

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:**TARQ-676**
ANÁLISIS CINÉTICO CON DSC**TARQ:****DEFINICIÓN**

Determina los efectos de la temperatura y el tiempo sobre el grado de curado de resinas poliéster insaturado, viniléster o gel coat.

APARATOS y REACTIVOS

1. Calorímetro Diferencial de Barrido (DSC) marca Perkin Elmer o equipo similar
2. Balanza con precisión de 0.0001 gr.
3. Vaso de precipitado de 50 ml
4. Vaso de cartón encerado.
5. Espátula.
6. Tapas de aluminio con un diámetro de aprox. 5 cm
7. Porta muestras de aluminio (Pans & Covers) de 40 uL (# de parte PE 0219-0041)
8. Pinzas de punta y accesorios para manejo de porta muestras.
9. Catalizador adecuado de acuerdo a las especificaciones de producto.
10. Pipeta de plástico desechable de aprox 2 ml.
11. Nitrógeno grado industrial.
12. Oxígeno extra seco.

PROCEDIMIENTO**Condiciones del instrumento:**

1. Encender el switch del DSC el cual está colocado en la parte posterior del lado izquierdo.
2. Encender la computadora.
3. Abrir el programa Pyris.
4. Cargar el método con las condiciones de calentamiento y rampas que se requieran.
5. Abrir el tanque de N₂:
 - a) verificar que el manómetro de salida hacia la tubería marque 60 psi; ajustar si es necesario.
 - b) verificar que el manómetro hacia la entrada del instrumento marque 6 psi; ajustar si es necesario.
6. Abrir la tapa del instrumento y con ayuda de las pinzas de punta colocar un porta muestras y tapa en la celda del lado derecho (ésta será la celda de referencia).
7. Encender el Intracooler con el switch colocado en la parte posterior del lado izquierdo (queda "en "stand by"). Cuando se quiera hacer funcionar se presiona el switch "Power" de la parte frontal.

Análisis de muestra:

1. Enfriar previamente la muestra a evaluar a una temperatura entre 10 – 15 °C
2. En una charola de aluminio pesar 10 gr de muestra.
3. Agregar la cantidad y tipo de catalizador adecuado de acuerdo a especificaciones del producto o de acuerdo a las pruebas particulares requeridas.
4. Mezclar con espátula durante 8 ± 2 segundos.
5. Con ayuda de las pinzas de punta, tarar una porta muestra de aluminio con su tapa.
6. Pesar de 10 - 30 mg de muestra previamente catalizada (para dar una señal entre 1 – 10 mW)
7. Colocar la tapa del porta muestras.
8. Colocar el porta muestras dentro del equipo DSC, en la celda del lado izquierdo (ésta será celda de muestra).
9. Cerrar la tapa del instrumento.
10. Realizar análisis de acuerdo a las condiciones de método requeridas.

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:**TARQ-676**
ANÁLISIS CINÉTICO CON DSC**TARQ:****Condiciones del método:**

1. Iniciar con una corrida "**Dinámica**" a las siguientes condiciones:
 - a) sostenido 1 minuto @ 30°C
 - b) **Rampa** de 30°C -> 200°C, a una velocidad de 10°C/min
2. Una vez terminada la corrida "**Dinámica**", calcular:
 - a) la temperatura del "**Peak**"
 - b) el calor total liberado "**dH**"
3. Hacer una corrida "**Isotérmica**" a temperatura del "**Peak**" (el valor más próximo en múltiplos de 5°C).
 - a) **Rampa** de 30°C -> a la temperatura de "**Peak**", a una velocidad de 50°C/min.
 - b) **Sostenido** a la temperatura de "**Peak**" hasta que la línea base sea horizontal al eje X
4. Una vez terminada la corrida "**Isotérmica**":
 - a) enfriar a 30°C (encender el "Intracooler" si es necesario).
 - b) **Rampa** de 30°C -> 200°C, a una velocidad de 10°C/min.
 - c) Calcular el Calor Residual ("**dH residual**").
5. Retirar el porta muestras usado del instrumento.
6. Repetir del punto 3 al 5, utilizando una temperatura 10°C arriba de la temperatura "**Peak**"
7. Repetir del punto 3 al 5, utilizando una temperatura 10°C abajo de la temperatura "**Peak**"
8. Enfriar el instrumento hasta temperatura ambiente.
9. Retirar el porta muestras usado del instrumento.
10. Calcular:

$$\text{curado residual (\%)} = (\text{"dH residual"} / \text{"dH total"}) \times 100$$

$$\% \text{ de curado} = [(\text{"dH total"} - \text{"dH residual"}) / \text{"dH total"}] \times 100$$

Parámetros cinéticos (usar software de "**kinetics**").

11. Registrar según [ES-AS-08](#) "Registros de Resultados del Manual de Técnicas de Análisis"
12. FIN.