

MINISTERIO DE FOMENTO



COMISION VENEZOLANA
DE NORMAS INDUSTRIALES

NORMA VENEZOLANA

METODOS DE ENSAYO PARA LA EXTRACCION
POR SOLVENTE DEL MATERIAL NO RETICULADO
EN LOS PLASTICOS DE ETILENO RETICULADOS



CODELECTRA

CDU
678.743

COVENIN
1687-80

NORMA VENEZOLANA

METODOS DE ENSAYO PARA LA EXTRACCION POR
SOLVENTE DEL MATERIAL NO RETICULADO EN
LOS PLASTICOS DE ETILENO RETICULADOS

Elaborado por:

COMITE DE ELECTRICIDAD
(CODELECTRA)

METODOS DE ENSAYO PARA LA EXTRACCION POR
SOLVENTE DEL MATERIAL NO RETICULADO EN
LOS PLASTICOS DE ETILENO RETICULADOS1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

254-77 Cedazos de ensayo.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

2.1 Esta norma establece dos métodos de ensayo para la extracción, mediante los solventes decahidronaftaleno y xileno, del material no reticulado en materiales aislantes del tipo plásticos de etileno, capaces de ser reticulados.

2.2 Los métodos son aplicables a plásticos de etileno reticulado de todas las densidades, incluyendo aquellos que contienen rellenos.

3 METODO A

3.1 RESUMEN

Este método consiste en tomar muestras de plásticos de etileno reticulado, pesarlas y sumergirlas en el solvente extractante a la temperatura especificada en las condiciones de ensayo y por el tiempo indicado en procedimiento. Después de la extracción, los especímenes son removidos, secados y pesados nuevamente. La cantidad de material extraído se calcula a partir de los datos obtenidos.

NOTA: Este método A permite una extracción más completa en menor tiempo y es utilizado como ensayo de referencia.

3.2 EQUIPO

El equipo de extracción se ilustra en la fig. 1 y consta de los elementos siguientes:

3.2.1 Balón de cristal esmerilado con boca grande y de tapón de corcho, de tamaño adecuado para el ensayo.

3.2.2 Manta calefactora con la suficiente capacidad calorífica para llevar los solventes a su punto de ebullición.

3.2.3 Condensador de reflujo de vidrio esmerilado para adaptarlo al balón.

3.2.4 Soporte y pinzas apropiadas.

3.2.5 Equipo para moler, adecuado para reducir la muestra a una finura de malla entre 30 a 60.

NOTA: Cualquier tipo de molino es satisfactorio siempre que se produzca la finura requerida y no se genere calor excesivo.

3.2.6 Cedazos COVENIN 595 μ (No. 30) y 250 μ (No. 60).

3.2.7 Malla metálica de acero inoxidable o de cobre No. 120.

3.2.8 Horno de vacío capaz de crear un vacío de 711,2 mm Hg (28 pulgadas Hg) como mínimo y equipado con un termómetro capaz de medir 150°C.

3.3 REACTIVOS

3.3.1 Decahidronaftaleno, punto de ebullición de 190°C a 193°C.

3.3.2 Xileno, punto de ebullición de 138° a 141°C.

3.4 PREPARACION Y CONSERVACION DE LA MUESTRA.

3.4.1 La muestra a ensayar consiste en, al menos, dos probetas conteniendo cada una 0,300 g \pm 0,015 g del plástico en estudio, pesadas con 0,001 g de precisión.

3.4.2 Las probetas se muelen hasta reducirlas a una finura tal que pasen a través de un cedazo de malla galga 30. Luego se agita este material cernido sobre un cedazo de malla galga 60 y se rechaza cualquier material que pase a través de él.

3.4.3 Las probetas originadas deben ser homogéneas, consistentes de muestras representativas del material aislante.

NOTA: Cuando se trata de ensayar el material aislante de cables para uso eléctrico, las probetas consisten de una mezcla de muestras representativas de la aislación lo más cercana al conductor y muestras representativas de la aislación cercana a la periferia exterior del conjunto, además de porciones específicas del material aislante.

3.5 CONDICIONES DE ENSAYO

3.5.1 Acondicionamiento de la muestra

Se condicionan las probetas de ensayo a 23°C \pm 2°C y 50% \pm 5% de humedad relativa por no menos de 40 horas anteriores al ensayo. Las tolerancias permitidas para estos valores son de \pm 1°C y \pm 2% de humedad relativa.

3.5.2 Condiciones ambientales

Las condiciones de la atmósfera de laboratorio que se deben presentar son los valores normalizados de $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ y $50\% \pm 5\%$ de humedad relativa, a menos que se especifique lo contrario para un procedimiento en particular. Las tolerancias permitidas son de $\pm 1^{\circ}\text{C}$ y $\pm 2\%$ de humedad relativa.

3.6 PRECAUCIONES

3.6.1 El xileno y el decahidronaftaleno son solventes tóxicos e inflamables y como tales deben ser manejados cuidadosamente.

3.6.2 Se debe utilizar una campana de extracción de gases cuya efectividad debe ser revisada antes de comenzar los ensayos.

3.6.3 No se inhalen los vapores. Una inhalación excesiva de los vapores puede causar desvanecimiento o dolor de cabeza, o ambos. En el caso de inhalación excesiva procurese aire fresco.

3.7 PROCEDIMIENTO

3.7.1 Se prepara un cilindro de 10 mm de diámetro y 40 mm de altura, sellado por un extremo y abierto por el otro, utilizando para ello un pedazo de malla metálica de acero inoxidable de galga N° 120. Se pesa este cilindro (W_1).

3.7.2 Se coloca aproximadamente 0,3 g de la muestra dentro del cilindro. Se pesa de nuevo para obtener W_2 . Se dobla el lado abierto para formar una jaula y se asegura. Se vuelve a pesar para obtener W_3 .

3.7.3 Se llena un balón de 500 ml con 350 g de solvente ó un balón de 2 000 ml con 1 000 g de solvente, como se describe en 3.2.1 y se sumerge el cilindro en el solvente. Se agrega 1% de antioxidante en el solvente para inhibir una reticulación adicional de la muestra.

NOTA: Puede ocurrir alguna degradación del material por oxidación a la temperatura de reflujo de los extractantes, por lo que se añade un antioxidante adecuado al extractante para inhibir tal degradación.

3.7.4 Se hierve vigorosamente el solvente, lo suficiente para que el condensador caigan de 20 a 40 gotas por minuto. El cilindro se sumerge en el solvente suspendido de un alambre fino, tal que el borde inferior esté casi tocando el fondo del balón. El tiempo para la extracción es de 6 horas para el decahidronaftaleno y de 12 horas para el xileno.

3.7.5 Después de la extracción, se coloca inmediatamente el cilindro en un horno en vacío precalentado a 150°C . Se seca la muestra bajo presión constante de al menos 711,2 mm de Hg (28 pulgadas de Hg). Se de

ja enfriar y se pesa para obtener W_4 .

3.7.6 Si la muestra absorbe humedad, se deja enfriar en una evaporadora antes de ser pesada.

3.8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

3.8.1 El porcentaje de extracción por solvente se calcula como sigue:

Extracción (%) = $\frac{\text{peso perdido durante la extracción}}{\text{peso de la muestra original- peso del relleno}}$

$$= \frac{(W_3 - W_4)}{(W_2 - W_1) - F(W_2 - W_1)} \times 100 = \frac{(W_3 - W_4)}{(1 - F)(W_2 - W_1)} \times 100$$

donde:

W_1 = peso del cilindro (abierto por un lado)

W_2 = peso de la muestra y el cilindro (abierto por un lado)

W_3 = peso de la muestra y el cilindro (cerrado)

W_4 = peso de la muestra y el cilindro después de la extracción y el secado, y

F = Fracción del relleno (que es insoluble en el solvente) en el compuesto del polietileno.

NOTA: Normalmente, el valor de F lo suministra el fabricante.

3.9 INFORME.

En el informe se debe incluir lo siguiente:

3.9.1 Fecha de realización del ensayo.

3.9.2 Realizado de acuerdo a la Norma COVENIN 1687.

3.9.3 Identificación completa del compuesto de plástico.

3.9.4 Densidad del polietileno en el compuesto (normalmente lo suministra el fabricante).

3.9.5 Porcentaje de peso del polietileno en el compuesto (normalmente lo suministra el fabricante).

3.9.6 Porcentaje de extracción, el valor para cada probeta y el valor medio de la muestra.

3.9.7 Cualquier observación especial que interese.

4 METODO B

4.1 RESUMEN

Este método se realiza en la misma manera que el método de referencia A y sólo difiere en la forma de preparar la muestra.

NOTA: Ensayando según este método alternativo se observa que los valores obtenidos pueden ser un poco más bajos que los obtenidos por el método A.

4.2 EQUIPO

Se utiliza el mismo equipo descrito en 3.2.

4.3 REACTIVOS

Decahidronaftaleno, punto de ebullición de 190°C a 193°C.

4.4 PREPARACION Y CONSERVACION DE LA MUESTRA

4.4.1 Se corta una tira de aproximadamente 0,4 mm de espesor.

NOTA: Cuando se trata del material aislante de cables eléctricos, la tira de ensayo se toma cercana al conductor solamente cuando no tenga pantalla o blindaje. En cables de alta tensión que emplean pantallas semiconductoras extruidas sobre el conductor ó cintas semiconductoras, la tira se corta tan cerca como sea posible a lo largo de la superficie blindada, teniendo cuidado de no incluir cualquier compuesto semiconductor. (Ver fig. 2).

4.4.2 Se corta longitudinalmente una sección de aproximadamente 6 mm de anchura, a través de la porción central de la tira obtenida como se describe en 4.4.1. Las secciones exteriores de esta tira se descartan, dejando solamente una muestra del material más cercano al conductor o a la superficie blindada. Esta muestra se corta en piezas que midan aproximadamente 6 mm por 6 mm para la extracción.

NOTA: En el caso de cables eléctricos, las dimensiones dadas en 4.4.2 son para tamaños de cable 1/0 y mayores. Para tamaños de cable 2 y menores, las dimensiones serán proporcionalmente menores.

4.5 CONDICIONES DE ENSAYO.

Son las mismas que se especifican en 3.5.

4.6 PRECAUCIONES

Son las mismas que se especifican en 3.6.

4.7 PROCEDIMIENTO

4.7.1 Se colocan aproximadamente 0,3 g de la muestra cortada, como se describe en 4.4, en un cilindro previamente pesado (W_1), y se vuelve a pesar para obtener W_2 . Se cierra el cilindro doblando el lado abierto y asegurándolo. Se pesa este cilindro con la muestra adentro para obtener W_3 (Ver el punto 3.7).

4.7.3 Después de la extracción se seca la probeta y se vuelve a pesar para obtener W_4 como se describe en 3.7.

4.8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS.

El porcentaje de la extracción por solvente se calcula como se describe en 3.8.

4.9 INFORME

Se realiza de la misma forma descrita en 3.9 pero debe incluirse que se utiliza el método B.

BIBLIOGRAFIA

ASTM D2765-72 Standard Methods of Test for Degree of Crosslinking in Crosslinked Ethylene Plastics as Determined By Solvent Extraction.

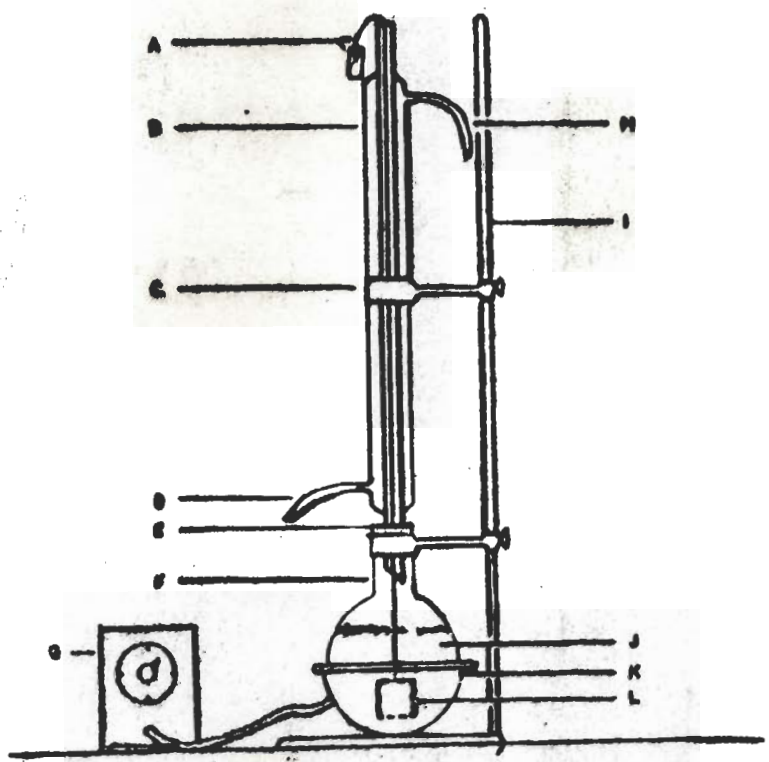


Fig. 1 Aparato de extracción

- A. Tarjeta de Identificación
- B. Condensador
- C. Pinza
- D. Entrada de agua
- E. Unión
- F. Tope del balón
- G. Transformador variable
- H. Salida de agua
- I. Soporte
- J. Decahidronaftaleno ó Xileno
- K. Manta calefactora
- L. Cilindro de malla 120 que contiene la probeta

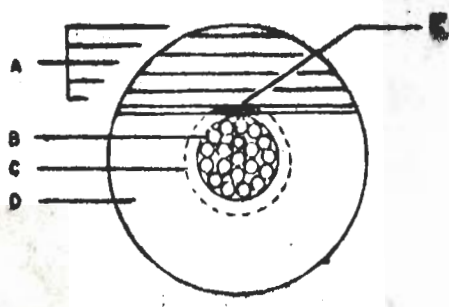


Fig. 2 Corte de la sección transversal de un cable de alta tensión mostrando la localización de la probeta.

- A. Trozos o raspaduras (descartar)
- B. Pantalla semiconductiva del conductor

- C. Area más propensa a estar insuficientemente reticulada.
- D. Aislamiento de polietileno reticulado.
- E. Probeta para la prueba de extracción (área sombreada).

NOTA: El N° de malla es el número de agujeros por pulgada de longitud del cedazo.

