

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:**TARQ-679**
DETERMINACION DE CURADO RESIDUAL**TARQ:****DEFINICIÓN**

Curado residual es la cantidad de material que queda sin reaccionar después de una reacción de curado en resina poliéster no saturado, vinil éster o gel coat u otros materiales similares.

APARATOS y REACTIVOS

1. Calorímetro Diferencial de Barrido (DSC) marca Perkin Elmer o equipo similar.
2. Balanza con precisión de 0.1 mg.
3. Porta muestras de aluminio; # de parte PE 0219-0041 (40uL abiertas); PE B014-3017 (50 uL selladas) o medida similar.
4. Pinzas de punta y accesorios para manejo de porta muestras.
5. Pipeta de plástico desechable de aprox 2 ml.
6. Nitrógeno grado industrial.
7. Oxígeno extra seco.
8. Vasos de cartón encerado.
9. Espátula.
10. Tapas de aluminio con un diámetro de aprox. 5 cm
11. Catalizador adecuado de acuerdo a las especificaciones de producto.
12. Cúter, perforadora, sacabocados o algún otro tipo de herramienta de corte.
13. Panel de vidrio de 30 cm x 30 cm o medida similar.
14. Cera desmoldante.
15. Aplicador Universal.

PROCEDIMIENTO (VER AYUDA VISUAL AL FINAL DEL MÉTODO)**Preparación del instrumento:**

1. En el área de tanques, abrir las válvulas de Nitrógeno y de Oxígeno.
2. Verificar que el manómetro de salida del Nitrógeno marque 60 psi; ajustar si es necesario.
3. Encender el DSC con el switch que está colocado en la parte posterior al lado izquierdo del equipo.
4. Encender la computadora.
5. Abrir el programa Pyris.
6. Verificar limpieza del equipo; en caso de duda realizar programa de limpieza:
 - a) asegurar que las celdas del equipo (de muestra y de referencia) se encuentren vacías.
 - b) abrir la válvula del Oxígeno.
 - c) dar clic en **"clean furnace"**
 - d) al terminar el programa de limpieza, cerrar la válvula de oxígeno.
7. Abrir válvula de Nitrógeno:
 - a) verificar que el manómetro a la entrada del instrumento marque 6 psi; ajustar si es necesario.
8. Introducir las etapas del método (ver Tabla 1):

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:
TARQ-679
DETERMINACION DE CURADO RESIDUAL
TARQ:
Tabla 1

Tipo de muestra ->	Muestra líquida (curado en block)		Muestra líquida (curado en película)	Muestra sólida
Tipo de análisis ->	curado total dinámico	curado isotérmico y curado residual	curado residual	
Etapa 1	sostenido 1 min @ 10°C	rampa 10°C -> 60°C @ 200°C/min	sostenido 1 min @ 10°C	
Etapa 2	rampa 10°C -> 200°C @ 10°C/min	sostenido a 60°C ¹	rampa 10°C -> 200°C @ 10°C/min	
Etapa 3	enfriar @ 10°C ²	enfriar @ 10°C	enfriar @ 10°C ²	
Etapa 4		sostenido 1 min @ 10°C		
Etapa 5		rampa 10°C -> 200°C @ 10°C/min		
Etapa 6		enfriar @ 10°C ²		

¹ el sostenido se deja hasta que la línea base sea horizontal al eje X (esto tarda aprox 40-60 minutos, dependiendo del tipo de muestra).

² encender el **"Intracooler"** si es necesario

Análisis de muestra líquida (curado en block):
a) curado total dinámico

1. Enfriar previamente la muestra a evaluar a una temperatura aprox de 10°C
2. En un vaso de cartón encerado pesar 50 ± 0.01 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 15 ± 5 segundos.
5. Con ayuda de las pinzas de punta, tarar un 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 aprox.)
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. Correr muestra a las condiciones indicadas en Tabla 1:
11. Retirar el porta muestras usado del instrumento.
12. Calcular:

a) el "dH" total (Curado Total Dinámico)
b) curado isotérmico y curado residual.

1. Enfriar previamente la muestra a evaluar a una temperatura aprox de 10°C
2. En un vaso de cartón encerado pesar 50 ± 0.01 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 15 ± 5 segundos.
5. Con ayuda de las pinzas de punta, tarar un 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 aprox.)
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.

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:**TARQ-679**
DETERMINACION DE CURADO RESIDUAL**TARQ:**

10. Correr muestra a las condiciones indicadas en Tabla 1:
11. Retirar el porta muestras usado del instrumento.
12. Calcular
 - a) el "***dH***" en la etapa isotérmica ("***curado Isotérmico***")
 - b) el "***dH***" en la etapa dinámica ("***curado residual***")

Análisis de muestra líquida (curado en película):

1. Con ayuda de un pedazo de manta o rollo, aplicar una capa de desmoldante al panel de vidrio; quitar el exceso con un pedazo de manta o rollo limpio.
2. Verificar que el aplicador universal esté ajustado en 20 mils.
3. Colocar el aplicador universal sobre el panel de vidrio.
4. Colocar un vaso de cartón encerado sobre la balanza y tarar a ceros.
5. Pesar 100 ± 0.01 gr de muestra
6. Agregar el tipo y cantidad de catalizador de acuerdo a las especificaciones del producto o de acuerdo a las pruebas particulares requeridas.
7. Homogenizar el producto ya catalizado, con ayuda de una espátula durante 15 ± 5 segundos.
8. Colocar la cantidad suficiente de muestra catalizada sobre el panel de vidrio, frente al aplicador universal.
9. Deslizar el aplicador universal sobre el panel de vidrio con un movimiento uniforme.
10. Limpiar el exceso de muestra del panel de vidrio y del aplicador universal.
11. Permitir que la película aplicada gele.
12. Permitir que la película aplicada tenga la consistencia necesaria para realizar los cortes.
13. Con ayuda de la herramienta de corte (puede ser un cúter, un sacabocados o una perforadora) cortar la cantidad necesaria de piezas según las pruebas requeridas.
14. Con ayuda de las pinzas de punta, tarar un porta muestra de aluminio con su tapa.
15. Colocar una pieza cortada dentro del porta muestras, registrar el peso.
16. Colocar la tapa del porta muestras.
17. Colocar el porta muestras dentro del equipo DSC, en la celda del lado izquierdo (ésta será celda de muestra).
18. Cerrar la tapa del instrumento.
19. Correr muestra a las condiciones indicadas en Tabla 1:
20. Retirar el porta muestras usado del instrumento.
21. Calcular:
 - a) el "***dH***" en la etapa dinámica ("***curado residual***").

Análisis de muestra sólida:

1. Con ayuda de la herramienta de corte (puede ser un cúter, un sacabocados o una perforadora) cortar la cantidad necesaria de piezas según las pruebas requeridas.
2. Con ayuda de las pinzas de punta, tarar un porta muestra de aluminio con su tapa.
3. Colocar una pieza cortada dentro del porta muestras, registrar el peso.
4. Colocar la tapa del porta muestras.
5. Colocar el porta muestras dentro del equipo DSC, en la celda del lado izquierdo (ésta será celda de muestra).
6. Cerrar la tapa del instrumento.
7. Correr muestra a las condiciones indicadas en Tabla 1:
8. Retirar el porta muestras usado del instrumento.
9. Calcular:
 - a) el "***dH***" en la etapa dinámica ("***curado residual***").
10. Cálculos:

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-679
DETERMINACION DE CURADO RESIDUAL

TARQ:

curado residual (%) = (*"dH residual"* / *"dH total"*) x 100

% de curado = [(*"dH total"* – *"dH residual"*) / *"dH total"*] x 100

11. Reportar el curado residual con su valor de **J/gr** cuando no se conoce el curado total.
12. Registrar según [ES-AS-08](#) "Registros de Resultados del Manual de Técnicas de Análisis"
13. FIN.

AYUDA VISUAL:



Seleccionar programa Pyris.

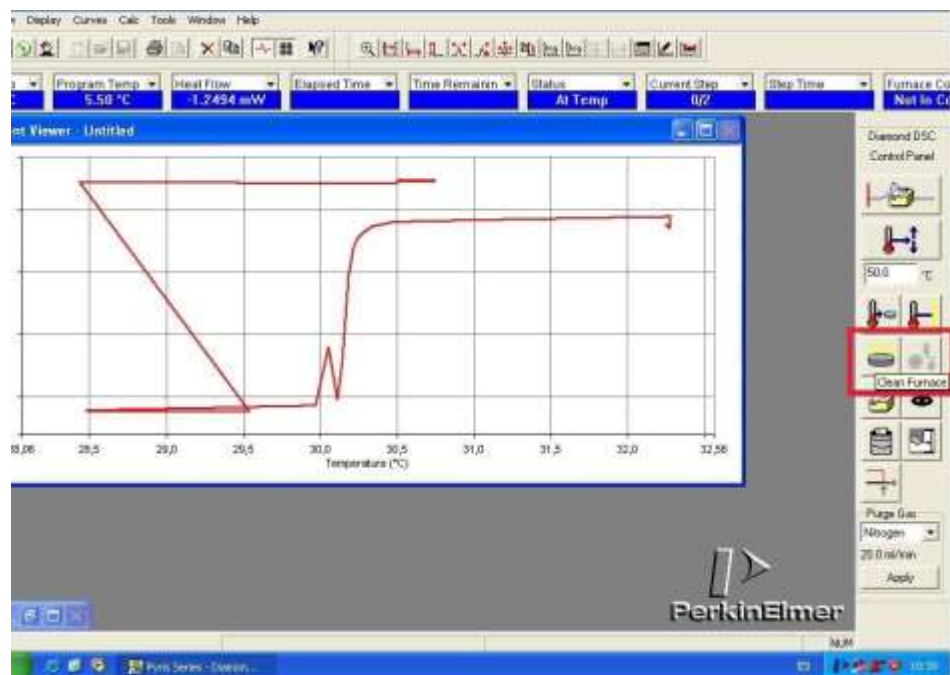
MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-679
DETERMINACION DE CURADO RESIDUAL

TARQ:



Iniciar programa Pyris.

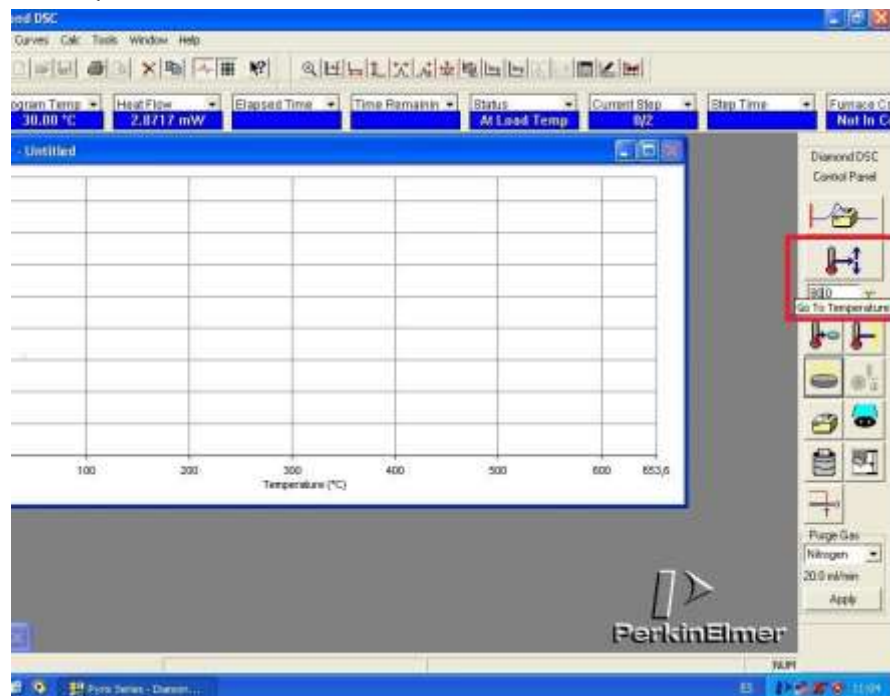


Limpiar equipo ("clean furnace").

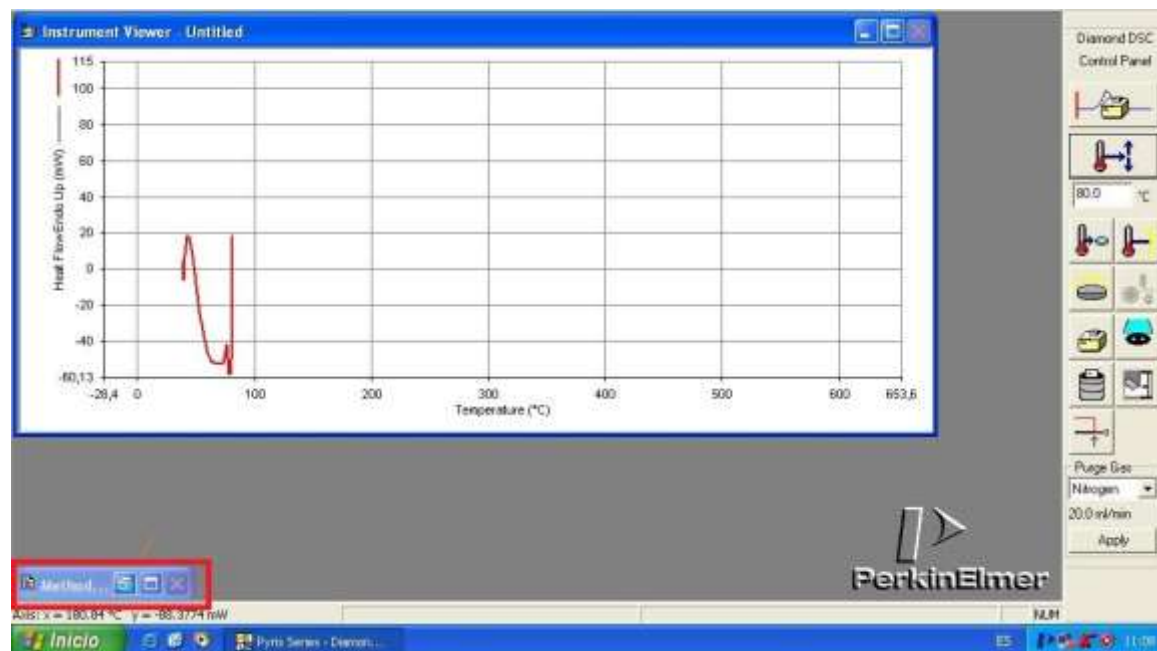
MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-679
DETERMINACION DE CURADO RESIDUAL

TARQ:



Ir a temperatura deseada ("go temp").

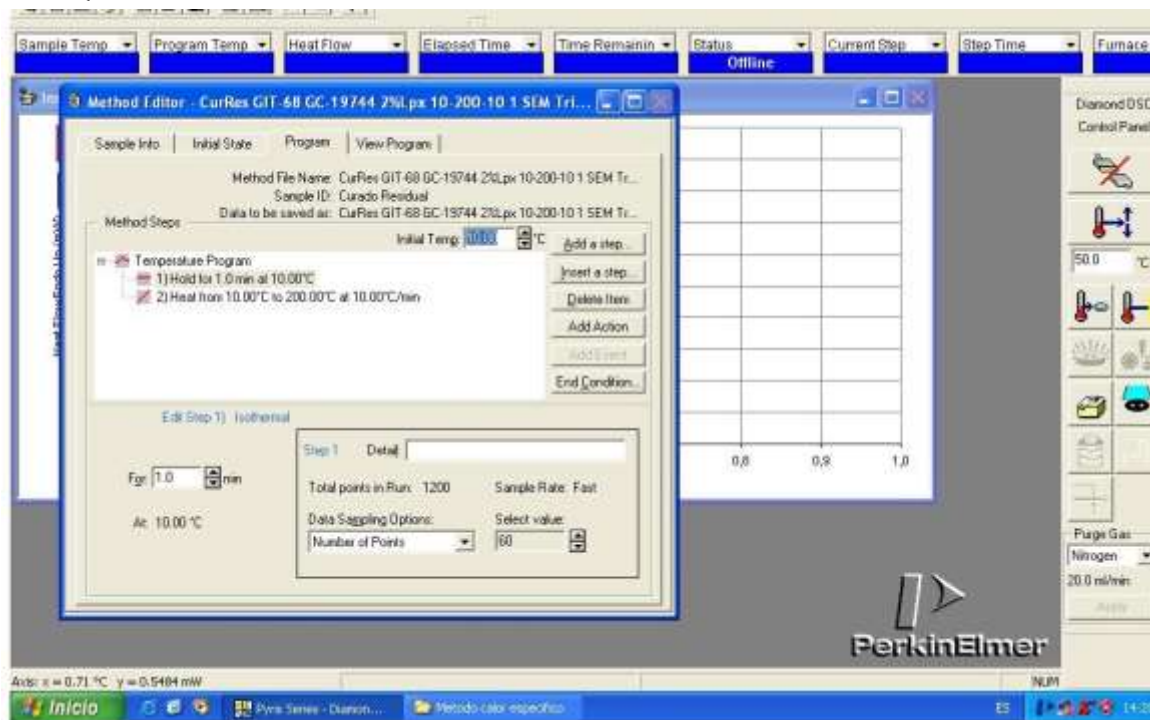


Abrir editor de métodos.

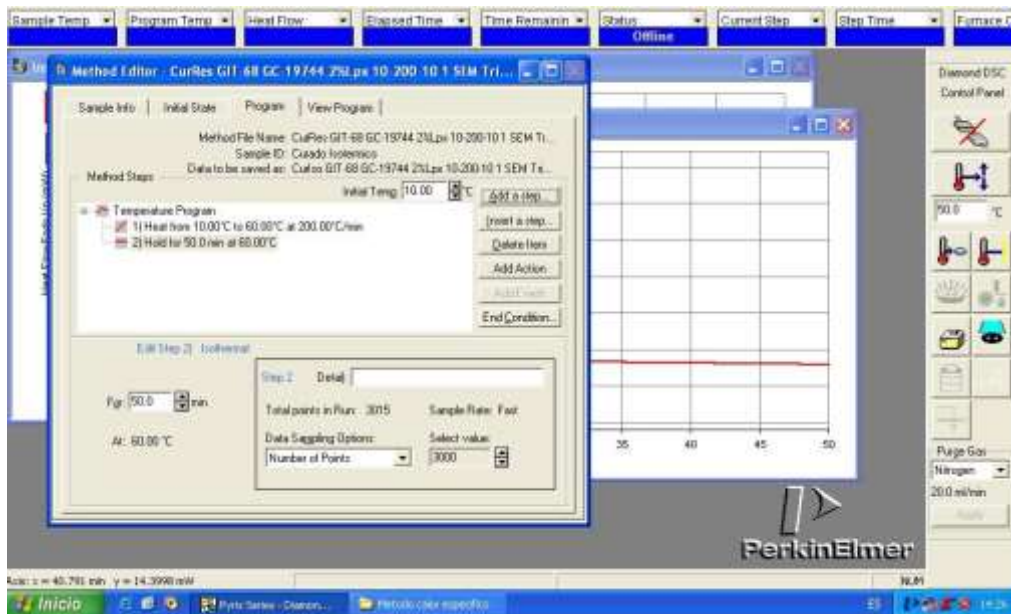
MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-679
DETERMINACION DE CURADO RESIDUAL

TARQ:



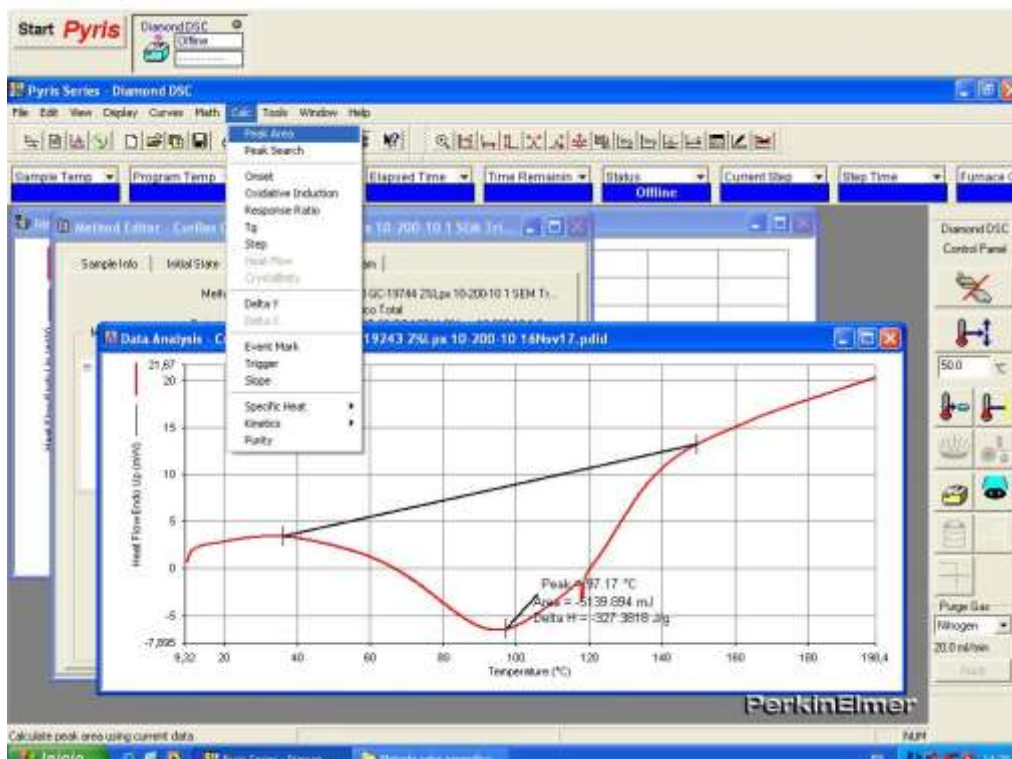
Editar etapas del método (ejemplo: Curado residual)



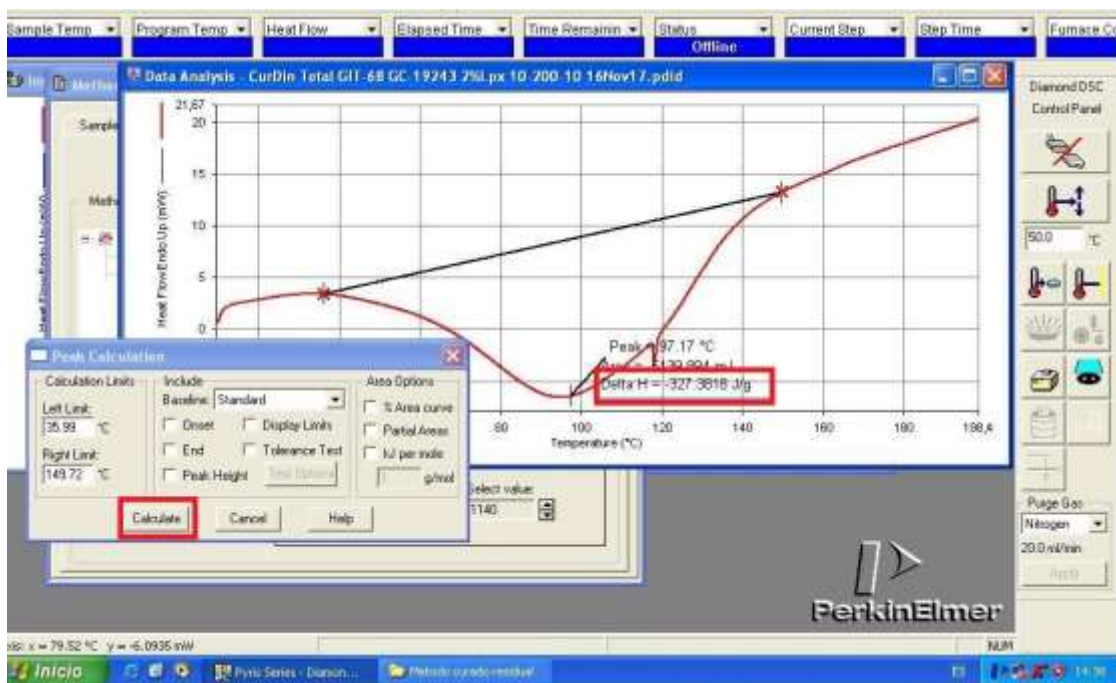
Editar etapas del método (ejemplo: Curado isotérmico).

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN: **TARQ-679 DETERMINACION DE CURADO RESIDUAL**

TARQ:

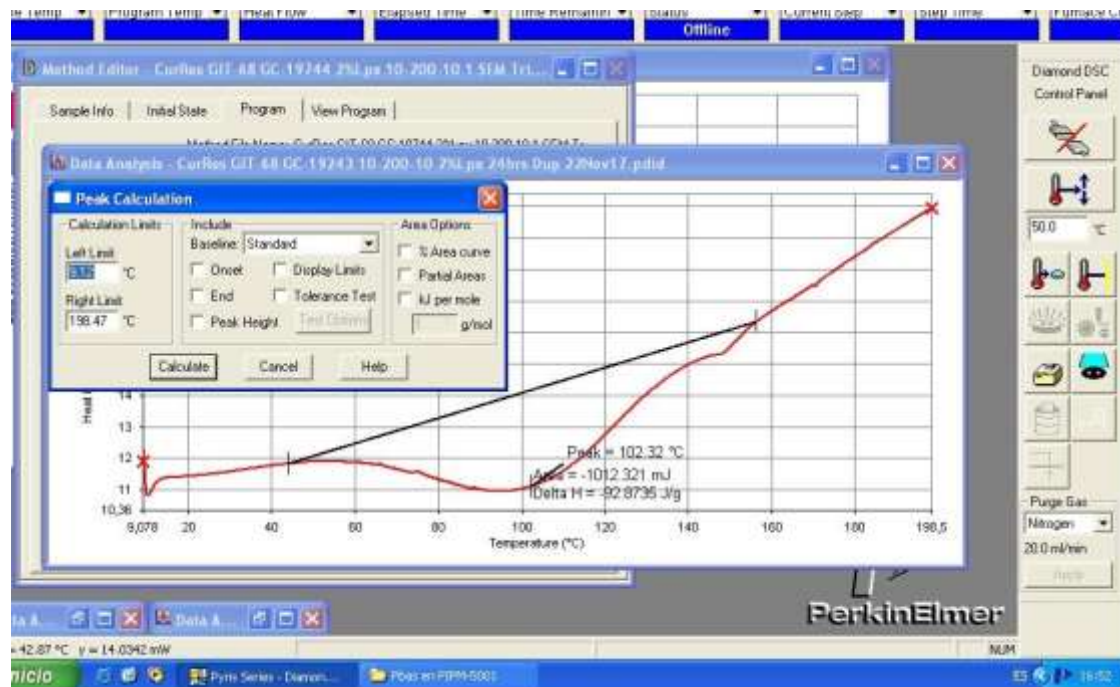


Calcular dH



MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:
TARQ-679
DETERMINACION DE CURADO RESIDUAL
TARQ:

Calcular dH (ejemplo: Curado dinámico total)

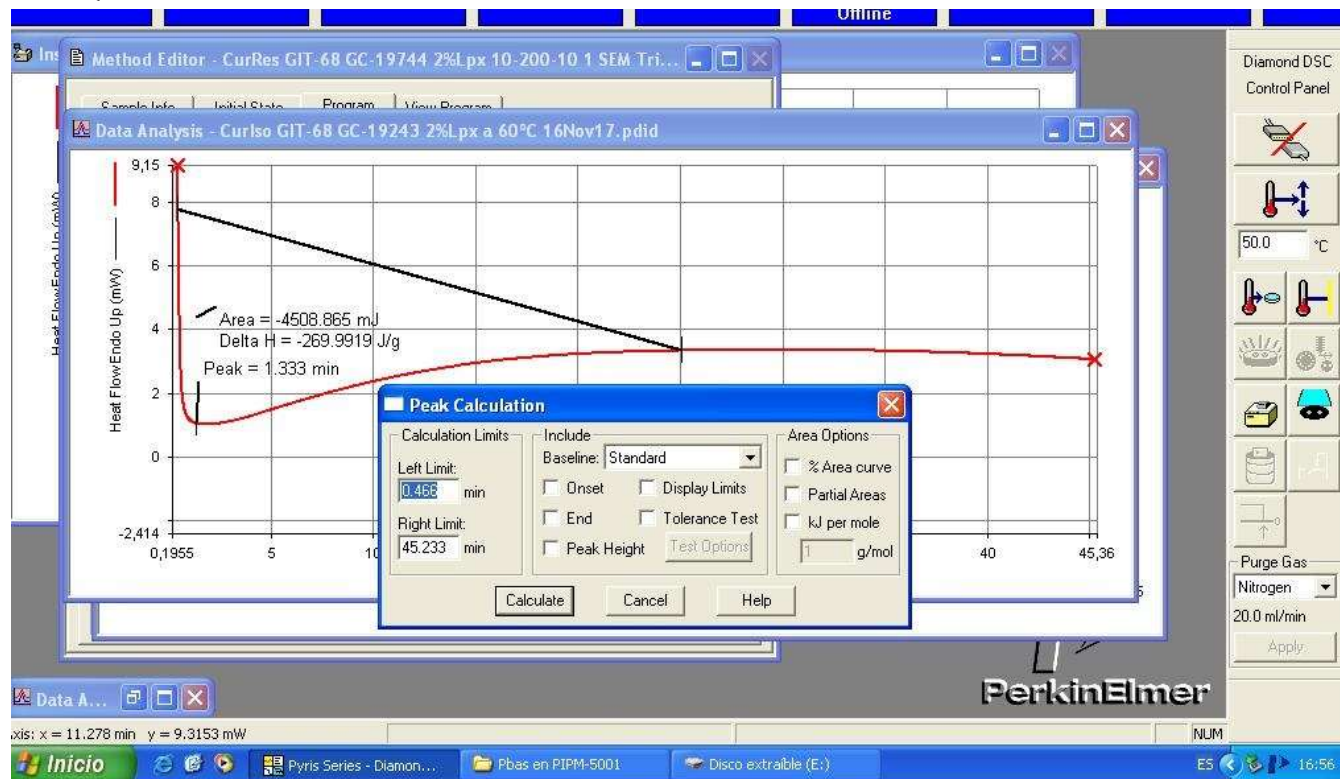


Calcular dH (ejemplo: Curado residual)

MÉTODO:
 DESCRIPCIÓN:

TARQ-679
DETERMINACION DE CURADO RESIDUAL

TARQ:



Calcular dH (ejemplo: Curado isotérmico)