos aceites ha tomado relevancia en este tema, ya que ofrece diversas ventajas en varios procesos; este es el caso del aceite de palma que se utiliza como materia prima en la manufactura de gran cantidad de productos químicos sustituyendo los fabricados a base de petróleo. (Van Haveren, y otros, 2007). Los aceites vegetales, ácidos grasos y otros subproductos de la refinación del aceite vegetal se han utilizado como alternativas sostenibles a los materias primas derivadas del petróleo, para aplicaciones industriales como jabones, detergentes, cosméticos, lubricantes, revestimientos y pinturas. (Lluch, Ronda, Galià, Lligadas, & Cádiz, 2010)

Las resinas alquídicas han adquirido gran importancia debido a su economía, disponibilidad de materias primas, biodegradabilidad, durabilidad, flexibilidad, buena adhesión y facilidad de aplicación. Las resinas alquídicas son una familia especial de



poliésteres sintetizados por reacción de policondensación de aceites grasos o ácidos grasos, ácidos dibásicos o anhídridos de ácido y polioles con funcionalidad hidroxilo superior a 2. (Turner & Volans, 1988)

En estudios anteriores hechos por (Rangel Calderón, 2016) & (Maldonado Villamizar, 2015) con diferentes polioles proponen el mejoramiento de la resina alquídica usando mezclas de anhídridos ftálico/maleíco. El interrogante es ¿Cómo mejorar las propiedades de las resinas obtenidas?

Con el uso del anhídrido maleíco se espera tener una reacción más rápida durante las primeras etapas de reacción en la conversión de glicerol y anhídrido ftálico/maleíco. Esta propiedad del anhídrido maleíco brindará a la resina alquídica una mayor viscosidad debido al doble enlace que conduce a un alto entrecruzamiento de los dos anhídridos con el ácido graso. (Uzoh, Obodo, & Onukwuli, 2018)

1.2 Antecedentes

1.2.1 Resinas alquídicas

El estímulo inicial hacia la investigación detallada de las resinas alquídica vinieron de la industria eléctrica. En 1889, Arthur Smith llamó la atención a la adaptabilidad de los productos de reacción de fenoles y aldehídos como materiales de aislamiento eléctrico, y para las investigaciones de la próxima década se centraron en



estas resinas fenolaldehído. (J. L. BREESE, 1944). Sin embargo, Baekeland fue el primero en informar un estudio sistemático de la reacción de fenol-formaldehído. Su trabajo llevó a tales modificaciones en las resinas y a tales mejoras en los métodos de endurecimiento bajo calor y presión que los artículos de plástico podrían fabricarse fácilmente a partir de los polímeros de esta reacción. La industria eléctrica inmediatamente hizo uso de estos resultados y en 1912 Bakelite se convirtió en un estándar de aislamiento material. (Crude Drugs Offered in India, 1925)

Callahan, Friberg, Arsem, Dawson y Howell en los laboratorios de General Electric llevó a cabo intensivas investigaciones sobre la reacción de anhídrido ftálico-glicerol que resultó útil en resinas nuevas. En particular, señalaron que cuando parte del anhídrido ftálico fue sustituido con ácidos monobásicos, tales como ácido butírico y ácido oleico, resultaron resinas más flexibles. Este trabajo también mostró que el glicerol, el ftalato se pueden modificar y flexibilizar con aceite de resino y podrían prepararse barnices para hornear a alta temperatura.. (Kienle, 1949)

Uno de estos productos que se puede utilizar en la síntesis del recubrimiento superficial, en general, para producir un resultado deseable tanto en términos de costo, renovabilidad, biodegradabilidad y falta de comestibilidad es la estearina de almendra de palma (PKS). (Gunstone FD, 1996)

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**



La resina alquídica o poliéster modificado con aceite, tradicionalmente, es la resina sintética más ampliamente utilizada en la industria de revestimiento de superficies. El recubrimiento a base de alquido es bien conocido por su rápida sequedad, buena protección contra la corrosión, alto brillo y facilidad de aplicación incluso sobre superficies mal tratadas. La química de las unidades estructurales que conectan los grupos éster permite que los alquidos tengan una inmensa diversidad y versatilidad, como matrices biomédicas lábiles, cristales líquidos, fibras y materiales de rendimiento resistentes a la temperatura. (T C Patton, 1962)

Por lo tanto, busca investigar el efecto de la modificación de estireno sobre las propiedades de la resina alquídica de aceite de almendra de palma, ya que se sabe que el poliestireno es muy resistente a la acción del álcali tanto en medios alcohólicos como no acuosos. El estudio se mejoró variando las proporciones de anhídrido ftálico y maleíco. (Uzoh, Obodo, & Onukwuli, 2018)

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**



1.3 OBJETIVOS

1.3.1 Objetivo General

Sintetizar una resina alquídica a partir de aceite de palma mediante policondensación con mezclas de anhídridos ftálico/maleíco

1.3.2 Objetivos Específicos

- Caracterizar el aceite de palma crudo y neutralizado para ser usado en la reacción de esterificación con glicerol y etilenglicol
- Obtener las resinas alquídicas del aceite deshidratado mediante esterificación con glicerol y etilenglicol y posterior policondensación a partir de tres diferentes relaciones de anhídrido ftálico/maleíco.
- Caracterizar la resina alquídica obtenida mediante técnicas de análisis como REOLOGÍA, RMN, FT-IR y TGA

2. MARCO TEÓRICO

2.1 ACEITE DE PALMA

El aceite de palma crudo (CPO), que representa uno de los principales aceites vegetales del mundo, es el producto de la industria de la palma aceitera. Se extrae del mesocarpio de la palma de aceite (*Elaeis guineensis Jacq.*) principalmente mediante la técnica de prensado con tornillo mecánico. Además de ser aceite vegetal, sirve como materia prima para la producción comercial de vitamina E, fitoesteroles, escualeno y caroteno. Otra fuente potencial de componentes menores de la palma de aceite es la fibra de mesocarpio prensada a la palma de la mano, que es uno de los desechos sólidos producidos en la industria de la palma aceitera. Actualmente, la fibra de mesocarpio prensada con palma se está utilizando como combustible para generar vapor y energía en la planta de aceite de palma. (Phoon, Ng, Zakaria, Yim, & Mokhtar, 2018)

Los proyectos de energía renovable, como el cultivo de palma aceitera para biodiesel, crean impactos positivos. Por ejemplo, los proyectos pueden proporcionar empleos locales y evitan la deforestación al cambiar cultivos ilícitos por la siembra de la palma aceitera. A su vez, los miembros de la comunidad obtienen empleos y se disminuye las trazas de CO₂ al lograr la captación de este por medio del cultivo, en la figura 1 podemos ver la producción de palma de aceite a nivel mundial,. (Halder, Pietarinen, Havu-Nuutinen, & Pelkonen, 2010)

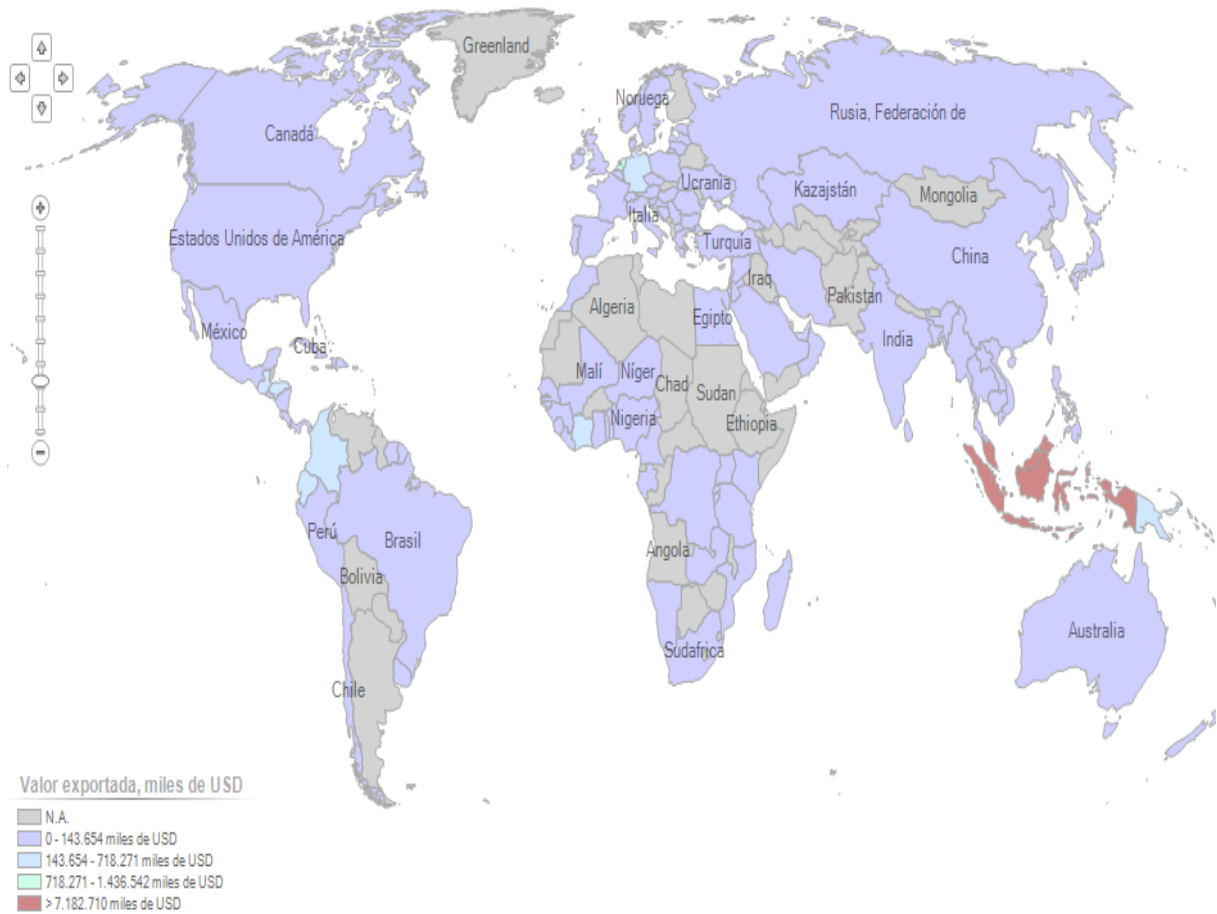


Figura 1 Producción mundial de palma de aceite

Fuente: <http://www.trademap.org>

El uso de la palma aceitera como materia prima para biocombustibles proporciona beneficios ambientales potenciales que probablemente tengan un impacto positivo en las percepciones públicas al hacer que las tierras marginales sean productivas y aumentar la capacidad de captura de carbono de una región. La producción de biodiesel a partir de la palma de aceite también puede reducir las

emisiones de GEI de una región. Otro aspecto positivo de las plantaciones de este cultivo que sustituye zonas marginales agobiadas por la siembra de cultivos ilícitos donde se logra reducir las emisiones de carbono que ocurren cuando se implementa este cultivo en determinada zona. (Pischke, Rouleau, & Halvorsen, 2018).

2.1.1 Producción de palma de aceite

La palma aceitera es un cultivo económicamente importante que garantiza la seguridad alimentaria. Recientemente, se ha convertido en una fuente potencial de energía renovable. En 2015, la producción mundial de palma aceitera llegó a 55,70 millones de toneladas de 17,32 millones de hectáreas de plantaciones. En la tabla 1 podemos ver los principales países productores de palma de aceite.

Tabla 1 Principales países exportadores de palma de aceite en el mundo

Exportadores	Valor exportado (Ton USD)
Indonesia	14365422
Malaysia	9064286
Netherlands	1072009
Papua New Guinea	389581
Guatemala	377839
Germany	357628
Honduras	270150
Colombia	245547
Ecuador	228151

Fuente: <http://www.trademap.org>



El año 2017 marca 100 años de cultivo de palma de aceite en Malasia comercialmente. Después de 100 años, Malasia es el segundo mayor productor de palma aceitera del mundo después de Indonesia, con un área sembrada de palma aceitera de más de 5,74 millones de hectáreas. (Subramaniam & Hashim, 2018)

La producción promedio es de 3.214 t /ha. Debido al crecimiento de la población y el aumento de la demanda de energía, la demanda de aceite de palma está aumentando. La producción mundial de aceite de palma se ha duplicado cada 10 años en las últimas décadas. Para 2020, se espera que la producción llegue a 78 millones de toneladas. (Khatun, Reza, Moniruzzaman, & Yaakob, 2017)

2.1.2 La industria de la palma en Colombia

En Colombia, la promoción de un "nuevo paradigma energético" comenzó en 2001, cuando el gobierno nacional emitió la Ley 693 de 2001 que establece los plazos y requisitos para las mezclas de combustibles oxigenados que se consumen en ciudades de más de 500,000 habitantes. En 2004, la Ley 939 definió las pautas generales para las mezclas de combustible diesel con combustibles vegetales, especialmente aceite de palma. (Castiblanco, Moreno, & Etter, 2015)

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**



Finalmente, el Documento CONPES 3510 (2008) definió las reglas básicas y la dirección de la política nacional para promover la "producción sostenible" de combustibles de origen vegetal en Colombia. (Fajardo, 2009)

Para aumentar la capacidad de producción de biocombustibles, se establecieron zonas libres de impuestos con beneficios para las inversiones en plantas de producción de etanol y biodiesel y se introdujeron mandatos de mezcla para el período 2008-2020. Además, se asignaron recursos significativos para financiar el cultivo de caña de azúcar y aceite de palma para la producción de biocombustibles, canalizados a través de instrumentos como el "incentivo de capitalización rural" (ICR), el Programa de Seguro de Ingresos Agrícolas, el Fondo de Estabilización de Precios para la Producción de Palma) y el desarrollo de programas de asociaciones y el "Modelo Financiero Social" (MF-S) adaptado de Malasia. (O, 2010)

Las plantaciones comerciales de palma aceitera se han desarrollado en Colombia desde hace más de cincuenta años, pero en la última década el área ha aumentado a una tasa anual de más del 8%, alcanzando un área de 452,435 ha en 2012, lo que representa el 14.5% del área de cultivos permanentes y 8.75% de la producción agrícola nacional. (Fedepalma, 2018)



Figura 2 Áreas de producción de palma de aceite en Colombia

Fuente. (Fedepalma, 2018)

Actualmente la palma de aceite se cultiva en 108 municipios de 17 departamentos (Figura 2), formando cuatro zonas productivas: Norte, Centro, Este y Suroeste. Cada uno tiene características variadas relacionadas con el clima, los suelos, la infraestructura y las condiciones socioeconómicas. La región con mayores

proyecciones de expansión de plantaciones es la zona oriental, que actualmente ocupa el primer lugar en términos de participación en la producción de palma aceitera (CPO) con 36.5% en 2012. La zona norte sigue con 35.3% y el Centro y Las zonas sudoeste ocupan el tercer y cuarto lugar con el 27,3% y el 1,1% respectivamente. (Fedepalma, 2018).

2.2 RESINAS

Se entiende por resina cualquiera de las resinas naturales modificadas químicamente o sintéticos polimerizados físicamente similares. Incluye materiales termoplásticos tales como polivinil, poliestireno y polietileno y materiales termorígidos como poliésteres, epóxidos y siliconas que son utilizados con los estabilizadores, pigmentos y otros componentes para formar plásticos (Kobayashi & Müllen, 2015). Los diferentes tipos de resinas que existen se resumen a continuación:

Tabla 2 Tipos de Resinas

Tipo de resina
Fenólicas
Amínicas
Poliésteres
Alquídicas
Policarbonatos
Poliamídicas
Poliamídicas aromáticas
Poliuretánicas
Polietericas
Ámbar
Gomorresinas
Oleorresinas
Lactoresinas

Fuente. (Elliott W.T., 1993)



2.2.1 Resinas Alquídicas

El termino alquídica “alkyd” fue acuñado por Kienle y Ferguson y se deriva de “al” de alcohol y “cid” de ácido; después “cid” fue cambiado por “kyd”. Las resinas alquídicas en un sentido amplio se refieren a poliésteres. Por convención, sin embargo, los poliésteres con instauraciones en la cadena principal no se denominan alquidos, sino que se denominan poliésteres insaturados. (Krister Holmberg, 2005)

Recubrimientos alquídicos modernos desde que fueron descritos por primera vez por Kienle, 80 años atrás, han sido un caballo de batalla en la industria de recubrimientos. El ímpetu principal para el uso de alquidos fue el uso de un subproducto químico poco usado llamado anhídrido ftálico. Estos recubrimientos, debido al muy buen desempeño, sobrevivieron a la feroz competencia de las resinas de polímeros sintéticos que se desarrollaron durante la segunda mitad del siglo XX. (Alkyds for the 21st century, 2012)

Las resinas alquídicas entraron en el comercio hace más de 50 años, e incluso con la amplia gama de otros polímeros para revestimientos que han aparecido en años más recientes, se clasifican como las resinas de revestimiento sintéticas más importantes y todavía constituyen alrededor del 35% de todas las resinas. (LANSON, 1985)

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**



Las resinas alquídicas son los polímeros más ampliamente utilizados para una amplia gama de aplicaciones de pintura y recubrimiento. Se ha informado que los alquidos hiperramificados son resinas prometedoras para el desarrollo de recubrimientos con bajo contenido en COV o no contaminantes. Muestran una viscosidad significativamente menor y una propiedad de secado rápido al aire con durabilidad exterior mejorada en comparación con los alquídicos sólidos de alta resolución convencionales y pueden utilizarse para la producción de pinturas decorativas de alto brillo con bajo contenido de disolvente orgánico y buenas propiedades de aplicación. (Ikladious, Asaad, Emira, & Mansour, 2017)

2.2.2 Producción de resinas alquídicas

El actual sistema de producción global es insostenible debido al enorme aumento en los recursos utilizados y los desechos producidos. Muchos de los recursos del mundo son finitos, y los desechos son subproductos inevitables de la mayoría de las actividades humanas. Los aceites vegetales, fuentes verdes renovables, son materias primas comunes en la industria del recubrimiento orgánico, especialmente para resinas alquídicas. Se estima que alrededor de un millón de toneladas de aceites vegetales se utilizan en recubrimientos de superficie cada año. En la figura 3 podemos observar la producción mundial de resinas alquídicas (Frank D. Gunstone, John L. Harwood, 2007)

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**

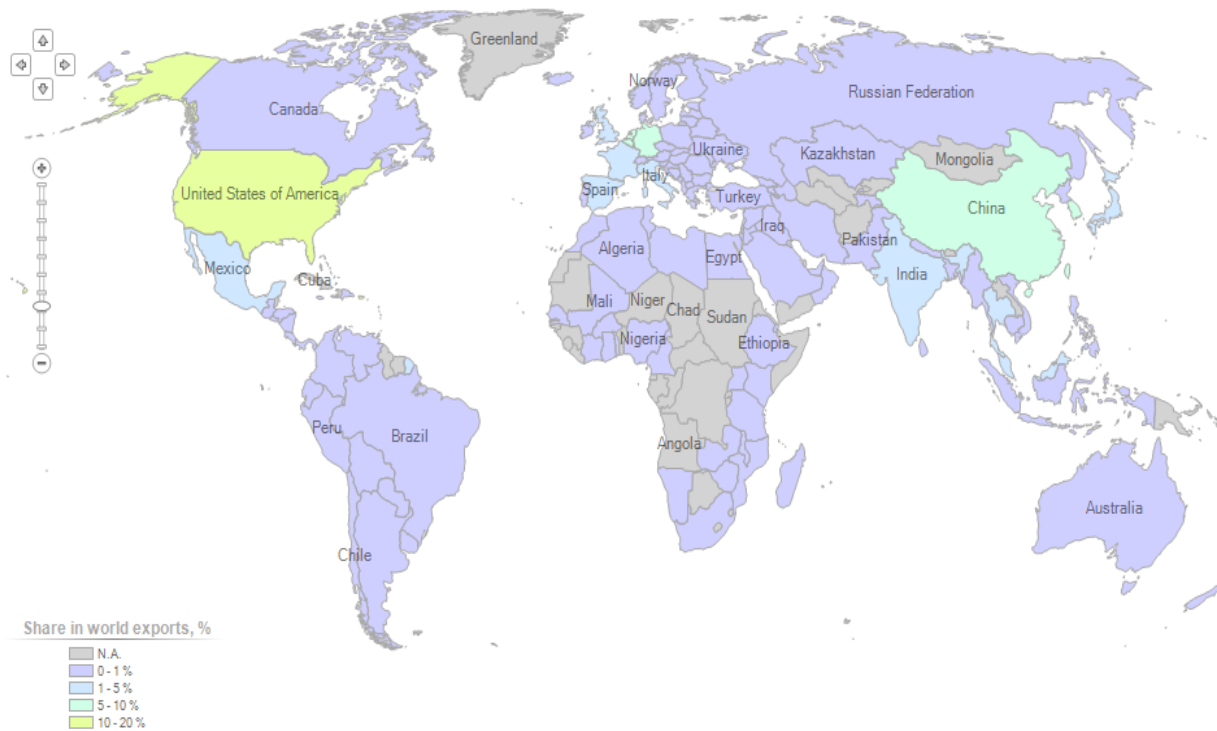


Figura 3 Producción mundial de resinas alquídicas

Fuente: <http://www.trademap.org>

2.3 MATERIALES DE PROCESO

2.3.1 Ácidos Grasos

Un ácido graso debe contener dos o más enlaces dobles si sus ésteres son útiles para aplicaciones de secado al aire. Los aceites de los que se derivan las mezclas de ácidos grasos se clasifican como 'secado' cuando el triglicérido formará una película sin pegajosidad en un tiempo razonable, 'semi-secado' cuando una película delgada se espesa y finalmente se gelifica, y "no se seca" cuando se expone una película fina a la

oxidación no produce efecto de reticulación. Los aceites semihidratantes contienen poco o ningún ácido graso con más de dos enlaces dobles; se usan para producir el color más duradero estable de los “alkyds” secados al aire. (Elliott W.T., 1993)

Los ácidos grasos utilizados en las resinas alquídicas son mezclas de ácidos monobásicos de cadena lineal, que ocurren naturalmente como ésteres de glicerol en aceites vegetales. En la tabla 3 podemos observar los principales ácidos grasos utilizados en la industria actualmente. (Innes & Calder, 2018)

Tabla 3 Principales ácidos grasos presentes en aceites vegetales.

Ácido Graso	Estructura	Peso equivalente
Ácido laurico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$	200
Ácido esterático	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$	284
Ácido oleico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}:\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	282
Ácido linoleico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3(\text{CH}:\text{CH}.\text{CH}_2)_2(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	280
Ácido linolenico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2\text{CH}:\text{CH})_3(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	278
Ácido elaeostearico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3(\text{CH}:\text{CH})_3(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	278
Ácido ricinoleico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CHOH}.\text{CH}_2\text{CH}:\text{CH}.\text{CH}_2(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	297
Ácido versático		

Fuente: (Elliott W.T., 1993)



2.3.2 Polioles

Los monoglicéridos son ésteres parciales del glicerol con ácidos grasos de elevada masa molar que se caracterizan por poseer una fracción hidrofílica y otra lipofílica en su estructura química, que los hace buenos agentes emulsionantes, surfactantes no iónicos, estabilizantes, plastificantes y espesantes. (Yang, Vali), & Ju, 2003)

También se emplean como agentes modificantes en la fabricación de resinas alquídicas, donde son donadores de hidrógeno, y en la producción de polioles para la industria de los poliuretanos. Los monoglicéridos se obtienen principalmente por cuatro procesos: i) transesterificación de triglicéridos o glicerólisis de grasas con glicerol, ii) esterificación directa por reacción del glicerol con ácidos grasos, iii) hidrólisis de los triglicéridos, y iv) transesterificación del glicerol con metil ésteres de ácidos grasos. Otros procesos en menor escala y que permiten la síntesis selectiva de monoglicéridos utilizan rutas a partir de: i) apertura nucleofílica del anillo de glicidol (reacción de glicidol y ácido graso), ii) reacción de cetales y ácido graso, y iii) reacción de glicerol carbonato y ácido graso. En la figura 4 tenemos los principales polioles usados en las resinas alquídicas (Yepes PÃ©rez, Correa LondoÃ±o, & Mora MartÃ­nez, 2016)

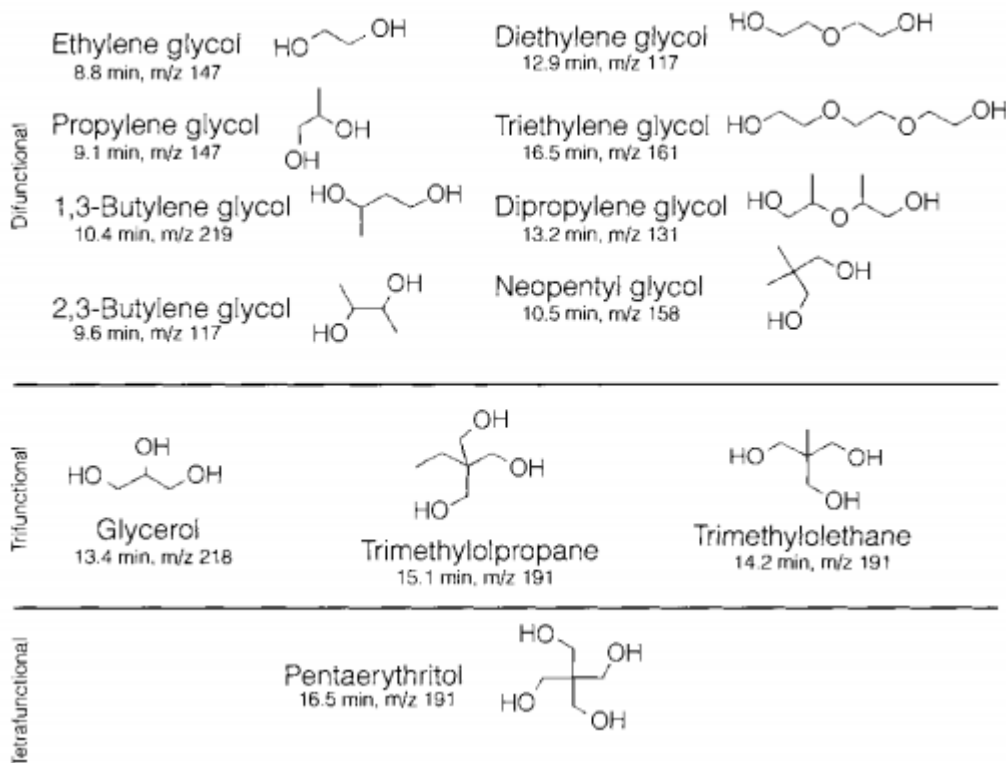


Figura 4 Principales polioles usados en resinas alquídicas

Fuente: (Learner, Patricia Smithen, Krueger, & R. Schilling, 2006)

2.3.3 Ácidos polibásicos

Aunque se ha utilizado una amplia gama de ingredientes clave por formuladores alquídicos en varias pinturas comerciales en realidad solo unos pocos ingredientes son comunes a los colores de los tubos alquídicos de la mayoría de los artistas y a la casa alquídica pinturas.



El ácido polibásico más comúnmente utilizado es el ácido ftálico anhídrido. Aunque es un anhídrido de ácido, reacciona como el ácido ortoftálico di-funcional. Glicerol y pentaeritritol son los alcoholes poli-hídricos usados más frecuentemente; ellos poseen tres y cuatro grupos funcionales de alcohol, respectivamente. En cuanto a los aceites que son compatibles con formulaciones alkyd, la selección es bastante amplia y no está limitada únicamente a los aceites de secado convencionales, porque la funcionalidad de los polioles mejora el desarrollo de altamente cadenas de polímeros ramificados independientemente de la susceptibilidad de los ácidos grasos aportados por el aceite a la auto-oxidación. Así, dependiendo de las propiedades de trabajo deseables, formulaciones alquídicas incorporar rutinariamente secado, semi-secado y aceites no secantes Los aceites típicos en alquídicos de secado incluyen ricino, linaza, soja, cártamo y tung (Learner, Patricia Smithen, Krueger, & R. Schilling, 2006).

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**

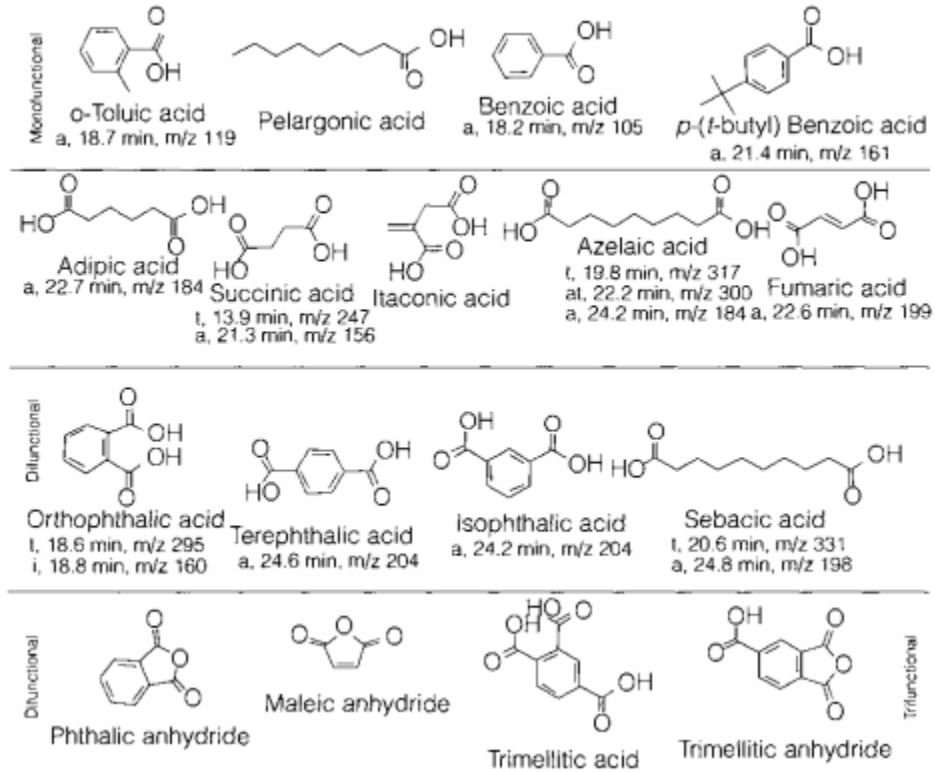


Figura 5 Principales ácidos polibásicos formulados en resinas alquídicas

Fuente: (Lerner, Patricia Smithen, Krueger, & R. Schilling, 2006)

2.4 SÍNTESIS DE RESINAS ALQUÍDICAS

2.4.1 Reacciones de esterificación

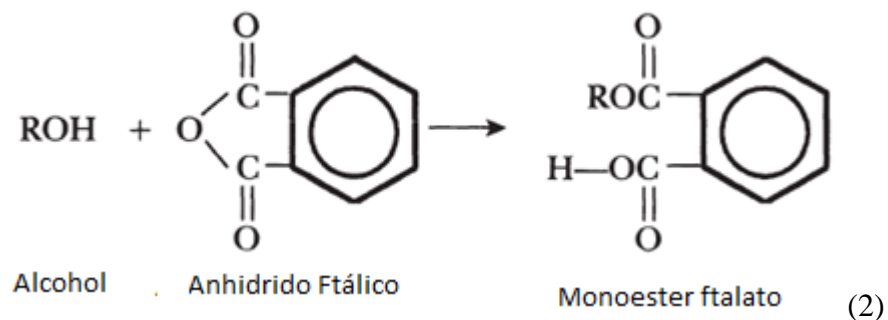
Cuando un alcohol reacciona con un ácido orgánico, se forma un éster y agua.



Fuente: (Elliott W.T., 1993)

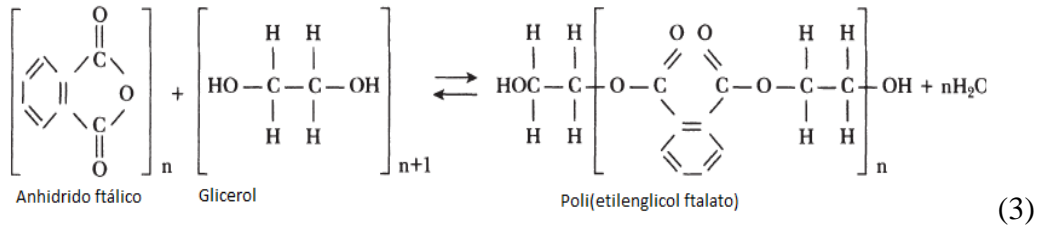
R=Grupo orgánico; R'=Grupo orgánico diferente

La reacción es reversible, y el agua debe eliminarse para la formación de éster a proceder. Como muestra la ecuación 2, la reacción tiene lugar entre el grupo hidroxilo del alcohol y el grupo carboxilo del ácido. Estos son los grupos funcionales en la reacción de esterificación. Los ésteres también se forman cuando los alcoholes reaccionan con anhídridos de ácido. Esta reacción da como resultado formación de un éster sin la formación de agua. (Elliott W.T., 1993).



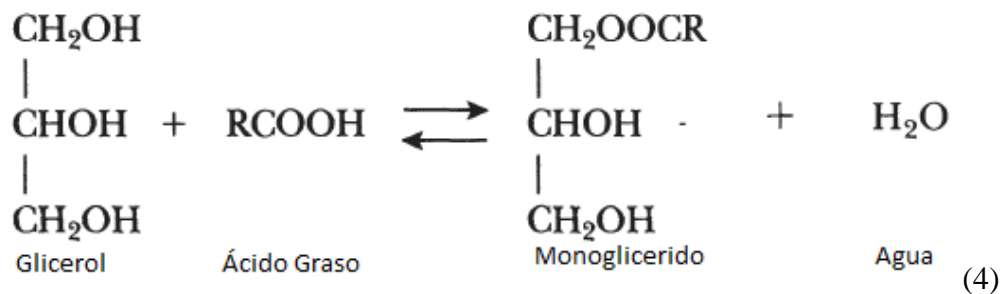
Fuente: (Elliott W.T., 1993)

El anhídrido ftálico es un componente en la mayoría de las resinas alquídicas. Su anillo de anhídrido se abre para formar un monoéster a aproximadamente 160 °C. El grupo ácido restante en el monoéster de ftalato comienza a reaccionar a aproximadamente 180 °C. Si el anhídrido ftálico (un ácido difuncional) reacciona con una molécula de alcohol con dos grupos hidroxilo (un alcohol difuncional), se forma un poliéster lineal.



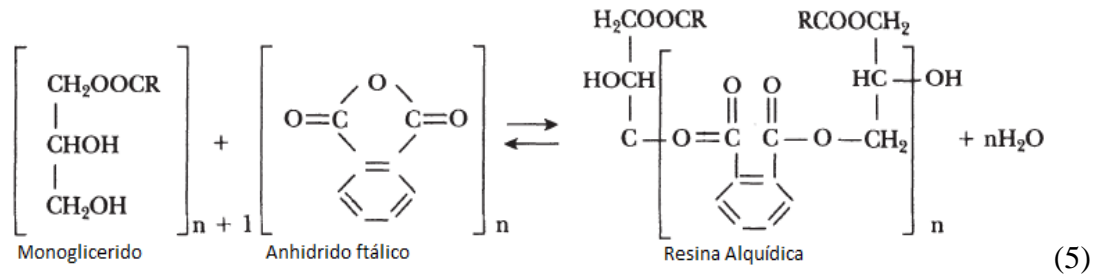
Fuente: (Elliott W.T., 1993)

Debido a que hay $n + 1$ moles de etilenglicol y n moles de anhídrido ftálico, la molécula de polietilenglicol ftalato está terminada por grupos hidroxilo. Su promedio el peso molecular también está determinado por la relación molar entre los componentes. Si una molécula de glicerol reacciona con una molécula de un ácido monobásico (graso), una se forma monoglicérido, conceptualmente se muestra de la siguiente manera: Si el etilenglicol en la ecuación (2) es reemplazado por el monoglicérido.



Fuente: (Elliott W.T., 1993)

El resultado obtenido sería:



Fuente: (Elliott W.T., 1993)

El resultado es el llamado 'alquídico teórico'. Por desgracia, esta fórmula idealizada muestra un orden que no está presente en una resina alquídica real, que contendrá moléculas con una diversidad de pesos moleculares, formas y composiciones diferentes. Sin embargo, debido a que la funcionalidad media efectiva de los reactivos es 2, al menos en teoría, se produce una resina no gelificante. Poniendo esto de manera más formal:

$$\text{Functionality}_{AV} = \frac{\text{Número total de grupos reaccionantes}}{\text{Número total de moléculas}} \quad (6)$$

Fuente: (Elliott W.T., 1993)

Cuando $\text{Functionality}_{AV} < 2$, las proporciones de la mezcla teóricamente no deberían dar lugar a un gel. Como en la ecuación 3, el peso molecular medio del polímero se controla por la relación entre el ácido bifuncional y los componentes

bifuncionales del alcohol. El examen de la fórmula estructural idealizada muestra que la molécula de resina es terminada por grupos hidroxilo que están presentes en "exceso" sobre el número de grupos ácidos. Estos grupos hidroxilo en exceso no pueden reaccionar porque no hay suficientes grupos ácidos presentes. Por tanto, la fórmula anterior se puede reescribir (para el caso en el que los grupos OH están en exceso).

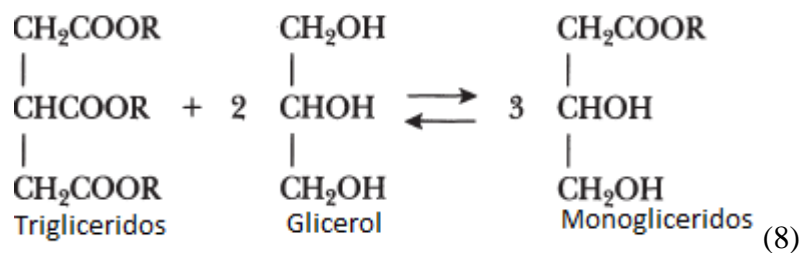
$$Functionality_{AV} = \frac{2 * \text{Número de grupos ácidos}}{\text{Número total de moléculas}} \quad (7)$$

Fuente: (Elliott W.T., 1993)

Este concepto de funcionalidad media es una base sobre la cual se puede basar un enfoque práctico para formular procedimientos de obtención de resinas no gelificantes. Como se mencionó anteriormente, las reacciones de esterificación, como se muestra en las reacciones 1, 3, 4 y 5 son reversibles. Es útil considerar los reactivos y productos de reacción (en un sistema cerrado a temperaturas superiores a 180 °C) como existentes en una forma de equilibrio dinámico en el que los grupos éster continuamente forman y se separan sin cambiar la concentración total de agua, alcohol, ácido o grupo éster. Un proceso similar se observa cuando un éster se calienta con cualquiera de los componentes de la reacción de esterificación (Elliott W.T., 1993)

2.3.4.2 Alcohólisis

Cuando un éster se calienta con un alcohol, se lleva a cabo alcohólisis. El plomo, calcio y metales alcalinos en forma de óxidos, hidróxidos o jabones metálicos se utilizan como catalizadores.



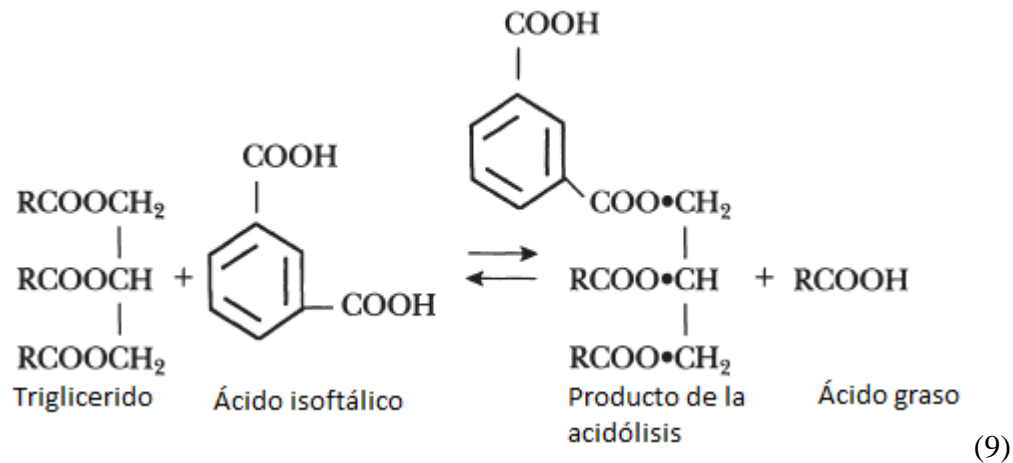
Fuente: (Kobayashi & Müllen, 2015)

La ecuación (8) es un resultado idealizado. De hecho, se forma una mezcla en equilibrio que contiene triglicérido, diglicérido, monoglicérido y glicerina, de los cuales el componente principal es el monoglicérido alfa. Es posible determinar la cantidad de monoglicérido formado durante la reacción de alcohólisis. Sin embargo, en la producción práctica para resinas alquídica el punto final se toma generalmente como el punto en el que se alcanza la solubilidad en alcohol. En caso de duda un ensayo de esterificación con anhídrido ftálico puede llevarse a cabo. Si el resultado de calentar una cantidad de anhídrido ftálico y el producto de la alcohólisis a 240°C es una píldora granulada clara no grumosa, se dice que el equilibrio se ha alcanzado. Los productos

de la alcoholólisis se utilizan como una fuente económica de ácidos grasos en resinas alquídicas (Elliott W.T., 1993).

2.3.4.3 Ácidolis

Cuando un éster se calienta con un ácido, se produce la acidólisis.

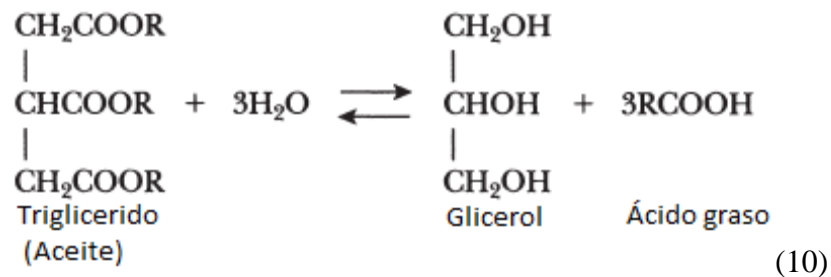


Fuente: (Elliott W.T., 1993)

El punto final de la acidólisis por lo general se toma como el punto en el que la mezcla de la acidólisis es una mezcla clara y caliente. Al igual que con la alcoholólisis, el producto es una mezcla aleatoria. La acidólisis se utiliza con frecuencia como un medio de ácidos rápido que incorporan una baja solubilidad tales como ácido isoftálico, en resinas alquídicas (Elliott W.T., 1993).

2.3.4.4 Hidrólisis

Cuando un éster se calienta en un sistema sellado con agua, el éster se hidroliza. Las trazas de ácido mineral o metales alcalinos se pueden usar como catalizador, pero se prefieren las reacciones no catalizadas ya que de ellas se obtienen productos más puros (Elliott W.T., 1993).

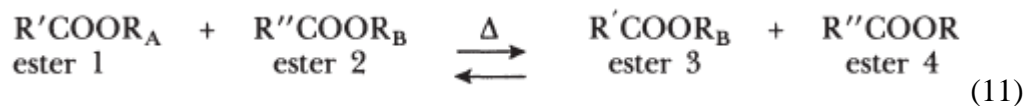


Fuente: (Elliott W.T., 1993)

Este proceso se utiliza en la producción comercial de ácidos grasos y glicerol.

2.3.4.5 Transesterificación

Cuando dos ésteres se calientan, se someten a transesterificación. La transesterificación no puede evitarse durante el proceso alquídico, pero la tasa se cree que es más lenta que la alcoholólisis, acidólisis o hidrólisis.



3. METODOLOGÍA

3.1 MATERIALES Y EQUIPOS

Se utilizaron los siguientes reactivos aceite de palma tratado, los demás reactivos utilizados en el proceso de producción, caracterización y determinación para la síntesis de la resina alquídica. se muestran en la tabla 4.

Tabla 4. Reactivos utilizados para la síntesis y caracterización de la resina alquídica

Reactivo	Marca	Reactivo	Marca
Anhídrido Ftálico	Alfa Usa	Anhídrido Maleíco	Chemi
Hidróxido de Sodio	Chemi	Glicerol	Panreac
Fenolftaleína	Chemi	Tolueno	Chemi
Etanol 99.5%	Chemi	Yoduro de potasio	Panreac
Hidróxido de potasio	Chemi	Benceno	Panreac
Etilenglicol	Panreac	Ácido clorhídrico	Panreac
Metanol 99.8%	Panreac	Sulfato de Sodio	Panreac
Isopropanol	Chemi	Hidróxido de Potasio	Chemi
Xileno	Chemi		

Fuente: Autor

Para la ejecución de la síntesis y el análisis de las materias primas obtenidas se utilizaron los equipos mostrados en la tabla 5.

Tabla 5 Equipos

Equipo	Marca
Balanza Analítica	Adventer OHAUS AR140
Plancha de calentamiento con agitación magnética	Boeco MSH-300N
Analizador Termogravimétrico	SDT Q600
Analizador infrarrojo	SDT Q600
RMN	Bruker-400 MHz Advance III
Reología	Brookfield DV-III
Cromatografía de gases con detector de ionización en llama (GC/D)	(GC) AT 689ON

Fuente: Autor

3.2 CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE DE PALMA

Todas las pruebas de caracterización relacionadas a continuación se realizaron por triplicado minimizando las posibles fuentes de error para garantizar la reproducibilidad.

Este punto tiene como objetivo establecer las propiedades físico-químicas del aceite; principalmente aquellas necesarias en la formulación y que implican el estudio del proceso de síntesis de la resina. Básicamente se miden cuatro parámetros principales, Gravedad específica (densidad), Acidez, Índice de saponificación y finalmente el Índice de yodo.

3.2.1 Densidad

Este parámetro se determinó siguiendo la norma ASTM D 5355 – 95 (anexo A). (ASTM International, ASTM D5355-95 Standard Test Method for Specific Gravity of Oils and Liquid Fats, 2017)

3.2.2 Índice de acidez

Aplicando la norma TP-TM-001C - Lubrizol. El volumen de KOH se registró para calcular el índice de acidez (anexo B).

3.2.3 Índice de saponificación

La medición del índice de saponificación se llevó a cabo siguiendo la norma D 1962 – 85 (anexo C). (ASTM International, 2004)

También es posible calcular el valor de éster con la ecuación 3.1 y el peso molecular del aceite con la ecuación 3.2.

$$EV = P - AV \quad \text{Ecuación 3.1}$$

EV = valor de éster, mg KOH/g

P = Índice de saponificación, mg KOH/g

AV = Índice de acidez, mg KOH/g

$$PM = \frac{168316.8 \frac{mg \text{ KOH}}{mol}}{P} \quad \text{Ecuación 3.2}$$



Donde:

PM = peso molecular, g/mol

P = Índice de saponificación, mg KOH/g

3.2.4 Índice de yodo

El índice de yodo de los aceites de palma fue determinado a través de la norma TP-TM-005C Lubrizol (anexo D).

3.2.5 Cromatografía y Espectrometría de masas (Perfil de ácidos grasos)

El perfil de ácidos grasos revela cual es el aceite que está predominado cuales son los componentes de valores altos. Lo que aportara una idea de cuál sería la verdadera utilidad del aceite. Nos brindara información de la saturación del aceite y es o no indicado para la fabricación de la resina o para uso de fabricación de jabón y otros productos para el cuidado personal. (Uzoh, Obodo, & Onukwuli, 2018).

El análisis cromatográfico de la muestra se realizó en un cromatógrafo de gases (GC) AT 6890N, con detector de ionización de llama (FID). La columna empleada en el análisis fue DB-23 (J & W scientific, Folsom, CA, EEUU) [50%-cianopropil-poli(metilsiloxano), 60 m x 0.25 mm x 0.25 micrómetros]- La inyección se realizó en modo Splits (50:1) (V_{iny} : 2 micro litros)

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**



3.2.6 Reactor para síntesis de las resinas

La síntesis se realiza en un reactor de vidrio tipo Batch con capacidad de 120 ml, equipado con un agitador de paletas de teflón, accionado por un motor de velocidad variable, el cual permite mantener los reactivos en constante agitación durante el tiempo de operación; además posee manta de calentamiento térmico del mismo aceite de palma, que extrae la energía de resistencias térmicas acopladas al exterior de la manta metálica, lo cual permite lograr un rango de temperatura acorde a los recomendados en la literatura para el proceso. El control de la temperatura se logra por un controlador On/Off que acciona un actuador el cual permite el calentamiento de las resistencias térmicas.

Durante la etapa de alcoholisis el reactor está equipado con un serpentín de reflujo de vidrio, trabajando a reflujo total, que utiliza agua como líquido refrigerante. En la etapa de poliesterificación se acopla al reactor, un refrigerante recto de tubos concéntricos, para condensar el agua y el xileno para recirculación al reactor. (Maldonado Villamizar, 2015)

A continuación, se muestra el reactor de pruebas con cada una de sus partes perfectamente señaladas

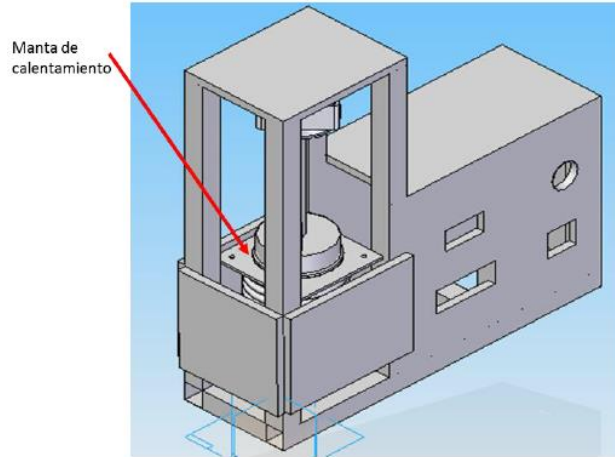


Ilustración 1 Reactor de pruebas, vista isométrica

Fuente: (Maldonado Villamizar, 2015)

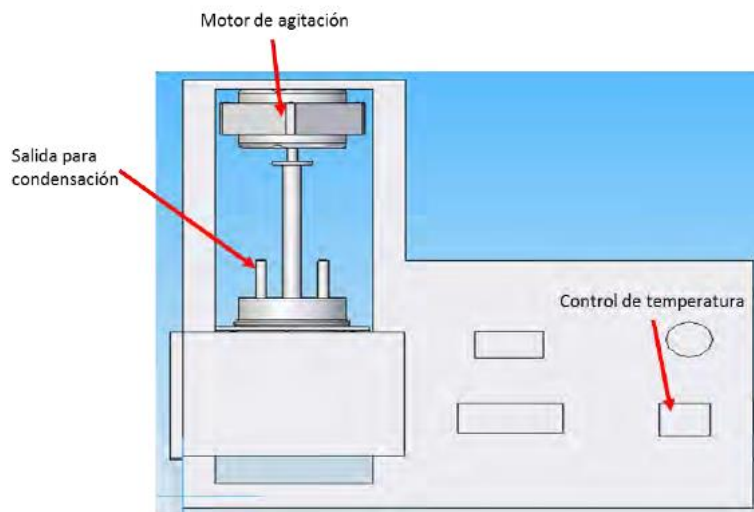


Ilustración 2 Reactor de pruebas, vista frontal

Fuente: (Maldonado Villamizar, 2015)

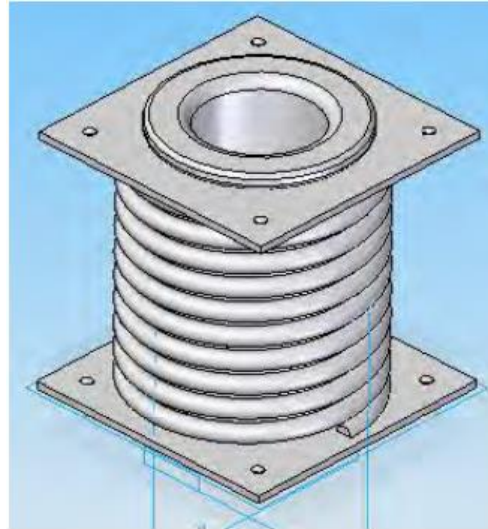


Ilustración 3Manta de calentamiento para el reactor

Fuente: (Maldonado Villamizar, 2015)



Ilustración 4 Reactor de pruebas en vidrio borosilicato, con agitador

Fuente: (Rangel Calderón, 2016)

3.2.7 Tratamiento del aceite

El proceso tratamiento para el aceite de palma se realizó en dos etapas, neutralización del aceite de palma crudo y deshidratación del aceite neutralizado.

(Uzoh, Onukwuli, Odera, & Ofochebe, 2013)

3.2.8 Neutralización de aceite de palma crudo.

El aceite de palma se calentó hasta 60°C, se adicionó suficiente solución de NaOH 2N para neutralizar el ácido graso libre hasta un pH de 7.0, manteniendo agitación constante; la reacción en este proceso viene dada por la siguiente ecuación:



3.2.9 Deshidratación del aceite neutralizado

El aceite neutralizado se calentó hasta 90 °C con agitación constante y bajo una presión de vacío de 15 psi. Con estas condiciones la humedad del aceite se evapora y el aceite por lo tanto se vuelve seco. La deshidratación del aceite se realiza al vacío para evitar un deterioro de la muestra debido al oxígeno. El aceite deshidratado se pesa para calcular la pérdida de aceite. (Uzoh, Onukwuli, Odera, & Ofochebe, 2013)

3.3 FORMULACIÓN Y SÍNTESIS DE RESINA ALQUÍDICA

Inicialmente el proceso de formulación de las resinas alquídicas comprende la selección de los componentes base:

- Aceite de palma tratado.
- Polioliol, etilenglicol.
- Ácido polibásico, anhídrido ftálico y anhídrido ftálico.
- Catalizador, hidróxido de sodio NaOH.
- Solvente, Xileno.

Teniendo en cuenta los estudios realizados por Maldonado & Rangel y las recomendaciones hechas, se tomó en cuenta la formulación establecida con el uso de etilenglicol, debido a su tiempo de reacción y propiedades fisicoquímicas. (Maldonado 2015) y la adición del anhídrido maleico. La formulación es mostrada en la tabla 6.

Tabla 6 Formulación de las distintas resinas

Resina	Aceite	Glicerol	Etilenglicol	Anhídrido ftálico	Anhídrido Maleico
A (2/1)	50.2009	16.4117	7.1561	18.8302	6.2697
B (1/1)	50.0764	16.8653	7.1419	12.5391	12.5091
C (1/2)	50.1496	16.8985	7.1148	6.2649	18.8155

Fuente: Autor

Los valores presentados en la tabla 6 están reportados en porcentaje en masa.

3.3.1 Condiciones de operación.

Se prepararon tres resinas alquídicas en función de los polioles glicerol y etilenglicol, aceite deshidratado, anhídrido ftálico y anhídrido maleico; usando NaOH como catalizador y xileno como reactivo de extracción. La preparación se realiza en un reactor tipo batch agitado, equipado con una termocupla, baño de aceite térmico y condensador. En la síntesis de la resina alquídica, se involucran dos etapas, la alcoholisis del aceite deshidratado y la esterificación de los monoglicéridos.

3.3.2 Alcohólisis de aceite deshidratado

En esta etapa, los monoglicéridos fueron sintetizados por reacción del aceite con el glicerol. La alcohólisis de aceite se inició cargando al aceite al reactor y calentando hasta 140 °C, a esta temperatura, se introdujo el glicerol y el catalizador (NaOH, 0,3% peso), y se continuo el calentamiento hasta 235 ± 5 °C, manteniendo agitación constante de 400 rpm. La reacción se llevó a cabo hasta que una muestra de la mezcla reaccionante fue completamente soluble en metanol anhidro en una relación 1:3 volumen respectivamente, muestreando cada 30 minutos. Después de finalizada la alcohólisis, la mezcla de se enfrió a 140°C antes de comenzar la poliesterificación. (Uzoh, Onukwuli, Odera, & Ofochebe, 2013)

3.3.3 Poliesterificación de monoglicéridos

Luego del enfriamiento hasta 140 °C, se procede a mezclar con el monoglicérido, la mezcla de anhídridos ftálico/maleíco y una cantidad menor de 8% de polioliol. La temperatura de la mezcla se aumentó lentamente hasta alcanzar los 235 ± 5 °C (Uzoh, Obodo, & Onukwuli, 2018), manteniendo la agitación constante en 400 rpm. El progreso de la reacción se monitoreó mediante la determinación periódica del valor ácido de la mezcla reaccionante. En el proceso de la reacción, la eliminación del agua de la mezcla se facilitó mediante la extracción con xileno. El vapor mixto generado se condensa y se separó aprovechando la diferencia de densidades,

descartando el agua y recirculando el xileno al reactor en lapsos de tiempo no mayor a 10 min. El xileno fue elegido por su punto de ebullición e insolubilidad en agua. (Uzoh, Onukwuli, Odera, & Ofochebe, 2013)

Tabla 7 Determinación y toma de muestra para el cálculo de valor ácido de las distintas resinas alquídicas

Resina A		Resina B		Resina C	
Tiempo, min	(Volumen KOH mL)	Tiempo, min	(Volumen KOH mL)	Tiempo, min	(Volumen KOH mL)
0	12	0	10,5	0	7
3	11,3	3	9,2	3	3,5
6	10,2	6	6	6	4,2
9	9,5	9	4	9	11,2
12	5,8	12	2	12	6
15	4,7	15	1,7	15	2,2
18	4	18	2,2	18	1,9
21	3,9	21	1,1	21	0,8
30	1,8	30	0,4	30	0,2
50	1,1	50	0,1	NA	-
80	0,3	NA	-	NA	-
NA	-	NA	-	NA	-

Fuente: Autor

3.4 CARACTERIZACIÓN DE LAS RESINAS OBTENIDAS

El proceso de caracterización de las resinas alquídicas fue realizado mediante la norma ASTM D2689-88 y comprende el estudio de propiedades físico-químicas como viscosidad, densidad, valor ácido y contenido de no volátiles.

Además, se llevaron a cabo análisis por técnicas instrumentales como Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier (FT-IR), Análisis



Termogravimétrico (TGA), Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), Reología y Resonancia magnética Nuclear (RMN) para obtener espectros que permitan determinar la estructura química del compuesto, la estabilidad térmica.

A continuación, se relaciona las normas de cada uno de los ensayos de caracterización realizados a la resina.

3.4.1 Viscosidad

A través de la norma ASTM D1545-13 (anexo E) y el ensayo de Reología. (ASTM International, 2017)

3.4.2 Densidad

Teniendo en cuenta la norma ASTM D1475-13 (anexo F). (ASTM International, 2013)

3.4.3 Valor ácido

Siguiendo la norma ASTM D 1639-90 (anexo G). (ASTM International, 1996)

3.4.4 Contenido de no volátiles

A través de ensayo se determina la fracción de un barniz que no es volátil a la temperatura de la prueba mientras que los disolventes volátiles son expulsados. Este método de ensayo es aplicable a barnices y son útiles para los productores y usuarios en la determinación de contenido no volátil y en ocasiones son una medida apropiada

de la formación de películas de materia en el barniz; basado en la norma ASTM D1644-01; método A (anexo H). (ASTM International, 2017)

3.4.5 Análisis Termogravimétrico (TGA)

La característica fundamental del TGA, es que sólo permite detectar procesos en los que se produce una variación de peso; es el caso de descomposiciones, sublimaciones, reducción, desorción, absorción, etc. Y no permite estudiar procesos como fusiones, transiciones de fase, etc. (Cardeño, Rios, Cardona, & Ocampo, 2013)

3.4.6 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FT-IR)

El FT-IR se basa en la posibilidad que tienen las moléculas de rotar y vibrar a distintas frecuencias (modos normales vibraciones). Se puede decir entonces, que en un espectro infrarrojo se pueden manifestar bandas asociadas a prácticamente todos los compuestos moleculares; cada una de estas bandas correspondería a un movimiento de vibración de uno de los enlaces dentro de la molécula y constituye la huella dactilar del compuesto (Cardeño, Rios, Cardona, & Ocampo, 2013)

3.4.7 Resonancia Magnética Nuclear (RMN)

Las técnicas de RMN son herramientas efectivas para identificar estructuras complicadas y especialmente para la interpretación de cambios químicos superpuestos. La frecuencia de resonancia de un núcleo está relacionada con la de sus vecinos, lo que

puede conducir a determinar la conectividad dentro de las moléculas. Esta técnica también nos ayuda a saber qué tipo de enlaces están presentes en cada una de las moléculas sintetizadas. (Brar, Goyal, & Hooda, 2009)

La resonancia magnética nuclear (RMN) es una técnica muy versátil tanto en la metodología como en el tipo de información que puede ser obtenido. Los experimentos de RMN se realizan en núcleos activos en RMN tales como ^1H y ^{13}C . Esto permite estudiar componentes orgánicos e inorgánicos en materiales sin la necesidad de separarlos físicamente. (Bernard, Salameh, Moussa, B. Demirci, & Miele, 2015). Se tomó una muestra de las resinas A $(2/1)$ y B $(1/1)$ de 46 mg y se disolvieron en 600 ml de cloroformo deuterado (CDCl_3), se transfirió a un tubo de resonancia de 5 mm utilizando una secuencia de puntos ZGPG30 y un numero de datos Nspan de 2048.

3.4.8 Reología

La reometría es una técnica que mide cómo fluyen, se deforman y se fracturan los materiales, proporciona información cuantitativa sobre las propiedades mecánicas de los fluidos que pueden usarse para indicar texturas sensoriales y viscosidad. (Domínguez, 2018). La reología funcional describe la deformación de una interfaz, las fuerzas ejercidas sobre ella y los flujos resultantes en las fases adyacentes del fluido. (Krägel & Derkatch, 2010)

Para el análisis reológico se tomó una muestra de la resina A _(2/1) y se sometió al análisis de viscosidad, para ello se tomaron 10 mL de la muestra y se procedió a realizar la medición a las temperaturas de 25, 60 y 150°C respectivamente. Para la medición se utilizó un reómetro Brookfield DV-III (ver figura 6) con una aguja de referencia SC-34 (ver figura 7). El método para la determinación del comportamiento del fluido parte con una velocidad inicial 10 rpm y se establece una rampa con incrementos de 10 rpm cada 15 segundos hasta 150 rpm.



Figura 6 Viscosímetro

Fuente: Autor



Figura 7 Aguja SC34

Fuente: Autor

Se determinaron datos de velocidad de corte (s^{-1}), esfuerzo cortante (dinas), porcentaje de torque aplicado (%), Dinas), viscosidad (cP) y velocidad (rpm), estos ensayos muestran como es el comportamiento de la viscosidad con la temperatura dependiendo de la fuerza ejercida por el reómetro.

Según Chhabra en su libro plantea una metodología para clasificar los diferentes materiales y el tipo de fluido, la metodología se muestra en la figura 8.

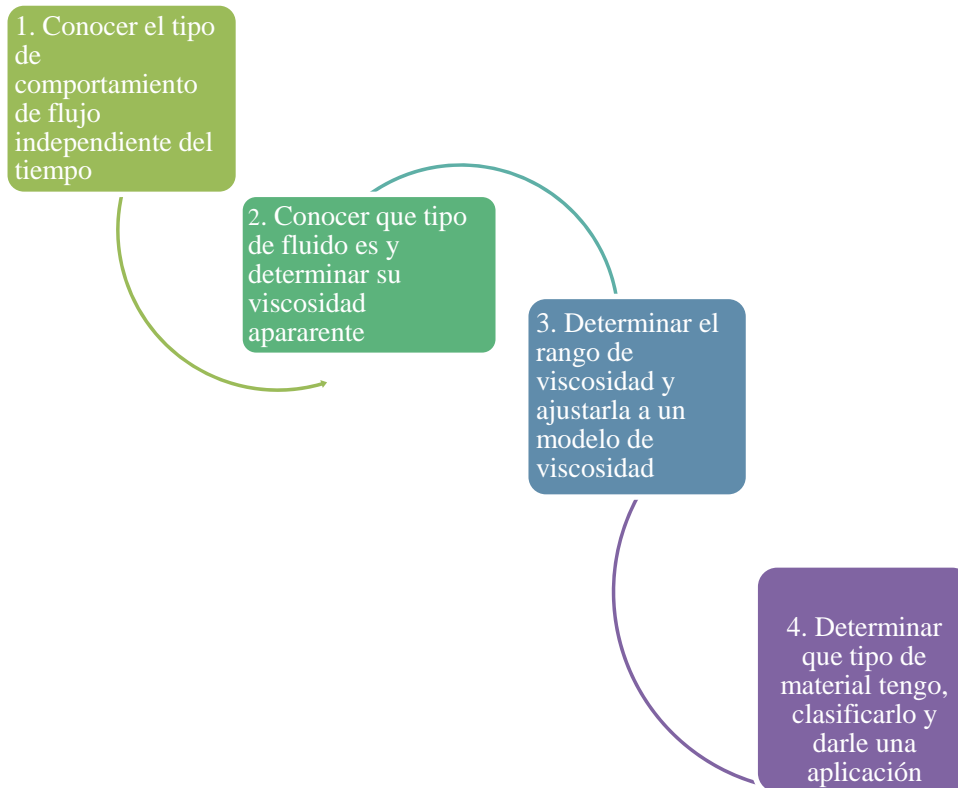


Figura 8 Metodología para clasificar los diferentes materiales y el tipo de fluido

Fuente: Autor

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1 CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE DE PALMA

El aceite de palma crudo se calentó en un baño térmico para facilitar su manejo ya que la viscosidad es muy alta a temperatura ambiente. En la caracterización se midió el índice de acidez, la densidad, el índice de saponificación y el índice de yodo. Los datos obtenidos se reportan en la tabla 8.

Tabla 8 Caracterización del aceite de palma

Prueba	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3
Índice de acidez (mg de KOH/g)	3.5228	3.4985	3.5649
Densidad (g/mL)	0.92033	0.92269	0.92136
Índice de yodo (g/100 g de aceite)	65.4968	64.9876	65.5502
Índice de saponificación. (mg KOH/g de aceite)	217.6446	216.9428	217.5896

Fuente: Autor

4.1.1 Índice de acidez del aceite

El valor ácido del aceite fue de 3.52 mg de KOH/g. El valor ácido del aceite aumenta la funcionalidad del sistema de reacción de las resinas alquídicas y puede

conducir a la formación de estructuras poliméricas. (Nosal, Nowicki, Warzała, Semeniuk, & Sabura, 2016)



Figura 9 Índice de acidez de aceite de palma

Fuente: Autor

4.1.2 Índice de saponificación del aceite

Durante el proceso de neutralización del aceite con NaOH y NaCl; se observó la formación de jabones, el rendimiento de esta reacción fue aproximadamente del 41.6% en masa de aceite puro.



Figura 10 Producción de jabón

Fuente: Autor

Para la medición del índice de saponificación se utilizó un montaje como el de la figura 9 Este proceso garantiza que solo se ingresaran ácidos grasos en la alcoholísis ya que todas las impurezas se extraen con el jabón generado.



Figura 11 Índice de saponificación

Fuente: Autor

4.1.3 Índice de yodo del aceite

El índice de yodo determina el número de insaturaciones que tienen los triglicéridos del aceite y nos brinda los requisitos que debe tener el aceite como materia prima. El alto contenido de insaturaciones nos proporciona un aceite con un alto rendimiento en la reacción durante la alcoholólisis.

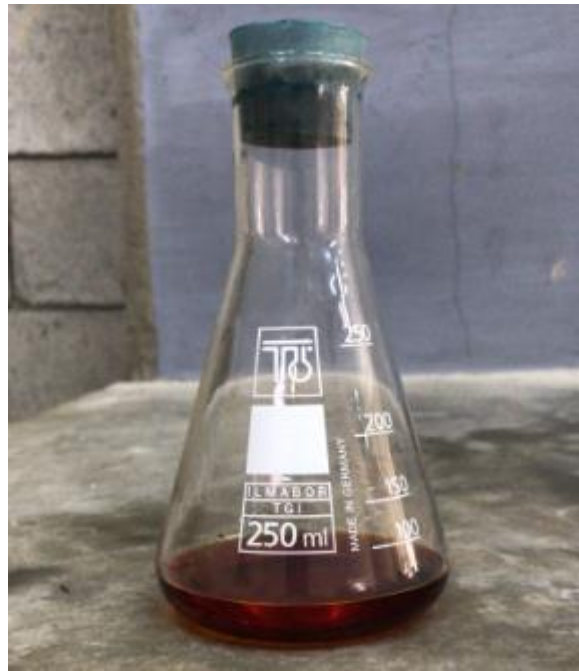


Figura 12 Índice de Yodo

Fuente: Autor

4.1.4 Densidad del aceite de palma

La densidad del aceite se realizó en un baño térmico a 25 °C siguiendo la norma ASTM D5355–95 de determinación de densidad en aceites, encontrando una densidad de 0.92146 g/cm³. El valor de densidad está en el rango de densidades propuesto en la revisión de Dumont donde se comparan las propiedades fisicoquímicas de la mayoría de plantaciones aceiteras del mundo (Mba, Dumont, & Ngadi, 2015).



Figura 13Densidad del aceite de palma

Fuente: Autor

4.2 FORMULACIÓN Y SÍNTESIS DE LA RESINA ALQUÍDICA

De acuerdo con el análisis hecho de cromatografía de gases con detector de ionización en llama (GC/D) se establece que el ácido palmítico y el oleico son los de mayor proporción y reacciona en mayor parte para la formación de los monoglicéridos, por consiguiente, la formulación está basada en este ácido graso. (Ver tabla 9)

Tabla 9 Contenido de ácidos grasos del aceite de palma

Ácido Graso	Cantidad relativa del ácido graso medida en forma del metiléster, %		
	988411-01-AF		
	1era Medición	2da Medición	Promedio
Caprilico (C8:0)	<0,1	<0,1	<0,1
Cáprico (C10:0)	<0,1	<0,1	<0,1
Láurico (C12:0)	0,2	0,2	0,2
Mirístico (C14:0)	1	1,1	1
Pentadecanoico (C15:0)	<0,1	<0,1	<0,1
Palmítico (C16:0)	40,5	40,8	40,6
Palmitoleico (C16:1)	0,2	0,2	0,2
Heptadecanoico (C17:0)	0,1	0,1	0,1
Esteárico (C18:0)	4,2	4,2	4,2
Oleico (C18:1n9c)	40,7	40,5	40,6
Linoléico (C18:2n6c)	11,0	11,0	11,0
Linoléico (C18:3n3)	0,3	0,3	0,3
Araquídico (C20:0)	0,4	0,4	0,4
Eicosenoico (C20:1n9)	0,2	0,1	0,1
Heneicosanoico (C21:0)	<0,1	<0,2	<0,3
Behénico (C22:0)	0,1	0,1	0,1
Tricosanoico (C23:0)	<0,1	<0,1	<0,1
Lignocérico (C24:0)	0,1	0,1	0,1

Fuente: Autor

En la tabla 10 se reportan las cantidades relativas (%) de ácidos grasos saturados, insaturados y trans presentes en el aceite de palma.

Tabla 10 Cantidades relativas del ácido graso

Ácido Graso	Cantidad relativa del ácido graso medida en forma del metiléster, %
	988411-01-AF
	Aceite de Palma Crudo
Saturados	46,9
Insaturados	52,2
Trans	---
Total	99,1

Fuente: Autor

A partir de los datos mostrados en la tabla 10 se establece que el aceite de palma tiene una cantidad significativa de ácidos grasos insaturados y que reaccionara en mayor parte para la formación de los monoglicéridos. La mayor cantidad de insaturaciones en las cadenas de ácidos grasos de este aceite es responsable de sus propiedades de curado, por tanto, la resina tendrá óptimas condiciones para el secado.

4.2.1 Condiciones de operación

Las condiciones de operación siguieron las pautas establecidas por el trabajo de Uzoh y colaboradores, donde propuso rangos de optimización de las variables de operación, como tiempo, temperatura y cantidad de catalizador (Uzoh, Onukwuli, Odera, & Ofochebe, 2013) (Rangel Calderón, 2016).

4.2.2 Alcohólisis

Es un proceso de esterificación “one pot”, donde las moléculas de ácidos grasos forman monoglicéridos con las moléculas de glicerol, usando NaOH como catalizador para garantizar solo la formación de monoglicéridos y no otras variantes como diglicéridos y triglicéridos, además disminuye el tiempo de reacción (Uzoh, Onukwuli, Odera, & Ofochebe, 2013).

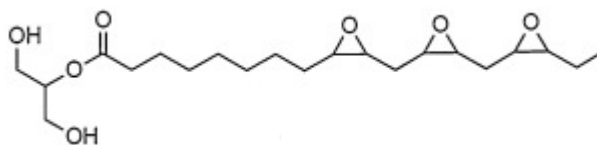


Figura 14 Molécula resultante de la Alcohólisis

Fuente: Autor

Las condiciones de operación para la reacción de alcohólisis de ácidos grasos para la formación de los monoglicéridos de ácido palmítico y glicerol se muestran en la tabla 11.

Tabla 11 Condiciones de operación en la alcoholísis

Variable	Valor
Temperatura de Carga	140 °C
Contenido de catalizador	0,3 % Peso
Temperatura de reacción	235 °C
Tiempo de residencia	90 min
Agitación	350 rpm
Presión	0.765 Atm
Reflujo	Total

Fuente: Autor

4.2.4 Policondensación

En el proceso de poliesterificación los monoglicéridos formados en la etapa de alcoholísis reacciona una parte con los anhídridos ftálico/maleíco, para producir un monómero B y posteriormente, el restante de monoglicéridos reacciona con el etilenglicol adicionado para formar un monómero A y finalmente por reacción de estos monómeros dar como producto la resina alquídica. Las condiciones para esta fase de la reacción se muestran en la tabla 12.

Tabla 12 Condiciones de operación de la poliesterificación

Variable	Valor
Temperatura de Carga	140 °C
Temperatura de reacción	235 °C
Extracción de agua	1 ml Solvente (xileno)
Recirculación de solvente	Manual cada 10 min
Tiempo de residencia	80 min
Agitación	350 rpm
Presión	0.765 Atm

Fuente: Autor



Las condiciones de operación de la poliesterificación se basaron en los estudios realizados por Uzoh, y se presentan en la tabla 12 (Uzoh, Obodo, & Onukwuli, 2018). Se obtuvo una mejora en el tiempo de reacción con la adición del anhídrido maleíco con respecto a los datos reportados por Uzoh, debido a que este anhídrido es una molécula más pequeña que reacciona rápidamente y consume los ácidos grasos libres obteniendo un tiempo de reacción menor.

4.3 Caracterización de las resinas sintetizadas

Se realizaron tres síntesis con la formulación presentada en la tabla 6, **A** _(2/1), **B** _(1/1) y **C** _(1/2), el rendimiento de la reacción disminuyó para la reacción C, generando en el fondo del reactor un exceso de anhídrido ftálico, esto obedece a que la molécula de anhídrido maleíco es más pequeña y reacciona más fácil con el ácido palmítico presente en el aceite de palma. Por tanto, el análisis de RMN y Reología no se le aplicó a esta resina (C _(1/2)).

4.3.1 Viscosidad

La viscosidad se determinó con un viscosímetro Brookfield DV-III, los datos se muestran en la tabla 13. Este ensayo solo se realizó para la resina A _(1/1) puesto que es la que tuvo el mejor rendimiento y velocidad de reacción.

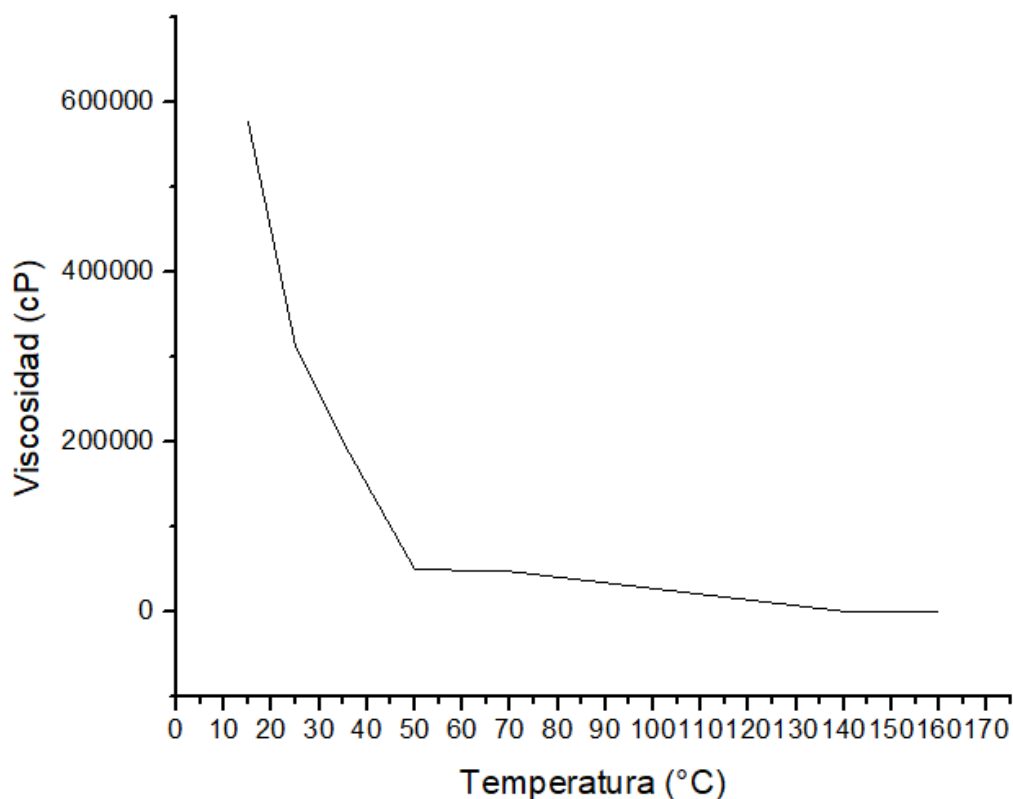
Tabla 13 Datos ensayo de viscosidad

Temperatura °C	Viscosidad cP
15	578560,00
25	312320,00
35	199680,00
50	49737,14
60	48640,00
70	47217,78
140	345,60
150	325,33
160	301,71

Fuente: Autor

La viscosidad es una medida necesaria para determinar el valor de la viscosidad Gardner, obteniendo un valor de Z5, es un valor medio-alto, este parámetro se asocia al contenido de no volátiles en aceites y materiales de recubrimiento y cumple con la actual normatividad NTC 1651 para pinturas o secantes a base de aceites de origen animal o vegetal (Ver Anexo I).

La grafica 1 muestra la disminución de la viscosidad a medida que aumenta la temperatura., los valores elevados de viscosidad a bajas temperaturas se deben a la presencia de los anhídridos que contribuye a que la viscosidad de la resina sea mayor. Cuando la temperatura es mayor a 50°C la viscosidad disminuye de manera parcial sin tener cambios drásticos.



Gráfica 1 Perfil de Viscosidad

Fuente: Autor

4.3.2 Densidad

Tabla 14 Densidades de las resinas sintetizadas

Resina	Densidad g/mL
A _(2/1)	1,09812
B _(1/1)	1,03911
C _(1/2)	1,07921

Fuente: Autor



Los valores de densidad presentan algunas diferencias que son explicadas por el contenido de materia volátil (Fumero & García, 2005), los valores van desde 1,09 a 1,03 ver tabla 13, en resinas alquídicas del mismo tipo a las de este trabajo los valores de densidad son similares (Islam, Hosen Beg, & Jamari, 2014).

4.3.3 Valor ácido

El valor ácido, determina el final de la reacción, ya que este relaciona la cantidad de anhídridos ftálico/maleíco presentes en la reacción, cuando se alcanza un valor menor a 5 se da por terminada la reacción. Se pueden observar en la gráfica 4 que el tiempo de reacción para cada resina (A, B y C) es de 80, 50 y 30 minutos respectivamente.

En la gráfica 2 se observa una reducción significativa en el tiempo de reacción en la esterificación frente a anteriores investigaciones hechas por (Maldonado Villamizar, 2015) y (Uzoh, Onukwuli, Odera, & Ofochebe, 2013) debido a la adición de anhídrido maleíco, como ya se mencionó es una molécula más pequeña que la molécula de anhídrido ftálico por tanto reacciona más rápido con los ácidos grasos libres en el aceite de palma (ácido palmítico y oleico). La presencia de los anhídridos contribuye a que la viscosidad de la resina sea mayor y tenga un color más claro lo cual da una mejor apariencia a las resinas sintetizadas. (Uzoh, Obodo, & Onukwuli, 2018)



Gráfica 2 Determinación del valor ácido al finalizar la reacción

Fuente: Autor

La abrupta caída en el valor del ácido se atribuyó a la diferencia en la reactividad de los grupos primario -OH y secundario -OH del glicerol con el grupo carboxilo del anhídrido ftálico y maleíco. Una reacción más rápida durante las primeras etapas de la reacción puede atribuirse a la alta tasa de conversión de glicerol en anhídrido maleíco.

La resina C _(1/2) disminuyo el rendimiento debido a que hay mayor cantidad de anhídrido maleíco que anhídrido ftálico, esto llevo a que se tenga un tiempo de reacción menor (30 min) pero que el anhídrido ftálico no reaccione en su totalidad. Esta situación conduce a que no es conveniente usar cantidades de anhídrido maleíco mayores al 60 %, ya que el anhídrido ftálico no tendrá ácidos grasos libres para reaccionar.

4.3.4 Contenido de no volátiles

El alto contenido de material no volátil representa una gran ventaja en el producto obtenido, teniendo en cuenta la reducción de emisiones de compuestos orgánicos volátiles, los cuales son regulados por organizaciones ambientales. Este aspecto ambiental favorece su uso y aumenta las aplicaciones finales de la resina producida.

Tabla 15 Contenido de no volátiles de la distintas resinas

Resina	Contenido de no volátiles
A _(2/1)	99,2641
B _(1/1)	99,4010
C _(1/2)	99,7283

Fuente: Autor

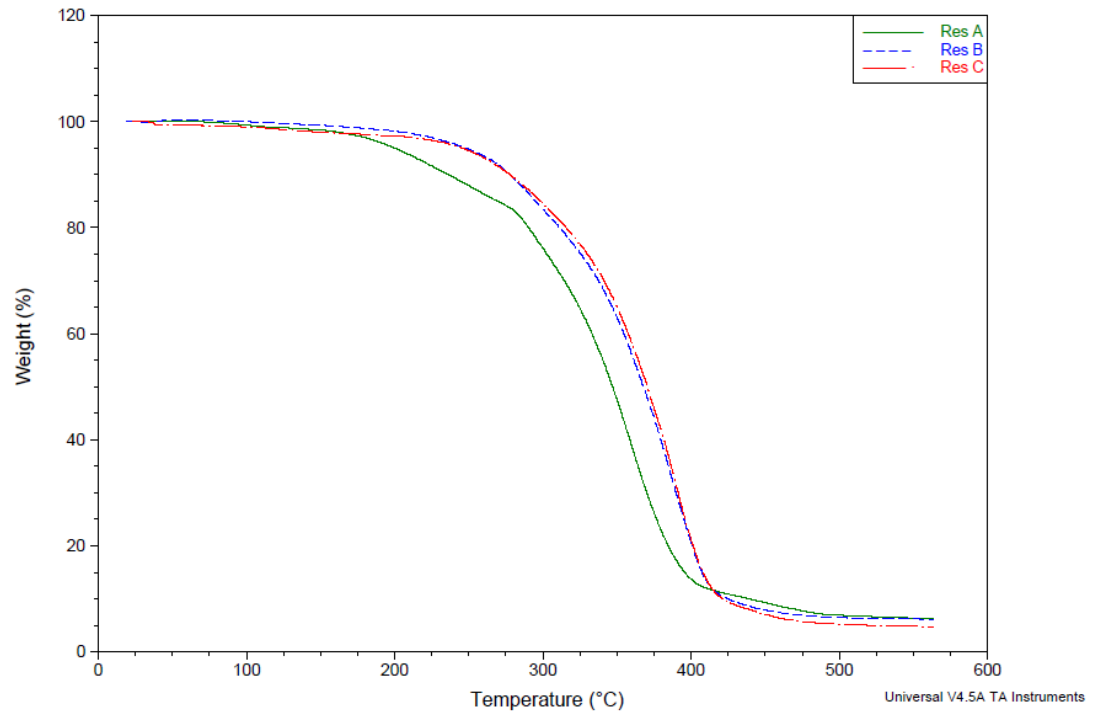
En la tabla 15, se observa la poca variabilidad en el ensayo de contenido de no volátiles, esto debido al volumen constante de xileno adicionado en la síntesis de las



resinas alquídicas para la remoción de agua (Correa, Erika, & Londoño, 2007) lo cual disminuye significativamente la cantidad de volátiles remanentes en las muestras finales de resina. El contenido de no volátiles también se asocia indirectamente a la viscosidad, ya que una resina con baja viscosidad indica que por lo general esta diluida en un material de alta volatilidad, lo cual disminuye el contenido de sólidos presentes. La norma colombiana NTC 1651, pone como mínimo el contenido de no volátiles en rango de 35- 42,9% dependiendo del ambiente donde se utilice (interiores o exteriores). (Rangel Calderón, 2016) (Anexo I)

4.3.5 Análisis Termogravimétrico (TGA)

En la gráfica 3 se aprecia que la descomposición térmica de las tres resinas inicia a los 230°C. En el rango entre los 250 y 375°C, se pierde entre el 50 y 52% peso, lo cual indica el deterioro de los enlaces ésteres de cadenas ramificadas, la volatilización de ácidos grasos y glicerol unidos a la cadena principal; además de la destrucción de algunos enlaces saturados de los grupos carboxílicos presentes. Después de los 375°C y hasta los 405°C se lleva a cabo la destrucción de enlaces de la cadena principal, y luego el rompimiento del anillo bencénico de ambos anhídridos ftálico y maleíco y se convierte completamente en cenizas a los 480°C, con un porcentaje aproximadamente de 5 % peso de la muestra inicial.

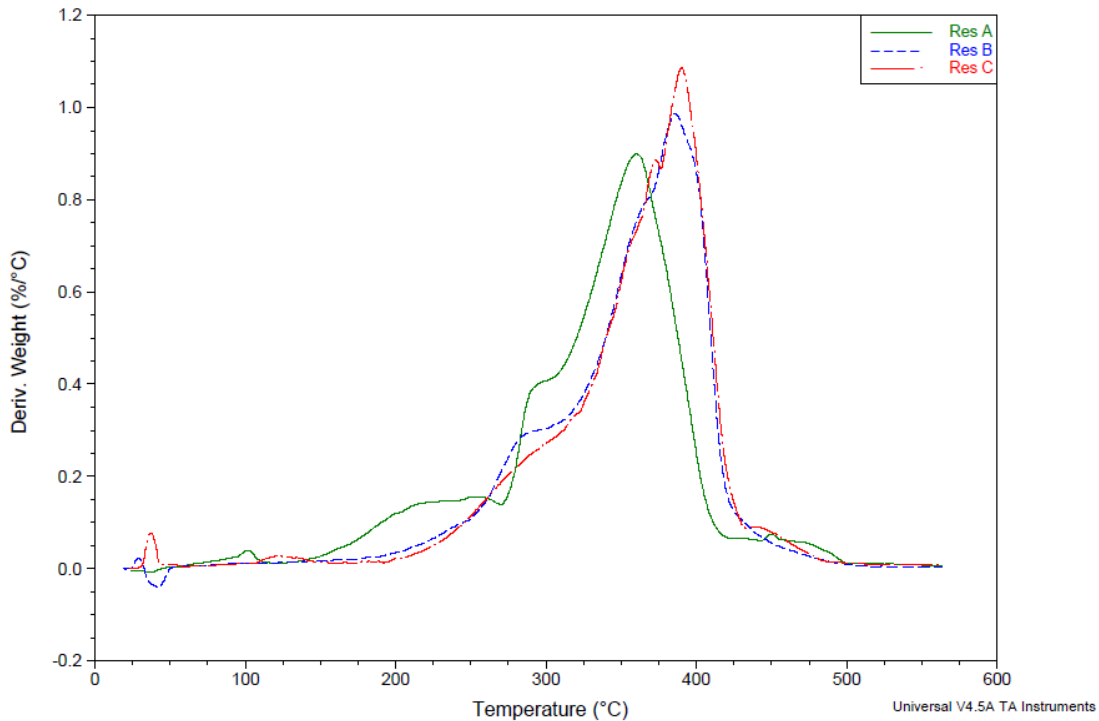


Gráfica 3 Analisis de TGA para cada resina

Fuente: Autor

La estabilidad térmica se debe a la densidad de reticulación proporcionada por el anhídrido ftálico, y al ser lo suficientemente alta puede ser utilizada en cualquier tipo de aplicación. Comparado con el trabajo realizado por Islam, el uso de anhídrido maleíco genera más resistencia térmica y el comportamiento es el mismo. Cabe resaltar que la resistencia térmica depende del articulador del enlace en este caso de polioli que se use. (Islam, Hosen Beg, & Jamari, 2014)

4.3.6 Calorimetría Diferencial de barrido (DCS)



Gráfica 4 Análisis de DCS para cada resina

Fuente: Autor

El comportamiento de las resinas representado por la gráfica 4, evidencia diferentes características debido a su naturaleza como polímero termoestable. Primero, temperatura de transición vítrea; que se presenta cuando se aumenta la temperatura de un sólido amorfo y aparecen como una alteración (o pico) en la línea base de la señal registrada. Esto es, debido a que la muestra experimenta un cambio en la capacidad calorífica sin que tenga lugar un cambio de fase formal; en este caso las resinas



muestran un comportamiento muy parecido, registrando la temperatura de transición vítrea en el rango entre 40 y 55°C. Comparado con el trabajo realizado por Islam el comportamiento del termograma es similar. (Cakić, y otros, 2012)

La segunda característica indica que, con el aumento de la temperatura la viscosidad tiende a disminuir. En cierto instante, la muestra alcanza la temperatura de descomposición de las cadenas poliméricas, evidenciado por un pico endotérmico en la curva DSC en el rango de 370-375°C.

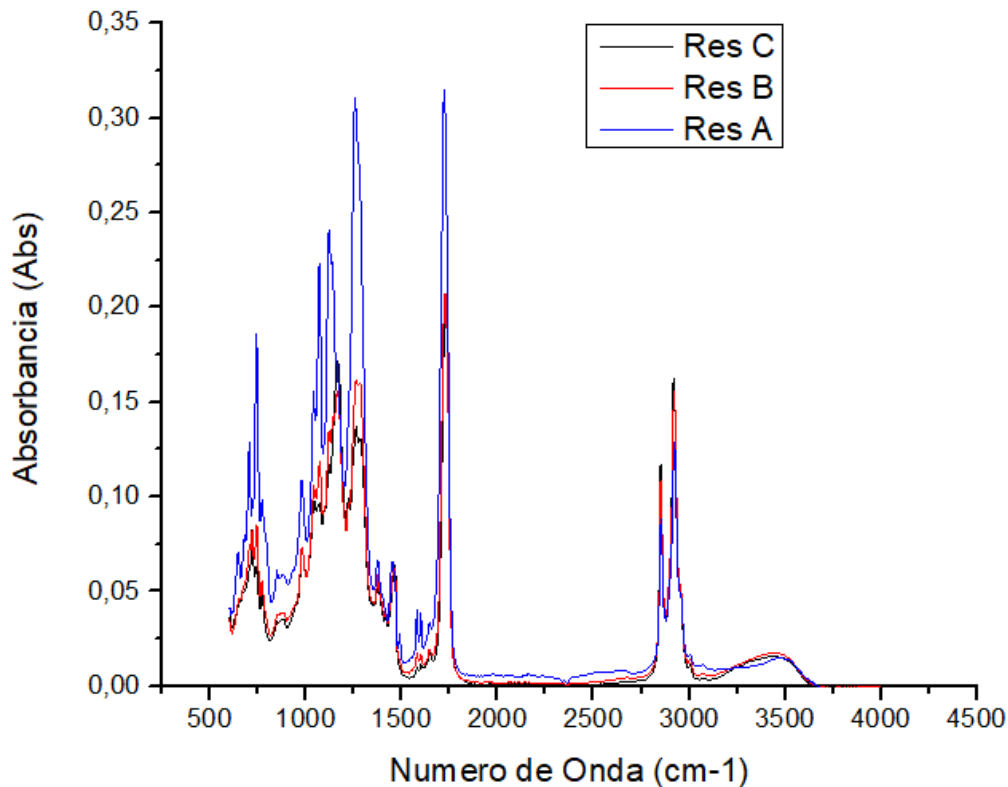
Con el aumento de la temperatura se presenta la pérdida de enlaces intermoleculares entre la cadena polimérica y el anillo bencénico del anhídrido ftálico y maleíco, lo que ocasiona que las moléculas obtienen suficiente libertad de movimiento para iniciar su descomposición. (Cakić, y otros, 2012). La temperatura de descomposición para las resinas en todos los casos es de 425°C.

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**

4.3.7 Espectroscopia de Infrarrojo por transformada de Fourier (FT-IR)



Gráfica 5 FT-IR para cada resina alquídica

Fuente: Autor

La grafica 5 muestra el espectro FT-IR, entre 3100 a 3600 cm^{-1} se encuentran las vibraciones de estirado O-H y a 2800-3000 cm^{-1} la vibración de estiramiento C-H alifático. Los picos para C-O que estiran la vibración del éster de triglicéridos aparecen a 1750 cm^{-1} , para la vibración de estiramiento C-C a 1600 cm^{-1} y para la flexión de C-H a 1300 cm^{-1} . También alcanza un máximo a 1150 cm^{-1} debido a la vibración de

estirado (C-O-C) del éster, a 720 cm^{-1} se observa la vibración de balanceo de metileno.

(Donald L. Pavia, Gary M. Lampman, & George S. Kriz, 2000)

Los espectros FT-IR (grafico 5) de las resinas indican la presencia de enlaces importantes, a saber. grupo éster, dobles enlaces oleofínicos y otros picos característicos. En revisión con la literatura el pico para C-O en la resina sintetizada en este trabajo, se presenta a 1750 cm^{-1} mientras que en el caso de la resina sintetizada por Mora los picos para C-O aparecen a $1726\text{-}1735\text{ cm}^{-1}$ lo cual nos indica que nuestra síntesis se llevó a cabo satisfactoriamente. Además, los picos se amplían con respecto al de Mora, lo que indica la diferencia en el entorno estructural alrededor del grupo éster carbonilo por la adición del anhídrido maleico (Bora, Deka, Ahmed, & Kakati, 2014)

4.3.8 Resonancia Magnética Nuclear (RMN)

La figura 15 muestra varias señales; alrededor de 1.0 ppm apareció una señal debida a protones CH_3 de unidades lineales, dendríticas y terminales. Entre 1.5 y 3.0 ppm se detectaron señales que se debieron a protones alifáticos de ácidos grasos que se unen al anhídrido. En este espectro, también aparecieron algunas señales entre 3.5 y 4.5 ppm, que se atribuyeron a protones de metileno que se unían a grupos OH que reaccionaban ($-\text{CH}_2\text{-OCR}$ y $-\text{CH}_2\text{COOR}$) y sin reaccionar ($-\text{CH}_2\text{OH}$) respectivamente. La señal a 5.5 ppm se atribuyó a protones de CH-CH de ácidos grasos. La presencia de

esta señal en el espectro es una indicación de que la reacción entre el ácido palmítico y la mezcla de anhídridos se llevó a cabo. (Murillo & López, 2011). Las señales alrededor de 7 ppm se debieron a cloroformo. (Vallejo, López, & Murillo, 2015)

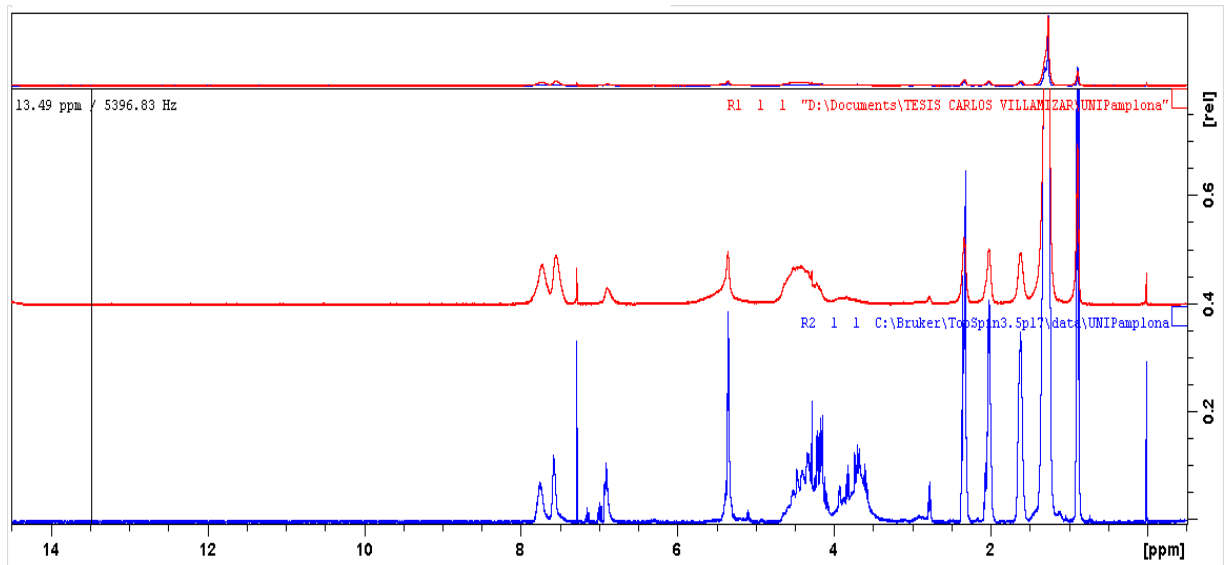


Figura 15 Espectro de protones de resinas A y B

Fuente: Autor

El espectro 13-carbono mostrado en la figura 16, presenta una señal entre 170 y 180 ppm, que se debe a carbonos carboxílicos. Las señales entre 64 y 70 ppm se atribuyen a la unión de metilenos a COOR ($-\text{CH}_2\text{COOR}$). Alrededor de 70 ppm aparece una señal, que se asignó a los carbonos de éteres (C–O–C). La señal intensa que se presenta a los 75 ppm corresponde al solvente CDCl_3 . Las señales alrededor de 50 ppm

corresponden a los carbonos cuaternarios y la señal en 21 ppm corresponden a los carbonos de CH₃. (Dziczkowski, Dudipala, & Soucek, 2012)

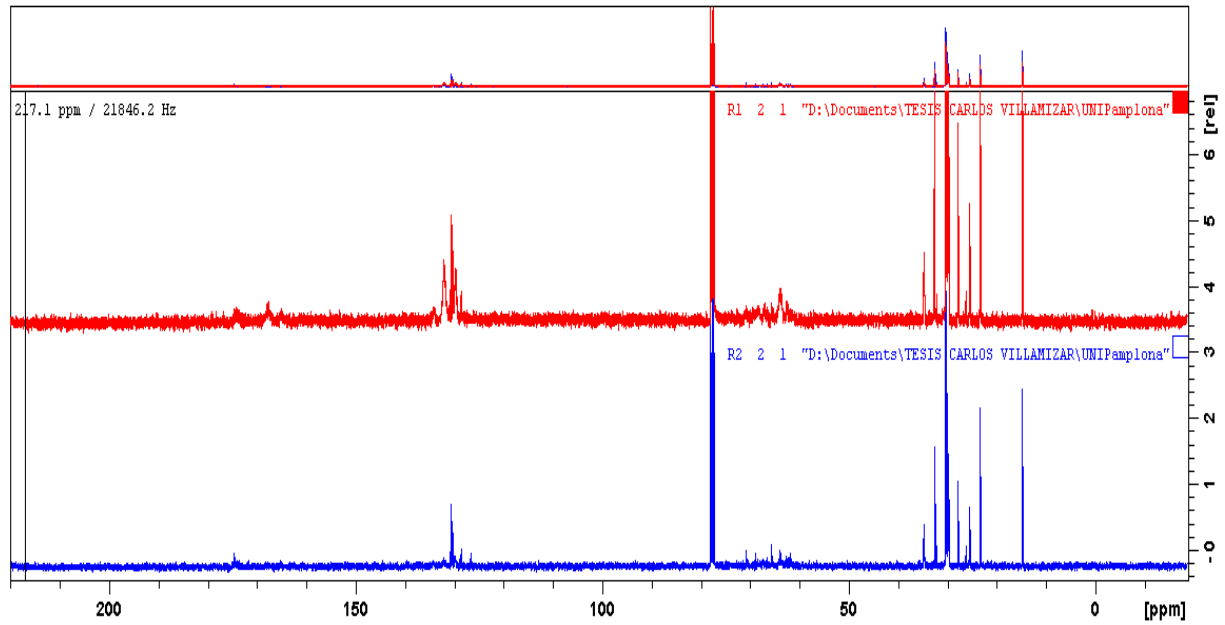


Figura 16 Espectros de ¹³C de resinas A y B

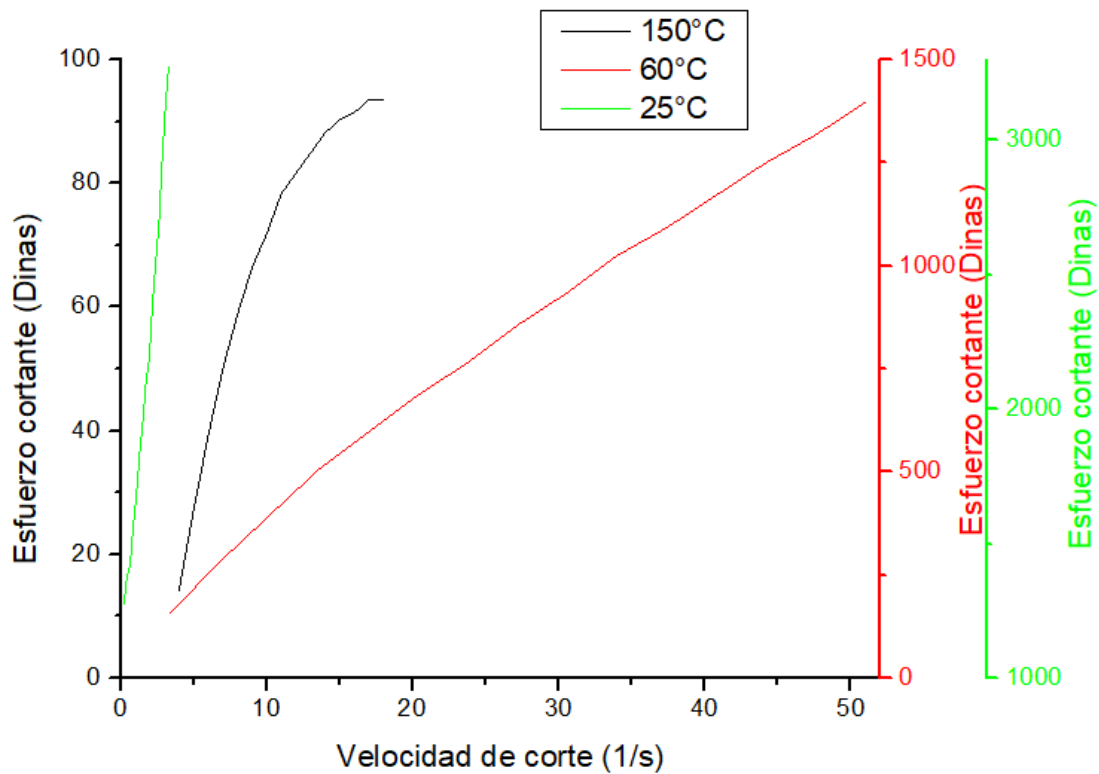
Las señales adicionales entre 0 y 40 ppm se deben a los carbonos de los ácidos grasos. La señal intensa a 30 ppm corresponde a R-CH₃, el conjunto de señales de 15 a 25 ppm corresponden a carbonos insaturados R-CH₂-R. (Donald L. Pavia, Gary M. Lampman, & George S. Kriz, 2000).

Lo anterior indica la presencia de los grupos característicos de una resina alquídica a base de aceite de palma.

4.3.9 Reología

Aplicando la metodología planteada Chhabra tenemos:

A partir de la gráfica 6 se puede conocer el de tipo de fluido.



Gráfica 6 Velocidad de corte Vs Esfuerzo cortante

Fuente: Autor

Según Chhabra, la clasificación de los fluidos según el esfuerzo cortante y la velocidad de corte (ver figura 17), Comparando las dos graficas se puede afirmar que

la resina sintetizada tiene un comportamiento plástico Bingham a 150°C (Línea negra),
y un comportamiento pseudoplástico a 60 y 25°C como se muestra en las líneas roja y
verde del grafico 6 (Chhabra R.P & Richardson J.F, 2016)

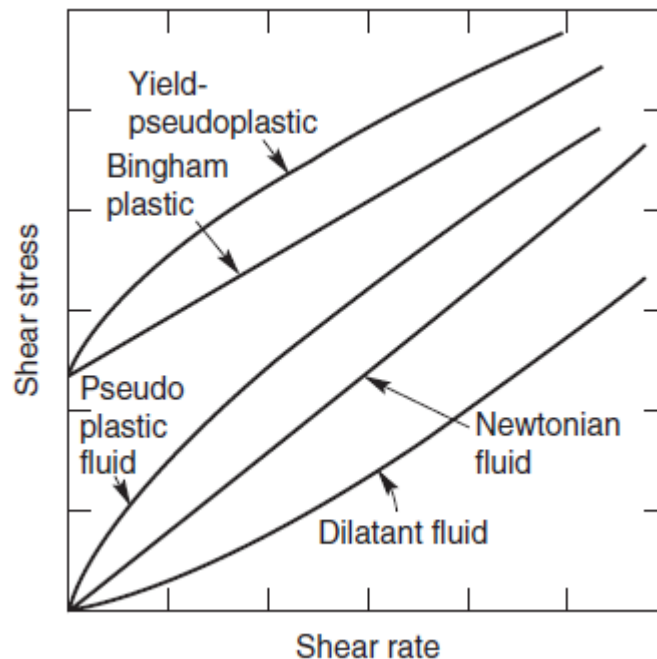
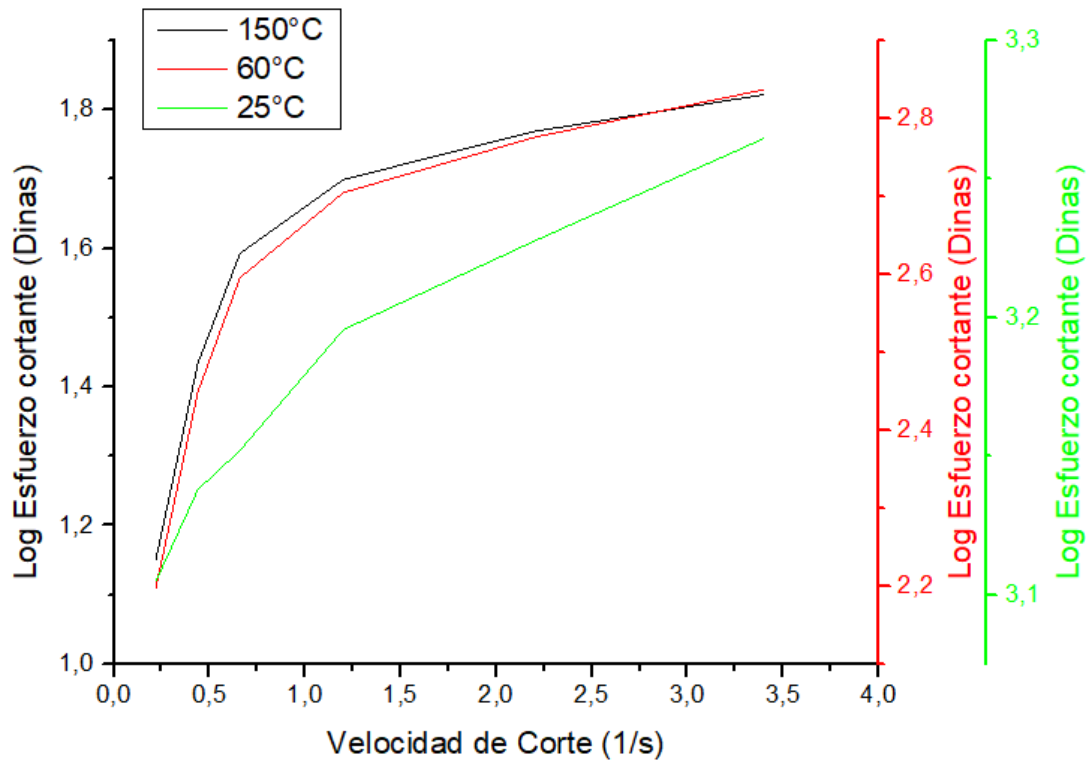


Figura 17 Tipos de comportamiento de flujo independiente del tiempo

Fuente: (Chhabra R.P & Richardson J.F, 2016)

El tipo más común de comportamiento de fluido no newtoniano independiente del tiempo es el pseudoplástico o adelgazamiento por cizallamiento. Este

comportamiento es caracterizado por una viscosidad aparente que disminuye con una tasa de cizallamiento creciente tanto a velocidades de cizallamiento bajas como altas.

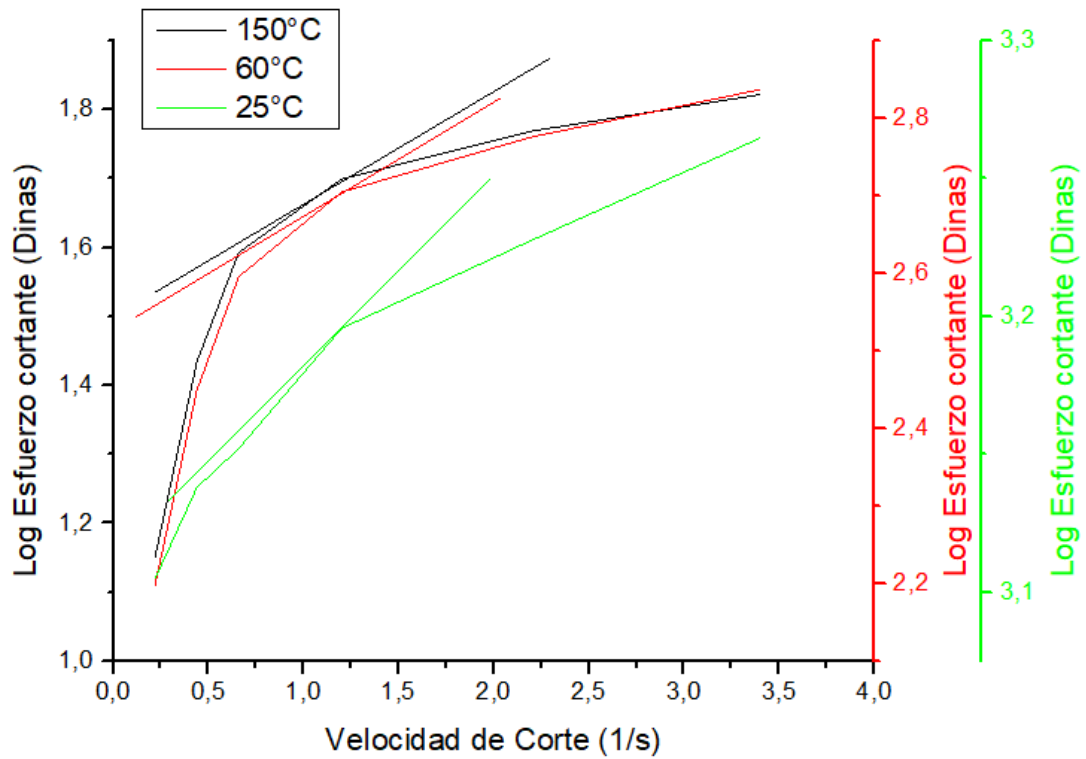


Gráfica 7 Adelgazamiento de cizalladura

Fuente: Autor

La mayoría de las soluciones de polímeros que se diluyen por cizallamiento tienen un comportamiento newtoniano, pero al graficar la velocidad de corte contra el logaritmo del esfuerzo cortante se puede confirmar que el fluido tiene un

comportamiento no newtoniano por la conducta inversa de dilución por cizallamiento, como se observa en la gráfica 7.



Gráfica 8 Determinación de la viscosidad aparente

Fuente: Autor

El gráfico 8 permite determinar la viscosidad aparente a partir de los datos de viscosidad cinemática a las temperaturas del ensayo. El comportamiento inverso que se observa permite confirmar la hipótesis de que el fluido es no newtoniano. Los valores que se determinan con las tangentes a las curvas, corresponden a los valores



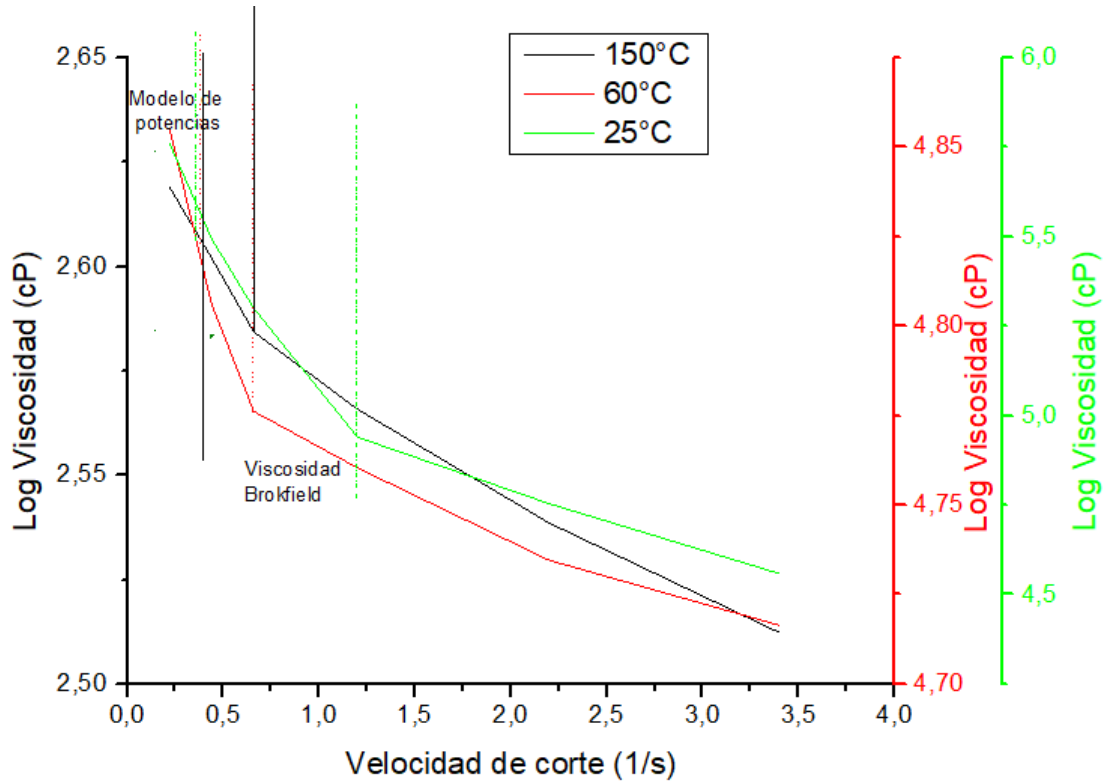
reportados por el reómetro de viscosidad aparente. Si se grafica la velocidad de corte en función del logaritmo de la viscosidad aparente se determina que: la viscosidad de un polímero debe ser mayor a cero, estar comprendida en el rango de viscosidad brokfield y se represente por el modelo de ley de potencia.

Un aumento en la fracción de fase dispersa causa un aumento en la viscosidad de dispersión como se esperaba, sin embargo, la viscosidad aparente determinada experimentalmente (ver gráfico 8), es consistentemente mayor que la viscosidad experimental en el rango de fracciones de fase dispersa investigadas. Según Watson, esta diferencia mostró una tendencia reproducible y en la actualidad no se tiene una interpretación clara para explicar este efecto. (Watson & Mackley, 2002)

DQS is member of:



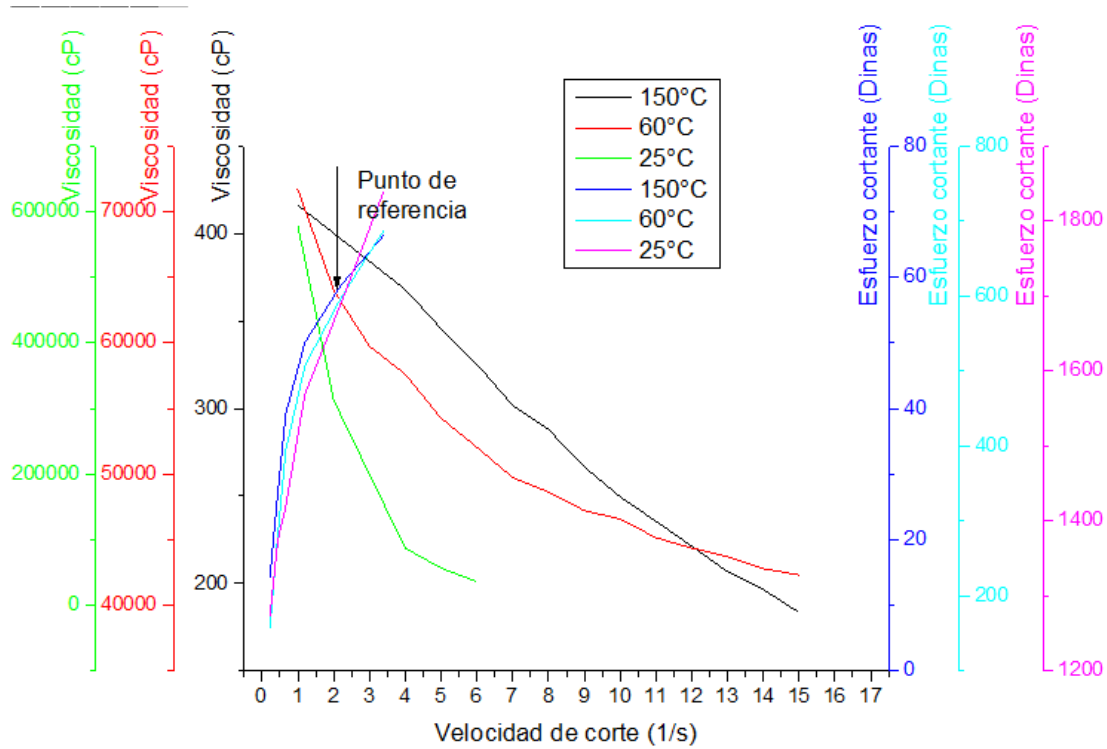
**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**



Gráfica 9 Aplicación en el rango de viscosidad

Fuente: Autor

Con el gráfico 9 confirmamos que la viscosidad aparente tiene valores mayores a cero por tanto es aplicable el modelo de ley de potencias. Por lo tanto, para la clasificación de la resina se debe tener en cuenta la temperatura, pendiente de la viscosidad y el inverso de la viscosidad. Por tanto, clasifica dentro del grupo de materiales poliméricos, como un material de características similares al polietileno de alta densidad.



Gráfica 10 Clasificación dentro de los tipos de materiales

Fuente: Autor

En el gráfico 10, se confirma que no tenemos valores menores a cero de esfuerzo cortante ni de viscosidad, lo que indica que será un polímero, que podrá tener propiedades de secado óptimas y ser utilizado para la preparación de barnices de secado rápido. (Watson & Mackley, 2002)

5. CONCLUSIONES

- La caracterización del aceite de palma por la técnica de cromatografía de gases con detector de ionización en llama (GC/D), establece que el ácido palmítico es el de mayor proporción, por consiguiente, el 52.2 % de los ácidos grasos presentes son insaturados lo cual hace de del aceite de palma sea una buena fuente bio-renovable para la producción de resinas alquídicas.
- En el trabajo realizado se sintetizaron las resinas alquídicas propuestas, encontrando que la adición de anhídrido maleíco da a la reacción de esterificación una velocidad mayor, por tanto, se redujo el tiempo de reacción de la síntesis de 210 min a 80 min.
- Las síntesis de resinas alquídicas con composiciones mayores al 60 % de anhídrido maleíco (resina C_(1,2)) presentaron una disminución del rendimiento ya que los ácidos grasos libres son consumidos por el anhídrido maleíco dejando al anhídrido ftálico sin reaccionar.
- La caracterización por la técnica RMN, permitió confirmar la presencia del grupo alquídico lo cual nos indica que la síntesis se llevó a cabo. Además, permitió identificar cada uno de los grupos funcionales presentes en la resina sintetizada.
- La medición de las propiedades mecánicas como la viscosidad a diferentes temperaturas permitió determinar una tasa de cizallamiento menor, esto permite



clasificar la síntesis en el grupo de los polímeros con características similares al polietileno de alta densidad debido a su viscosidad y esfuerzo cortante.

- La síntesis tiene posibles aplicaciones industriales como la de protección de dispositivos, recubrimientos térmicos, pellets, impermeabilización de terrenos (vertederos, piscinas), entre otras.

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**



6. RECOMENDACIONES

1. Se recomienda en trabajos futuros, no usar cantidades mayores al 60 % de anhídrido maleíco, ya que esta molécula reacciona más rápido y consume los ácidos grasos presentes en el aceite y no da tiempo al anhídrido ftálico de reaccionar.
2. Determinar los coeficientes cinéticos y el mecanismo de la reacción en el proceso de esterificación, con el objeto de mejorar el proceso de síntesis.
3. Utilizar otras técnicas instrumentales para dar mayor peso al proceso de caracterización como GPC y NMR (estado sólido) y así plantear el posible mecanismo de reacción.

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**



7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Alkyds for the 21st century. (1 de 4 de 2012). *Progress in Organic Coatings*, 73(4), 273.
- ASTM International. (1996). ASTM D1639-90(1996)e1, Standard Test Method for Acid Value of Organic Coating Materials (Withdrawn 2005), ASTM International, West Conshohocken, PA, 1996, www.astm.org
- ASTM International. (2013). ASTM D1475-13, Standard Test Method For Density of Liquid Coatings, Inks, and Related Products, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013, www.astm.org
- ASTM International. (2017). ASTM D5355-95(2017), Standard Test Method for Specific Gravity of Oils and Liquid Fats, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, www.astm.org
- ASTM International. (2017). ASTM D1545-13(2017), Standard Test Method for Viscosity of Transparent Liquids by Bubble Time Method, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, www.astm.org
- ASTM International. (2017). ASTM D1644-01(2017), Standard Test Methods for Nonvolatile Content of Varnishes, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, www.astm.org
- ASTM Intetrnational. (2004). ASTM D1962-85(1995), Standard Test Method for Saponification Value of Drying Oils, Fatty Acids, and Polymerized Fatty Acids (Withdrawn 2004), ASTM International, West Conshohocken, PA, 1995, www.astm.org
- Bernard, S., Salameh, C., Moussa, G., B. Demirci, U., & Miele, P. (2015). *BN Nanoceramics*.

- Bora, M., Deka, R., Ahmed, N., & Kakati, D. (1 de 11 de 2014). Karanja (*Millettia pinnata* (L.) Panigrahi) seed oil as a renewable raw material for the synthesis of alkyd resin. *Industrial Crops and Products*, 61, 106-114.
- Brar, A., Goyal, A., & Hooda, S. (2009). Two-dimensional NMR studies of acrylate copolymers. *Pure and Applied Chemistry*, 81(3), 389-415.
- Cakić, S., Ristić, I., Jašo, V., Radičević, R., Ilić, O., & Simendić, J. (1 de 4 de 2012). Investigation of the curing kinetics of alkyd-melamine-epoxy resin system. *Progress in Organic Coatings*, 73(4), 415-424.
- Cardeno, F., Rios, L., Cardona, J., & Ocampo, D. (7 de 2013). Síntesis de Resinas Alquídicas a partir de Aceites de Higuera, de Palma y de Fritura, Mezclados con Aceite de Soja. *Información tecnológica*, 24(4), 7-8.
- Castiblanco, C., Moreno, A., & Etter, A. (1 de 5 de 2015). Impact of policies and subsidies in agribusiness: The case of oil palm and biofuels in Colombia. *Energy Economics*, 49, 676-686.
- Chhabra R.P., & Richardson J.F. (2016). *Non-Newtonian flow and applied rheology*.
- Correa, J., Erika, I., & Londoño, R. (2007). Análisis de alternativas en las condiciones de proceso y su efecto en el tiempo de esterificación y el consumo energético en la producción de una resina alquídica.
- Crude Drugs Offered in India. (1 de 3 de 1925). *Industrial & Engineering Chemistry*, 17(3), 237.
- Domínguez, J. (2018). Rheology and curing process of thermosets. En J. Domínguez, *Thermosets* (págs. 115-146). Elsevier.
- Donald L. Pavia, Gary M. Lampman, & George S. Kriz. (2000). *Introduction to Spectroscopy (2000, Brooks Cole)* (3 ed.). (Saunders Golden Sunburst Series, Ed.) 23-50: Brooks Cole.



- Dziczkowski, J., Dudipala, V., & Soucek, M. (1 de 4 de 2012). Investigation of grafting sites of acrylic monomers onto alkyd resins via gHMQC two-dimensional NMR: Part 1. *Progress in Organic Coatings*, 73(4), 294-307.
- Elliott W.T. (1993). *Alkyd Resins. In: Surface Coatings*. (Vol 1 ed.). (D. Springer, Ed.)
- Fajardo, D. (2009). Reforma agraria, extinción de dominio y ordenamiento territorial. *Revista Economía Colombiana*, 309, 1-7.
- Fedepalma. (2018). *Fedepalma*. Obtenido de Portal Palmero: <http://web.fedepalma.org/la-palma-de-aceite-en-colombia-departamentos>
- Frank D. Gunstone, John L. Harwood, A. (2007). *The Lipid Handbook with CD-ROM* (Third Edition ed.).
- Fumero, A., & García, T. (2005). Evaluación de los factores que inciden en el secado de un barniz de base alquídica. *Revista INGENIERÍA UC*, 12(1), 17-28.
- Güçlü, G., & Orbay, M. (1 de 7 de 2009). Alkyd resins synthesized from postconsumer PET bottles. *Progress in Organic Coatings*, 65(3), 362-365.
- Gunstone FD. (1996). *Ácido graso y Química de lípidos*.
- Halder, P., Pietarinen, J., Havu-Nuutinen, S., & Pelkonen, P. (2010). Young citizens' knowledge and perceptions of bioenergy and future policy implications. *Energy Policy*, 38(6), 3058-3066.
- Ikladious, N., Asaad, J., Emira, H., & Mansour, S. (1 de 1 de 2017). Alkyd resins based on hyperbranched polyesters and PET waste for coating applications. *Progress in Organic Coatings*, 102, 217-224.
- Innes, J., & Calder, P. (1 de 5 de 2018). Omega-6 fatty acids and inflammation. *Prostaglandins, Leukotrienes and Essential Fatty Acids*, 132, 41-48.
- Islam, M., Hosen Beg, M., & Jamari, S. (1 de 1 de 2014). Alkyd Based Resin from Non-drying Oil. *Procedia Engineering*, 90, 78-88.
- J. L. BREESE. (1944).

- Khatun, R., Reza, M., Moniruzzaman, M., & Yaakob, Z. (1 de 9 de 2017). Sustainable oil palm industry: The possibilities. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 76, 608-619.
- Kienle, R. (1 de 4 de 1949). Alkyd Resins. *Industrial & Engineering Chemistry*, 41(4), 726-729.
- Kobayashi, S., & Müllen, K. (2015). *Encyclopedia of polymeric nanomaterials*.
- Krägel, J., & Derkatch, S. (2010). Interfacial shear rheology. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 15(4), 246-255.
- Krister Holmberg. (2005). *High solids alkyd resins*.
- LANSON, H. (1985). Chemistry and Technology of Alkyd and Saturated Reactive Polyester Resins. En H. LANSON, *Applied Polymer Science* (Vol. 285, págs. 1181-1204). American Chemical Society.
- Learner, T., Patricia Smithen, J., Krueger, M., & R. Schilling. (2006). *Modern Paints Uncovered: Proceedings from the Modern Paints Uncovered Symposium*.
- Lluch, C., Ronda, J., Galià, M., Lligadas, G., & Cádiz, V. (14 de 6 de 2010). Rapid Approach to Biobased Telechelics through Two One-Pot Thiol–Ene Click Reactions. *Biomacromolecules*, 11(6), 1646-1653.
- Maldonado Villamizar, J. (2015). *SÍNTESIS DE RESINAS ALQUÍDICAS A PARTIR DE ACEITE DE PALMA MEDIANTE REACCIÓN CON DIFERENTES POLIOLES*. Universidad de Pamplona.
- Mba, O., Dumont, M.-J., & Ngadi, M. (1 de 6 de 2015). Palm oil: Processing, characterization and utilization in the food industry – A review. *Food Bioscience*, 10, 26-41.
- Murillo, E., & López, B. (1 de 12 de 2011). Novel waterborne hyperbranched acrylated-maleinized alkyd resins. *Progress in Organic Coatings*, 72(4), 731-738.



- Nosal, H., Nowicki, J., Warzała, M., Semeniuk, I., & Sabura, E. (1 de 12 de 2016). Synthesis and characterization of alkyd resins based on Camelina sativa oil, glycerol and selected epoxidized vegetable oils as functional modifiers. *Progress in Organic Coatings*, 101, 553-568.
- O, F. (2010). Glossary of phytosanitary terms. *International Standards for Phytosanitary Measures*, 5, 1-27.
- Phoon, K., Ng, H., Zakaria, R., Yim, H., & Mokhtar, M. (2018). Enrichment of minor components from crude palm oil and palm-pressed mesocarp fibre oil via sequential adsorption-desorption strategy. *Industrial Crops and Products*.
- Pischke, E., Rouleau, M., & Halvorsen, K. (1 de 5 de 2018). Public perceptions towards oil palm cultivation in Tabasco, Mexico. *Biomass and Bioenergy*, 112, 1-10.
- Rangel Calderón, H. (2016). *DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS CINÉTICOS EN LA SÍNTESIS DE RESINA ALQUÍDICA A PARTIR DE POLICONDENSACIÓN CON AN*. Universidad de Pamplona.
- Subramaniam, V., & Hashim, Z. (2018). Charting the water footprint for Malaysian crude palm oil. *Journal of Cleaner Production*.
- T C Patton. (1962). *Alkyd resin technology ; formulating techniques and allied calculations* (8 Edición ed.). (Wiley, Ed.) New York.
- Turner, P., & Volans, G. (1988). R. En P. Turner, G. Volans, P. Turner, & G. Volans (Edits.), *Drugs Handbook 1988-9* (págs. 168-169). London: Macmillan Education UK.
- Uzoh, C., Obodo, N., & Onukwuli, O. (1 de 1 de 2018). Exploring the effect of styrene and anhydride ratio on the coating properties of non-drying vegetable oil based alkyd resin. *Journal of King Saud University - Engineering Sciences*, 30(1), 12-21.
- Uzoh, C., Onukwuli, O., Odera, R., & Ofochebe, S. (1 de 12 de 2013). Optimization of polyesterification process for production of palm oil modified alkyd resin using



response surface methodology. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 1(4), 777-785.

Vallejo, P., López, B., & Murillo, E. (1 de 10 de 2015). Hyperbranched phenolic-alkyd resins with high solid content. *Progress in Organic Coatings*, 87, 213-221.

Van Haveren, J., Oostveen, E., Miccichè, F., Noordover, B., Koning, C., Van Benthem, R., . . . Weijnen, J. (2007). Resins and additives for powder coatings and alkyd paints, based on renewable resources. *Journal of Coatings Technology Research*.

Watson, D., & Mackley, M. (15 de 1 de 2002). The rheology of aqueous emulsions prepared by direct emulsification and phase inversion from a high viscosity alkyd resin. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 196(2-3), 121-134.

Yang), 楊.-C., Vali), 范., & Ju), 朱.-H. (2003). A Process for Synthesizing High Purity Monoglyceride. *Journal of the Chinese Institute of Chemical Engineers*, 34(6), 617-623.

Yepes PÃ©rez, M.a., Correa LondoÃ±o, G., & Mora MartÃ±ez, A.a. (2016). Production and Characterization of Polyhydroxyalkanoates and Native Microorganisms Synthesized from Fatty Waste. (1687-9422), 1-12.

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**

8. ANEXOS

8. 1Anexo A. Norma ASTM D 5355-95 para la determinación de la gravedad específica en aceites y líquidos grasos



Designation: D 1398 – 93 (Reapproved 1998)

Standard Test Method for Fatty Acid Content of Alkyd Resins and Alkyd Resin Solutions¹

This standard is issued under the first designation D 1398; 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 approval. A statement within parentheses indicates an editorial change since the last revision or approval.

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

1. Scope

1.1 This test method covers the gravimetric determination of the total fatty acids in alkyd resins and alkyd resin solutions. The test method is not applicable to alkyd resins containing modifying agents such as urea, melamine, phenols, rosin, and styrene.

1.2 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, 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.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

- D 563 Test Method for Phthalic Anhydride Content of Alkyd Resins and Resin Solutions²
- D 1193 Specification for Reagent Water³
- D 1615 Test Methods for Glycerol, Ethylene Glycol, and Dimerterthiol in Alkyd Resins²
- D 2245 Test Method for Identification of Oils and Oil Acids in Solvent-Reductible Paints⁴

3. Significance

3.1 This test method is used to determine total fatty acid content of alkyd resins and this solution, in the absence of interfering compounds, as a means whereby the relative applicability of the alkyd resin to the particular end use may be estimated by buyer and seller.

4. Apparatus

- 4.1 *Beakers*, having capacities of 150 and 400 mL.
- 4.2 *Desiccator*.
- 4.3 *Filter Paper*, rapid, low-ash filter paper, to fit the filtering funnel.

- 4.4 *Filtering Funnel*, 75-mm diameter, long-stem.
- 4.5 *Flask*, 150-mL, flat-bottom, with standard taper opening.
- 4.6 *Nitrogen Gas Supply*.
- 4.7 *Separator Funnels*, three 500-mL capacity glass-stoppered, fitted with standard-taper ground-glass stoppers and stopcocks.
- 4.8 *Steam Bath*.
- 4.9 *Water Bath*.
- 4.10 *Vacuum Drying Oven*, small, laboratory-size, thermostatically controlled to operate at 60 ± 2°C. A water-aspirator vacuum source is satisfactory.
- 4.11 *Cotton*, absorbent, USP.

5. Reagents and Materials

5.1 *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.⁵ Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

5.2 *Purity of Water*—Unless otherwise indicated, references to water shall be understood to mean reagent water conforming to Type IV of Specification D 1193.

5.3 *Ether*, anhydrous.

5.4 *Hydrochloric Acid* (sp gr 1.19)—Concentrated hydrochloric acid (HCl).

5.5 *Indicator Paper*, universal-type.

5.6 *Sodium Sulfate* (Na₂SO₄), anhydrous.

6. Procedure

6.1 Saponify a portion of resin or resin solution in accordance with Test Method D 563. After filtering the potassium

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-1 on Paint and Related Coatings, Materials, and Applications and is the direct responsibility of Subcommittee D01.21 on Polymers and Resins.

Current edition approved April 25, 1993. Published June 1993. Originally published as D 1398 – 56; last previous edition D 1398 – 84.

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 06.03.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 11.01.

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vol 06.01.

⁵ Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washington, DC. For suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see *Annual Standards for Laboratory Chemicals*, EDH Ltd., Poole Dorset, U.K., and the *United States Pharmacopoeia and National Formulary*, U.S. Pharmacopoeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

 D 5355

$$\frac{\text{weight of bottle and oil} - \text{weight of bottle}}{\text{weight of water at 25}^\circ\text{C}}$$

6.2 Specific gravity at 60/25°C =

$$\frac{F}{W[1 + (0.000025 \times 35)]}$$

where:

- (1) F = weight of sample at 60°C and
 W = weight of water at 25°C.

7. Keywords:

- (2) 7.1 density; liquid fats; oil; specific gravity

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 610-832-9555 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
 de un nuevo país en paz**

8. 2Anexo B. Norma TP-TM-001C - Lubrizol, para determinación del índice de acidez.



LUBRIZOL TEST PROCEDURE

TP-TM-001C
Edition: July 9, 2010
Previous Edition: January 24, 2005
Original Date: August 28, 2003

Determination of Acid Value and Free Fatty Acid

Apparatus and Reagents:

- 0.1 N and/or 0.5 N Potassium hydroxide
- Isopropanol, neutralized to phenolphthalein endpoint
- Erlenmeyer flask, 250 mL
- Phenolphthalein indicator (1.0% in isopropanol)

Procedure:

- An appropriate size sample is weighed to 0.1 gram accuracy into a 250 mL Erlenmeyer flask.
- Dissolve in approx. 50 mL neutralized isopropanol.

CAUTION: Isopropanol is flammable and irritant. Wear safety glasses and gloves.

- Add 5 drops of phenolphthalein solution as an indicator and titrate with standardized 0.1 N or 0.5 N potassium hydroxide to a pink end point.

CAUTION: Phenolphthalein is a carcinogen and irritant. Handle with care. Wear safety glasses and gloves.

CAUTION: Potassium Hydroxide is corrosive. Wear safety glasses and gloves.

Calculations:

$$\text{Acid Value} = \frac{\text{mL KOH} \times N \times 56.1}{\text{Wt of sample in gms}}$$

$$\text{Free Fatty Acid, \%} = \frac{\text{mL KOH} \times N \times \text{MW (fatty acid)}}{10 \times \text{Wt of sample in gms}}$$

Size of Sample:

Unless specifically mentioned, the following size is recommended in the determination of acid value:

Acid Value	Grams of Sample	Normality of Titrant
≤ 1	10.0	0.1
2	7.0	0.1
5	3.0	0.1
10	1.5	0.1
25	0.6	0.5
50	0.3	0.5
75	0.2	0.5
100	0.15	0.5
150	0.1	0.5
200	0.075	0.5
≥ 300	0.05	0.5

Reference:

Adapted from:
Acid Value, A.O.C.S. Cd 3a-63, Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society, 3rd Edition, 1988.

8. 3Anexo C. Norma ASTM D1962-85 para determinación del índice de saponificación

Designation: D 1962 - 85 (Reapproved 1989)¹

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS
1916 Race St., Philadelphia, Pa. 19103
Reprints from the Annual Book of ASTM Standards, Copyright ASTM
If not listed in the current contents index, will appear in the next edition.

Standard Test Method for Saponification Value of Drying Oils, Fatty Acids, and Polymerized Fatty Acids¹

This standard is issued under the fixed designation D 1962; 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 letter (A) 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 Federal Test Method Standard No. 141A. Consult the DoD Index of Specifications and Standards for the specific year of issue which has been adopted by the Department of Defense.

¹ *Note*—Editorial changes were made throughout in October 1989.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the saponification value of drying oils, bodied oils, fatty acids, and polymerized fatty acids.

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 the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use. For specific hazard statements, see Section 7.

2. Referenced Documents

2.1 *ASTM Standards:*
D 305 Test Method for Solvent-Extractable Material in Black Pigments²
D 1193 Specification for Reagent Water³

3. Terminology

3.1 *Definition:*
3.1.1 *saponification value*—a measure of the alkali reactive groups in oils and fatty acids and is expressed as the number of milligrams of potassium hydroxide that react with 1 g of sample.

4. Significance and Use

4.1 The saponification value of oils and fatty acids is a measure of the content of ester linkages. For an oil, provided it is not significantly oxidized, the number of ester linkages per molecule (for example, three in a triglyceride), can be used to calculate the molecular weight of the oil.

4.2 A saponification value higher than normal indicates that the oil has been oxidized (blown) or chemically modified, for example, with other acids such as maleic, fumaric, or phthalic.

4.3 Saponification value alone is not a measure of the quality of the oil.

4.4 Chemically modified oils may require saponification times longer than 1 h for complete reaction.

5. Apparatus

5.1 *Erlenmeyer Flask*, wide-mouth, alkali-resistant, 250 or 300-ml. capacity.

5.2 *Condenser Loop*.

Note 1—Suitable condenser loops are shown in Figs. 1 and 2 of Test Method D 305.

5.3 *Steam Bath*.

6. Reagents

6.1 *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.⁴ Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

6.2 *Purity of Water*—Unless otherwise indicated, references to water shall be understood to mean reagent water conforming to Type I of Specification D 1193.

6.3 *Phenolphthalein Indicator Solution*—Dissolve 1 g of phenolphthalein in 100 mL of ethanol (95 %), methanol or isopropanol.

Note 2—A "reacted phenolphthalein indicator" may be used with oil-color materials. Prepare by dissolving 1.6 g of phenolphthalein and 2.7 g of methylene blue in 500 mL of alcohol. Adjust the pH with sodium hydroxide (NaOH) or KOH solution so that the greenish blue color is faintly tinged with purple. The color change is from green to purple when going from acid to alkali.

6.4 *Potassium Hydroxide, Alcoholic Solution*—Place 5 to 10 g of potassium hydroxide (KOH) (Caustic—see 7.1) in a 2-L flask and add 1 to 1.5 L of ethyl alcohol (95 %) or denatured alcohol conforming to Formula No. 30 or 3A of

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 D1.32 on Drying Oils.

Current edition approved May 30, 1985. Published July 1985. Originally published as D 1962 - 61. Last previous edition D 1962 - 67 (1984).

² *Journal Book of ASTM Standards*, Vol. 8.03.

³ *Journal Book of ASTM Standards*, Vol. 8.03.

⁴ *Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications*, Am. Chemical Soc., Washington, DC. For suggestions on the testing of reagents see listed by the American Chemical Society, see "Reagent Chemicals and Standards" by Joseph E. H. Van Nostrand Co., Inc., New York, NY, and the "United States Pharmacopoeia."

D 1982

the U. S. Bureau of Alcohol, Tobacco and Firearms. Boil on a water bath under a reflux condenser for 30 to 60 min. Distill and collect the alcohol. Dissolve 40 g of KOH in 1 L of the distilled alcohol, keeping the temperature below 15°C while the alkali is being dissolved. This solution should remain clear.

6.3 Sulfuric or Hydrochloric Acid, Standard (0.5 N)—Add about 15 mL of concentrated sulfuric acid (H₂SO₄, sp gr 1.84) (Caution—see 7.2) or 45 mL of concentrated hydrochloric acid (HCl, sp gr 1.19) (Caution—see 7.3) to about 900 mL of water, cool, and dilute to 1 L. Standardize against freshly standardized sodium hydroxide (NaOH) solution or by any other accurate method.

7. Hazards

7.1 Potassium Hydroxide and its strong solutions are caustic to the skin and eyes. Avoid all contact with skin and eyes. In case of contact, immediately flush eyes for 15 min and wash hands with plenty of cold water. Call a physician. Remove contaminated clothing and wash before reuse. See suppliers' Material Safety Data Sheet for further information.

7.2 Sulfuric Acid is corrosive to skin, eyes and mucous membranes in the form of liquid, mist, or fumes. It causes severe burns. Care should be taken to prevent the contact of the acid with eyes, skin or on clothing. In making dilute solutions, always add the acid to water with care. In case of contact, immediately flush eyes with copious amounts of water for 15 min; flush skin with water (use shower if available); wash contaminated clothing before reuse. Immediately call a physician. See suppliers' Material Safety Data Sheet.

7.3 Concentrated Hydrochloric Acid is corrosive and may cause burns to the skin and eyes; the vapor is irritating to mucous membranes. Avoid contact with skin and eyes. In case of contact, wash skin and flush eyes with cold water for

15 min. Remove contaminated clothing. Call a physician. Wash clothing before reuse. See suppliers' Material Safety Data Sheet.

8. Procedure

8.1 To an Erlenmeyer flask, transfer a specimen weight of such size, weighed to 1 mg, that the back titration is 45 to 55 % of the blank. Add 25 mL of alcoholic KOH solution to the flask and to one or more additional flasks to be carried through as blanks. Place a condenser loop inside the neck of each flask and heat on the steam bath for 1 h.

Note 1—Certain synthetic oils are not completely saponified in 1 h. Run chemically modified drying oils in duplicate, using 1 and 2-h heating periods to establish completeness of saponification. If the 2-h heating gives appreciably higher results than the 1-h run, additional determinations using 4 and 6-h heating periods should be run to establish the time required for complete reaction.

8.2 Cool the solution, add phenolphthalein indicator (Note 2), and titrate with 0.5 N H₂SO₄ or HCl until the pink color has just disappeared.

9. Calculation

9.1 Calculate the saponification number, *S*, as follows:

$$P = (B - S)N \times 56.1/S$$

where:

P = H₂SO₄ or HCl required for titration of the specimen, mL

B = H₂SO₄ or HCl required for titration of the blank, mL

N = normality of the H₂SO₄ or HCl, and

S = specimen weight, g

10. Precision and Bias

10.1 Precision and Bias have not been determined.

11. Keywords

11.1 drying oils; fatty acids; saponification value

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any patent 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.

8. 4Anexo D. Norma TP-TM-005C Lubrizol, para determinación del índice de yodo.

Lubrizol

LUBRIZOL TEST PROCEDURE

TP-TM-005C
 Edition: August 12, 2010
 Previous Editions: January 24, 2005 / July 9, 2010
 Original Date: May 13, 2004

Determination of Iodine Value^{1,2}

Apparatus and Reagents:

1. 3 Iodine flasks, 500 mL, with glass stoppers
2. Chloroform, ACS Reagent grade³
3. Wijs solution⁴ (Iodine monochloride)
4. Potassium Iodide solution⁵, 15% in D.I. water
5. 0.1 N Sodium thiosulfate⁶, Standardized
6. Starch indicator⁷ (0.5% aqueous solution)

Procedure:

1. Into two 500 mL glass-stoppered iodine flasks, weigh sample (see Sample Size) in duplicate to an accuracy of 0.1 mg. The third flask is served as the blank.

CAUTION: Chloroform is carcinogenic and highly toxic. Handle with extreme care. Wear safety glasses and gloves.

3. Pipette 5-25 mL Wijs solution (see Sample Size) into each flask.

CAUTION: Wijs solution is toxic and corrosive. Wear safety glasses and gloves.

4. Stopper the flasks and store them in a dark place for 30 minutes at room temperature.

5. Add 100 mL D.I. water and 4-20 mL potassium iodide solution (see Sample Size) to each flask and immediately titrate with 0.1 N sodium thiosulfate until the yellow color has almost disappeared.

CAUTION: Potassium iodide is an irritant. Wear safety glasses and gloves.

CAUTION: Sodium thiosulfate is an irritant. Wear safety glasses and gloves.

6. Add 1-2 mL of starch indicator solution and continue the titration until the blue color has just disappeared.

Calculations:

$$\text{Iodine Value} = \frac{(\text{mL of blank} - \text{mL of sample}) \times N_{\text{sodium thiosulfate}} \times 12}{\text{WT of sample in gms}}$$

Sample Size⁸:

Unless specifically mentioned, the following sample size and the amount of Wijs iodine solution and potassium iodide solution are recommended:

Iodine Value	Sample Size (gm)	Wijs Solution (mL)	KI, 15% (mL)
0 - 3	5.00	5	4
3 - 5	3.00	5	4
5 - 10	2.00	10	8
10 - 25	1.00	10	8
25 - 50	0.40	10	8
50 - 100	0.30	25	20
100 - 200	0.15	25	20
200 - 300	0.10	25	20



Lubrizol

Lubrizol Test Procedure TP-TM-005C Determination of Iodine Value Page 2 of 2

References:

1. The American Oil Chemists' Society (AOCS) Official Method Cd 1-25, Revised 1988.
2. U.S. Pharmacopeia, National Formulary, USP 23, NF 18 (1995). <401> Chemical Tests / Fats and Fixed Oils, Iodine Value, pp 1739.
3. Chloroform, ACS reagent, was purchased from Pharmca Products, Inc., Brookfield, CT and used without further purification.
4. Wijs solution (Iodine monochloride solution) was purchased from VWR Scientific Products, South Plainfield, NJ and used as obtained.
5. Potassium iodide, ACS reagent, was purchased from PCI Scientific Supply, Inc., Fairfield, NJ and used as obtained.
6. Sodium thiosulfate, Certified ACS, was purchased from Fisher Scientific, Pittsburgh, PA and used as obtained. The 0.1N sodium thiosulfate solution was prepared and standardized as described in Lubrizol/Clifton Quality Assurance Testing Solutions, TS-008, Sodium Thiosulfate Solution.
7. Starch, Soluble Potato, Powder, was purchased from J. T. Baker, Phillipsburg, NJ and used as obtained. The 0.5% aqueous Starch solution was prepared as described in Lubrizol/Clifton Quality Assurance Testing Solutions, TS-012, Indicator Solutions.
8. The amount of Wijs solution (Iodochloride TS) added must be 50 to 60% in excess of that of absorbed by substance.

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**

8. Anexo E. Norma ASTM D 1545-98 para la determinación de la viscosidad por el método de burbuja



Designation: D1545 - 13

Standard Test Method for Viscosity of Transparent Liquids by Bubble Time Method¹

This standard is issued under the fixed designation D1545; 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 approval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or approval.

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

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the viscosity in bubble seconds by timing. The bubble seconds are approximately equal to stokes for most liquids.

1.2 The test method is applicable to transparent liquids that are free from crystalline or gel particles.

1.3 The values stated in SI units are to be regarded as standard. No other units of measurement are included in this standard.

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. Terminology

2.1 Definitions:

2.1.1 *viscosity, n* —the resistance experienced by one portion of a liquid moving over another portion of the liquid. The absolute unit of viscosity in the cgs, centimeter-gram-second, system is the poise which is expressed as dyne-seconds per square centimetre. Stokes are equal to poises divided by density. The absolute SI, International System of Units (metric system), viscosity unit is the pascal-second.

3. Apparatus

3.1 *Constant-Temperature Bath*—Any suitable bath capable of maintaining temperature at $25 \pm 0.1^\circ\text{C}$ with water as the bath medium.

3.2 *Standard Viscosity Tubes* of clear glass and with flat bottoms, 10.65 ± 0.025 mm in inside diameter; 114 ± 1 mm in outside length. Plainly legible lines shall be located as follows (Note 1):

27 ± 0.5 mm
 100 ± 0.5 mm
 108 ± 0.5 mm

The distance between the first and second lines shall be 73 ± 0.5 mm.

Note 1—All distances shall be measured from the outside bottom of the tube.

3.3 *Reference Standards*—A series of standard viscosity tubes (3.2) filled with transparent liquids having predetermined viscosities in centistokes and bubble seconds as listed in Table 1. The standards are listed alphabetically from the lowest viscosity to the highest viscosity standard.

3.4 *Timing Device*—Stopwatch or electric stop clock capable of being read to a precision of 0.1 s.

3.5 *Tube Racks*, capable of inverting one or more viscosity tubes 180° to within 1° of a vertical position while rack and tubes are immersed in the constant temperature bath.

3.6 *Viscosity Tube Corks*, No. 2 short.

4. Procedure

4.1 Fill a standard viscosity tube with the material to be tested to approximately level with the 108-mm line.

4.2 Transfer the tube to a constant 25°C temperature bath with the cork loosely inserted. Hold at this temperature for 10 min.

Note 2—Adequate control of the temperature bath is essential. A variation of 0.1°C in the temperature of the bath will cause a 1% variation in the timed bubble travel.

4.3 At the end of 10 min adjust the level of the liquid so that the bottom meniscus will be level with the 100-mm line. Insert the cork so that the bottom of the cork is on the level with the 108-mm line. This will ensure a bubble of suitable and uniform size.

4.4 Insert the tube in the rack and immerse in the 25°C water bath. Allow the tube(s) to stand with cork down in the bath a minimum of 20 min before determining the viscosity.

Note 3—For viscosities of liquids that have a timed bubble travel of 4 s or less, more precise results can be obtained by comparison against reference standards having a predetermined viscosity or timed bubble travel.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D01 on Paint and Related Coatings, Materials, and Applications and is the direct responsibility of Subcommittee D01.24 on Physical Properties of Liquid Paints and Paint Materials. Current edition approved Feb. 1, 2013. Published March 2013. Originally approved in 1958. Last previous edition approved in 2012 as D1545 - 07 (2012). DOI: 10.1520/D1545-13.

D1545 - 13

TABLE 1 Recommended numerical Standards for Comparator Viscosity Tubes^a

Gardner-Holdt Letter	Minimum (Sec)	Target (Sec)	Maximum (Sec)	Kinematic Viscosity (cST)
AD	0.641	0.650	0.654	5.1
AE	0.659	0.662	0.662	7.1
AG	0.701	0.720	0.736	14.0
AG	0.751	0.767	0.785	21.3
AI	0.802	0.820	0.845	31.0
A	0.906	0.936	0.961	53.6
B	0.967	1.012	1.042	68.8
C	1.175	1.211	1.247	92.7
D	1.272	1.303	1.342	102.9
E	1.453	1.496	1.543	122.7
F	1.620	1.670	1.720	151.9
G	1.795	1.850	1.906	180.0
H	2.086	2.150	2.207	210.8
I	2.263	2.320	2.360	224.2
J	2.668	2.750	2.833	268.2
K	2.927	3.015	3.072	297.9
L	3.128	3.185	3.272	302.3
M	3.258	3.445	3.527	325.4
N	3.636	3.690	3.785	345.2
O	3.880	3.975	4.062	377.9
P	4.148	4.225	4.327	408.8
Q	4.428	4.540	4.642	441.8
R	4.743	4.845	4.950	467.4
S	5.142	5.290	5.449	517.7
T	5.620	6.000	6.180	547.2
U	6.581	6.785	6.989	605.9
V	8.701	8.970	9.259	889.2
W	10.85	11.19	11.52	1073.0
X	14.36	14.80	15.24	1200.0
Y	17.85	18.40	18.96	1737.0
Z	22.96	23.67	24.38	2286.0
Z1	29.77	30.69	31.61	2906.0
Z2	38.95	40.15	41.36	4056.0
Z3	46.56	48.00	49.44	4840.0
Z4	70.06	72.23	74.39	7241.0
Z5	102.01	105.16	108.32	9917.0
Z6	153.09	157.82	162.56	15080.0
Z7	408.02	421.67	434.32	40650.0
Z8	741.25	764.17	787.10	75280.0
Z9	925.96	954.00	983.24	91500.0
Z10	1202.97	1240.17	1277.38	119000.0

^a 1 Stoke = 100 centistokes (cST).

Note—Bubble times based on 25°C temperature. A digital camera with image software is used to determine the bubble times.

4.5 To read, invert the tube quickly and determine the time required for the bubble to rise in seconds. When determining the time in seconds start the timing device when the top of the bubble becomes tangent to the 27-mm line on the tube. Stop the timing when the top of the bubble becomes tangent with the 100-mm line. This gives a 73-mm timed bubble travel. All timings shall be made with the tube in an exact vertical position.

Note 4—Positioning of the tube in a vertical position is mandatory. A tube one radius off the vertical will give an error of approximately 10% in the time of bubble travel.

5. Report

5.1 Report the following information:

5.1.1 The viscosity obtained by the timing method expressed as “bubble seconds” or “approximate stokes.”

Note 5—The time in seconds or “bubble seconds” is an approximate measurement of stokes when the bubble time method is applied to most raw materials and finished products encountered by the paint, varnish, and lacquer industries. This relationship does not hold for silicones or water

dispersions of gums or similar materials. Viscosity results by this test method are influenced by non-Newtonian behavior and by surface tension. Other variations on bubble-tube viscometers are described in ASTM STP 500, Section 3.2.9.²

6. Precision and Bias

6.1 Precision—On the basis of an interlaboratory study³ of this test method in which ten laboratories tested liquids ranging in viscosity from 4.5 to 440 St, the following criteria should be used for judging the acceptability of results at the 95% confidence level:

6.1.1 Two results obtained by the same operator should be considered suspect if they differ by more than 4.9% relative.

6.1.2 Two results, each the mean of duplicates, obtained by operators in different laboratories should be considered suspect if they differ by more than 9.0% relative.

² Paint Testing Manual, ASTM STP 500, ASTM, 1972.

³ See Holt, K. E., Proceedings, ASTM, Vol 57, 1957, pp. 297–300, and Official Digest, Federation of Societies for Paint Technology, Vol 30, May 1958, pp. 540–543.

8. Anexo F. Norma ASTM D 1475-13 para la determinación de la densidad de líquidos de recubrimiento y materiales relacionados



Designation: D1475 - 13

Standard Test Method For Density of Liquid Coatings, Inks, and Related Products¹

This standard is issued under the fixed designation D1475; 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 approval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or approval.

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

1. Scope

1.1 This test method covers the measurement of density of paints, inks, varnishes, lacquers, and components thereof, other than pigments, when in fluid form.

1.2 For higher precision when working with nonpigmented materials (drying oils, varnishes, resins and related materials), Test Method D1963 can be used to determine specific gravity and, thence, density.

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

1.3.1 *Exception*—The values for density are to be stated in inch-pound units.

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. A specific precaution statement is given in 8.1.1.1.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

D1193 Specification for Reagent Water

D1963 Test Method for Specific Gravity of Drying Oils, Varnishes, Resins, and Related Materials at 25/25°C (Withdrawn 2004)³

D4052 Test Method for Density, Relative Density, and API Gravity of Liquids by Digital Density Meter

E180 Practice for Determining the Precision of ASTM Methods for Analysis and Testing of Industrial and Spe-

cialty Chemicals (Withdrawn 2009)³

E691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method

3. Terminology

3.1 Definitions:

3.1.1 *density, ρ* —the mass of a unit volume of a material at a specified temperature. In this method, it is expressed as the weight in grams per millilitre, or as the weight in pounds avoirdupois of one U. S. gallon, of the liquid at the specified temperature; in the absence of other temperature specification, 25°C is assumed.

3.1.2 *specific gravity (relative density), ρ_r* —the ratio of the mass of a unit volume of a material at a stated temperature to the mass of the same volume of distilled water at the same temperature.

4. Summary of Test Method

4.1 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 contents of the same container at the standard temperature (25°C) or at an agreed-upon temperature is then determined and density of the contents calculated in terms of grams per millilitre, or pounds per gallon at the specified temperature.

5. Significance and Use

5.1 Density is weight per unit volume. It is a key property in the 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 chance that there was a mischarge or other serious problem.

5.2 This test method is suitable for the determination of density of paint and related products and components when in liquid 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

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D01 on Paint and Related Coatings, Materials, and Applications and is the direct responsibility of Subcommittee D01.24 on Physical Properties of Liquid Paints and Paint Materials. Current edition approved Nov. 1, 2013. Published December 2013. Originally approved in 1957. Last previous edition approved in 2012 as D1475 - 08 (2012). DOI: 10.1520/D1475-13.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

³ The last approved version of this historical standard is referenced on www.astm.org.

D1475 - 13

TABLE 1 Absolute Density of Water, g/mL

°C	Density
15	0.999127
16	0.999271
17	0.999472
18	0.999623
19	0.999833
20	0.999921
21	0.999920
22	0.997798
23	0.997596
24	0.997394
25	0.997072
26	0.996811
27	0.996540
28	0.996290
29	0.995972
30	0.995684

directions for recalibration and consideration of temperature differentials, and using as the container a "weight-per-gallon" cup.

5.4 Automatic equipment for measuring density is available (see Test Method D4052) from several manufacturers. Such apparatus has been used for resins and latices as well as for oils and solvents. Before such equipment is used for a given product, results must be checked very carefully. Particularly with paints, inks, and resins, there are possibilities of gumming, fouling, and other interferences with operation.

6. Interferences

6.1 Highly viscous materials may entrap air and give erroneous low density values.

6.2 Paint or ink liquids may be trapped in the ground glass or metal joints of the pieces of apparatus and give erroneous, high density values.

7. Apparatus

7.1 *Cup or Pycnometer*—Any metal weight-per-gallon cup or glass pycnometer may be used, provided that it may be filled readily with a viscous liquid, adjusted to exact volume, covered to exclude loss of volatile matter, and readily cleaned.

Note 1—For materials that contain solvents that evaporate rapidly, a glass pycnometer of the weld type, with a narrow stopper and a cover should be used.

7.2 *Thermometers*, graduated in 0.1°C, such as are supplied with glass pycnometers.

7.3 *Constant-Temperature Bath*, held at 25 ± 0.1°C is desirable.

7.4 *Laboratory Analytical Balance*.

Note 2—The usual weight-per-gallon cup and similar specialized pycnometers may have fillal 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.

7.5 *Desiccator and Desiccated Balance*, or a room of reasonably constant temperature and humidity are desirable.

8. Calibration of Cup or Pycnometer

8.1 Determine the volume of the container at the specified temperature by employing the following steps:

8.1.1 Clean and dry the container and bring it to constant weight. Chromic acid (see 8.1.1.1) or other effective glass 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.

8.1.1.1 **Warning**—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. Chromic acid cleaning solution 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. Other cleaners are much safer and may be equally effective.

8.1.2 Fill the container with reagent water conforming to Type II of Specification D1193 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.

8.1.3 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.

8.1.4 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 3). Immediately weigh the filled container to the nearest 0.001 % of its weight (Note 4). Record this weight, *N*, in grams.

Note 3—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 4—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.

8.1.5 Calculate the container volume as follows:

$$V = (N - M)/\rho \quad (1)$$

where:

- V* = volume of container, mL,
- N* = weight of container and water, g (8.1.4),
- M* = weight of dry container, g (8.1.1), and
- ρ* = absolute density of water at specified temperature, g/mL (see Table 1).

8.1.6 Obtain the mean of at least three determinations.

D1475 - 13

APPENDICES

(Nonmandatory Information)

X1. DILUTING OF A MATERIAL TO IMPROVE AIR RELEASE

X1.1 To reduce viscosity and improve air release, a known weight of a material that traps air may be diluted with a known weight of a solvent or another diluent of known density. After careful blending to achieve homogeneity and release air, the density of the diluted material is measured by the technique described in this test method. The following equation may be used to calculate the density of the original material:

$$D_o = \frac{W_o}{\frac{W_o + W_d}{D_{d1}} - \frac{W_d}{D_{d2}}} \quad (X1.1)$$

where:

- D_o = density of original material,
- D_{d1} = density diluted measured in test,
- D_{d2} = density diluent,
- W_o = original weight, and
- W_d = diluent weight.

X2. CENTRIFUGING OF MATERIAL TO REMOVE EXCESS AIR

X2.1 To reduce the variation in the density method, air is removed from the specimen by centrifuging the material, resulting in greater homogeneity between replicates. This greatly improves reproducibility and repeatability and results in slightly higher density readings.

X2.2 Apparatus

- X2.2.1 *Centrifuge*, capable of a maximum of 4000 r/min⁴,
- X2.2.2 *Standard Density Cup*,
- X2.2.3 *Thermometer*.

X2.3 Procedure

X2.3.1 Fill the centrifuge tube to the top (approximately 150 % of the density cup volume), adjust to the recommended temperature of 25°C ± 1. Place the tube in the centrifuge.

X2.3.2 Turn on the centrifuge and set the speed control to 2/3 power to attain a speed of 2700 to 3000 r/min.

X2.3.3 Continue to run for 15 to 20 s, stop the centrifuge, applying the brake as needed.

X2.3.4 Pour off the top foam layer.

X2.3.5 Transfer the specimen to a calibrated density cup and follow the procedure under Section 9.

X2.4 Precision and Bias

X2.4.1 An interlaboratory study in one company showed that the centrifuge procedure resulted in a 2-fold improvement in repeatability and reproducibility, as well as better accuracy.

X2.4.1.1 *Repeatability*—Two results obtained by the same operator should be considered suspect if they differ by more than 0.0054 g/mL (0.045 lb/gal).

X2.4.1.2 *Reproducibility*—Two results obtained by operators in different laboratories should be considered suspect if they differ by more than 0.0080 g/L (0.067 lb/gal).

⁴ The centrifuge used in this study was a Dynac II.

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 19380-2856, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9885 (phone), 610-832-9885 (fax), or service@astm.org (e-mail), or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy this standard may also be secured from the ASTM website (www.astm.org/DOI/PYRIGHT).

8. 7 Anexo G. Norma ASTM D1639-90, para la determinación del valor ácido de la resina.



Designation: D 1639 – 90 (Reapproved 1996)¹

Standard Test Method for Acid Value of Organic Coating Materials¹

This standard is issued under the fixed designation D 1639; 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 approval. 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 *Notes*—Keywords were added editorially in October 1996.

1. Scope

1.1 This test method covers the measurement of the free acidity present in the nonvolatile portion of varnishes, oils, certain resins, and paint vehicles, by the reaction with standard alkali solution.

1.2 If carboxylic anhydrides are present, only one half of the reactive groups will be titrated and indicated by this test method.

1.3 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.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

- D 362 Specification for Industrial Grade Toluene²
- D 770 Specification for Isopropyl Alcohol³
- D 1259 Test Methods for Nonvolatile Content of Resin Solutions⁴
- D 1644 Test Methods for Nonvolatile Content of Varnishes⁴
- D 1960 Test Method for Loss on Heating of Drying Oils⁵

3. Terminology

3.1 Definitions:

3.1.1 *acid value*—the number of milligrams of potassium hydroxide (KOH) required to neutralize the alkali-reactive groups in 1 g of material under the conditions of test (see 6.4).

4. Significance and Use

4.1 This test method is used to determine the free acidity present in the nonvolatile portion of varnishes, oils, certain

resins, and paint vehicles by the reaction with a standard alkali solution. Use of this test method provides a means whereby the relative applicability of the varnish, oil, resin, or paint vehicle to the particular end use may be estimated by the buyer and the seller.

4.2 This test method also provides a convenient method of process control for the manufacture of certain resins and paint vehicles designed to meet particular requirements of the buyer and the seller.

5. Reagents and Solvents

5.1 *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.⁶ Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

5.2 *Phenolphthalein Indicator Solution* (10 g/L)—Dissolve 1 g of phenolphthalein in 100 mL of methanol, ethanol, or isopropanol.

5.3 *Potassium Hydroxide, Methyl Alcohol (Methanol) Solution* (1 mL = 5.6 mg KOH)—Dissolve 6.6 g of potassium hydroxide (KOH) in 1 L of methyl alcohol. Standardize against National Institute of Standards and Technology standard potassium hydrogen phthalate Standard Reference No. 84, using phenolphthalein as the indicator (5.2). Do not adjust the concentration of the solution, but calculate the milligrams of KOH per litre of solution, *K*. (See Note.)

Note 1—At the discretion of the purchaser and the seller, an aqueous solution of potassium hydroxide of 0.1 *N* or 0.5 *N* may be used.

Note 2—Potassium hydroxide, methyl alcohol (methanol) solution may be purchased from most major laboratory chemical supplier houses. This material should be standardized as just indicated.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-1 on Paint and Related Coatings, Materials, and Applications, and is the direct responsibility of Subcommittee D01.33 on Polymers and Resins.

Current edition approved Oct. 26, 1990. Published December 1990. Originally published as D 1639 – 51. Last previous edition D 1639 – 89.

² Discontinued; See 1989 Annual Book of ASTM Standards, Vol 06.03.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 06.04.

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vol 06.01.

⁵ Annual Book of ASTM Standards, Vol 06.03.

⁶ *Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications*, American Chemical Society, Washington, DC. For suggestions on the labeling of reagents not listed by the American Chemical Society, see *Analytical Standards for Laboratory Chemicals*, B081 134, Poole, Dorset, U.K., and the *United States Pharmacopoeia and National Formulary*, U.S. Pharmacopoeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

D 1639

5.4 *Neutral Solvent Mixture*—Mix equal parts by volume of Isopropyl alcohol (Isopropanol) (see Specification D 770) and Industrial Toluene (see Specification D 362). Neutralize the mixture using 0.1 N KOH solution (4.3) and phenolphthalein Indicator solution (5.2) until the pink color persists for 1 min.

6. Procedure

6.1 Weigh or transfer into a 250-ml. Erlenmeyer flask the specimen mass, *S*, prescribed in Table 1.

6.2 Add 100 ml. of neutral solvent. Mix until all material is dissolved, warming if necessary. Cool to room temperature, about 77°F (25°C), before titrating. Add 1 ml. of phenolphthalein Indicator solution and titrate with the 0.1 N KOH solution (5.3) to the end point, which is a pink color persisting for 30 s (V).

6.3 Repeat with a second specimen.

6.4 In the case of materials containing a solvent, determine the nonvolatile content in accordance with Test Methods D 1259, D 1644, D 1960 or other applicable method agreed upon between the purchaser and the seller.

TABLE 1 Specimen Size

Expected Acid Value	Approximate Specimen Mass, g	Accuracy of weighing, plus or minus, mg
0 to 5	20	50
Over 5 to 15	10	50
Over 15 to 30	5	50
Over 30 to 100	2.5	1
Over 100	1	1

7. Calculation

7.1 Calculate the acid value *A* as follows:

$$A = \frac{VK}{S \times N}$$

where:

V = volume of KOH solution required for titration of the specimen, ml.,

K = weight of KOH per millilitre of KOH solution, mg,

S = specimen weight, g, and

N = nonvolatile content of the material expressed as a decimal fraction.

7.2 Calculate the mean of the two runs.

8. Report

8.1 Report the acid value of the nonvolatile matter to the nearest decimal (0.1).

9. Precision

9.1 Because of the many types of material covered by this test method, the precision is not as good as might be expected of a quantitative analytical method. The following criteria should be used for judging the acceptability of results:

9.1.1 *Repeatability*—Duplicate results obtained by the same operator should be considered suspect if they differ by more than 10 % of the mean acid value.

9.1.2 *Reproducibility*—Two results obtained by operators in different laboratories should be considered suspect if they differ by more than 20 % of the mean acid value.

10. Keywords

10.1 free acidity; nonvolatile; oils; organic coating materials; resins; varnishes

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 approved 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 19380.

8. Anexo H. Norma ASTM D1644-01, método A, para la determinación del contenido de no volátiles en las resinas.



Designation: D1644 - 01 (Reapproved 2012)

Standard Test Methods for Nonvolatile Content of Varnishes¹

This standard is issued under the fixed designation D1644; 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 approval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or approval.

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

1. Scope

1.1 These test methods determine the fraction of a varnish that is nonvolatile at the temperature of the test while volatile solvents are driven off. It is sometimes an approximate measure of the film-forming matter in a varnish.

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. For a specific statement, see Section 3.

2. Significance and Use

2.1 These test methods are applicable to varnish and are useful to producers and users in determining nonvolatile content and are sometimes an appropriate measure of the film-forming matter in varnish.

3. Hazards

3.1 Since the flash points of some of the solvents used in coatings and related products are below the temperature of the test, care should be exercised that the lower explosive limits of the solvents are not exceeded. The amount of solvent in the oven atmosphere at any one time will depend on the number of tests (pans) in the oven, the percent nonvolatile of the samples, the size of the oven, the type of oven (mechanical or gravity convection) and the air changes per hour.

TEST METHOD A—3 h AT 105°C

4. Procedure

4.1 Place a portion of the thoroughly mixed sample in a stoppered bottle, or alternatively, in a weighing pipet or a

10-mL syringe without a needle, and from this weigh by difference 1.2 ± 0.1 g into a tared flat-bottomed metal or glass dish (Note 1), 80 to 100 mm in diameter and 5 to 10 mm in depth, such as friction-top can covers, ointment boxes, or petri dishes.

Note 1—The term "tared, flat-bottomed dish" implies that the empty dish has no measurable weight change when subjected to the same heat schedule as prescribed for the dish containing the specimen. If this is found to be not so, then more suitable vessels must be found, or corrections applied.

4.2 By gentle tilting, spread the specimen over the bottom of the dish and heat for 3 h in a ventilated oven maintained at $105 \pm 2^\circ\text{C}$. If necessary, a piece of stout wire can be included in the tare of the dish and used at intervals to break up skins by stirring during the heating period. Cool in a desiccator and weigh the dish.

5. Calculation

5.1 Calculate the percent of nonvolatile matter *NV* as follows (Note 2):

$$NV = [(C - A)/S] \times 100 \quad (1)$$

where:

A = weight of dish, g.

S = weight of specimen used, g, and

C = weight of dish and contents after heating, g.

Note 2—Determinations of nonvolatile matter by this test method may give high results due either to incomplete elimination of volatile matter or to absorption of oxygen by oxidizing-type varnishes.

6. Report

6.1 Report the nonvolatile matter of the sample to the nearest 0.1 %.

TEST METHOD B—10 min at 150°C

7. Apparatus

7.1 *Sample Transfer Device*, a 2 or 5-mL Luer syringe.

7.2 *Solids Dish*, made from metal foil of such design as to ensure reasonably good contact of the bottom surface when placed on the hot plate. Condition the dish for at least 30 min at 150°C or higher; then store in a desiccator.

¹ These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D01 on Paint and Related Coatings, Materials, and Applications and are the direct responsibility of Subcommittee D01.21 on Chemical Analysis of Paints and Paint Materials.

Current edition approved June 1, 2012. Published July 2012. Originally approved in 1999. Last previous edition approved in 2006 as D1644 - 01 (2006). DOI: 10.1520/D1644-01R12.

D1644 - 01 (2012)

7.3 *Hot-Plate*, capable of maintaining a surface temperature of $150 \pm 3.5^\circ\text{C}$ ($302 \pm 6^\circ\text{F}$).

8. Procedure

8.1 Weigh by difference from the syringe into a tared solids dish, sufficient sample to form a 65 to 125- μm (2.5 to 5.0-mil) thick nonvolatile residue. Use a minimum of toluene to distribute the specimen, by gentle swirling uniformly, over the bottom of the dish.

Note 3—Specimen size limits may be estimated from the following table, which was calculated for a material having nonvolatile matter with a specific gravity of 1.3:

Diameter of Dish	Weight of Nonvolatile Residue	
	45 mm	100 mm
For a 2.5-mil varnish film	0.12 g	0.60 g
For a 5-mil varnish film	0.25 g	1.20 g

8.2 Place the dish on the hot plate at $150 \pm 3.5^\circ\text{C}$ for 10 min. Cool to room temperature in a desiccator, then reweigh.

9. Calculation

9.1 Calculate the nonvolatile matter as described in Section 5.

10. Report

10.1 Report the nonvolatile matter of the sample to the nearest 0.1 %.

11. Keywords

11.1 nonvolatile matter content; varnishes

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 19380-3855, 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). Permission rights to photocopy this standard may also be secured from the ASTM website (www.astm.org/DOI/RIGHTS).

DGS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**



8.9 Anexo I. Norma NTC 1651. Pinturas imprimantes anticorrosivos con vehículo alquídico.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 1651 (Segunda actualización)
RESUMEN

PINTURAS. IMPRIMANTES ANTICORROSIVOS CON VEHÍCULO ALQUÍDICO

1. OBJETO

1.1 Esta norma establece los requisitos que deben cumplir los Imprimantes anticorrosivos, elaborados con resina alquídica como vehículo y pigmentos inhibidores de corrosión, diferentes del minio, solos o combinados entre sí los cuales se emplean como primera capa para el recubrimiento de superficies metálicas, a las que posteriormente deberá aplicarse una capa de acabado con una base afín y que serán acondicionadas previamente y expuestas a los ambientes No.3 y No.4 .

Este Imprimante es aplicable únicamente para uso exterior pero no en Inmersión.

Este Imprimante no debe estar en contacto con agua potable.

Esta norma no cubre los sistemas que contienen minio y/o cromo.

2. DEFINICIONES Y CLASIFICACIÓN

2.1 DEFINICIONES

Para los efectos de esta norma se establecen las siguientes:

2.1.1 Ambiente No.1

Aquel en el cual las pinturas se encuentran expuestas a las más severas condiciones, causadas por la acción de productos químicos muy fuertes, sus vapores o el condensado de los mismos, por inmersión en productos químicos diluidos o por rociado continuo con soluciones salinas.

2.1.2 Ambiente No.2

Aquel en el cual las pinturas se encuentran expuestas a la acción de productos químicos en condiciones moderadas hasta fuertes, el rociado intermitente con soluciones salinas o a exposición a la Intemperie, sola o en combinación con el tanque de humos industriales.



NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 1651 (Segunda actualización)
RESUMEN

2.1.3 Ambiente No.3

Aquél en el cual las pinturas se encuentran expuestas a condiciones de severidad intermedia causadas por la acción de humos industriales solamente o posible ataque de productos químicos, combinados con humos industriales e intemperie (con o sin condensación de humedad).

2.1.4 Ambiente No.4

Aquél en el cual las pinturas se encuentran expuestas a condiciones comunes tales como ambientes industriales, intemperie y atmósferas típicas de grandes ciudades.

....

8. APÉNDICE

8.1 NORMAS QUE DEBEN CONSULTARSE

Las siguientes normas contienen disposiciones que, mediante la referencia dentro de este texto, constituyen disposiciones de esta norma. En el momento de la publicación eran válidas las ediciones indicadas. Todas las normas están sujetas a actualización; los participantes, mediante acuerdos basados en esta norma, deben investigar la posibilidad de aplicar la última versión de las normas mencionadas a continuación.

NTC 996:1975, Pinturas y productos afines. Aplicación en láminas de ensayo.

NTC 3799:1995, Pinturas y productos afines. Determinación de metanol, benceno, diclorometano y triclorometano.

NTC 811: 1997, Método de ensayo para medir la adhesión de un recubrimiento mediante el ensayo de cinta.

NTC 845: 1997, Método de ensayo para evaluar el grado de sedimentación de la pintura.

NTC 957: 1997, Práctica para ensayar la resistencia al agua de los recubrimientos en humedad relativa del 100 %

NTC 1052: 1987, Pinturas y materias primas para pinturas. Toma de muestras.

ASTM B 117: 1995, Standard Practice for Operating Salt Spray (fog) apparatus

ASTM D 154:1993, Standard Guide for Testing Varnishes

ASTM D 522 :1995, Standard Test Method for Medrel Bend Test of Attached Organic Coatings

ASTM D 609:1984, Standard Practice for Preparation of Cold-Rolled Steel Panels for Testing Paint, Varnishes, Conversion Coatings and Related Coating Products.

ASTM D 714: 1987, Standard Test Method for Evaluating Degree of Blistering of Paints (R 1994)

ASTM D 1210: 1996, Standard Test Method for Fineness of Dispersion of Pigment-Vehicle Systems by Hegman-Type Gage.



NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 1651 (Segunda actualización)
RESUMEN

ASTM D 1308: 1987, Standard Test Method for Effect of Household Chemicals on Clear and Pigmented Organic Finishes

ASTM D 1640: 1995 Standard Test Method for Drying, Curing or Film Formation of Organic Coatings at Room Temperature.

ASTM D 1644:1988, Standard Test Method for Nonvolatile Content of Varnishes (R 1993)

ASTM D 2485: 19 ,Standard Test Method for Evaluating Coatings for High Temperature Service.

ISO 3232:1974, Paint and Varnishes- Determination of Quantity in a Container

DQS is member of:



**Formando líderes para la construcción
de un nuevo país en paz**