

**DESARROLLO DE UN RECUBRIMIENTO  
INTUMESCENTE UTILIZADO COMO  
PROTECTOR DE ESTRUCTURAS DE ACERO**



UNIVERSIDAD DE CARABOBO  
AREA DE ESTUDIOS PARA GRADUANDOS  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
MAESTRÍA EN INGENIERÍA DE PROCESOS



**DESARROLLO DE UN RECUBRIMIENTO INTUMESCENTE UTILIZADO  
COMO PROTECTOR DE ESTRUCTURAS DE ACERO**

AUTOR: Lic. Hermes Alfaro

TUTOR: Dr. Sergio Pérez

Naguanagua, Enero 2014



**UNIVERSIDAD DE CARABOBO**  
**AREA DE ESTUDIOS DE POST GRADO**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA**  
**MAESTRIA EN INGENIERIA DE PROCESO**



**DESARROLLO DE UN RECUBRIMIENTO INTUMESCENTE UTILIZADO  
COMO PROTECTOR DE ESTRUCTURAS DE ACERO**

**AUTOR: Lic. Hermes Alfaro D.**

Trabajo de grado presentado ante el área de Estudios de Postgrado de la Universidad de Carabobo para optar al Título de Magister en Ingeniería de Procesos.

Naguanagua, Enero de 2014



UNIVERSIDAD DE CARABOBO  
FACULTAD DE INGENIERIA  
DIRECCIÓN DE ESTUDIOS PARA GRADUADOS  
SECCIÓN DE GRADO



## ACTA DE DISCUSIÓN DE TRABAJO DE GRADO

En atención a lo dispuesto en los Artículos 137, 138 y 139 del Reglamento de Estudios de Postgrado de la Universidad de Carabobo, quienes suscribimos como Jurado designado por el Consejo de Postgrado de la Facultad de Ingeniería, de acuerdo a lo previsto en el Artículo 135 del citado Reglamento, para estudiar el Trabajo de Grado titulado:

### **“DESARROLLO DE UN RECUBRIMIENTO INTUMESCENTE UTILIZADO COMO PROTECTORES DE ESTRUCTURAS DE ACERO”**

Presentado para optar al grado de **MAGÍSTER EN INGENIERÍA DE PROCESOS** por el (la) aspirante:

**HERMES ALFARO**  
V.- 4.825.661

Habiendo examinado el Trabajo presentado, decidimos que el mismo está **APROBADO**.

En Valencia, a los ocho (08) día del mes de Julio del año dos mil quince.

Prof. Olga Martínez  
C.I.: 7.058.187  
Fecha: 08/07/2015

Prof. Irina León  
C.I.: 7.025.454  
Fecha: 08/07/2015

FE: 01/07/2015/D6.-



Prof. Ana Fumero  
C.I.: 9.678.682  
Fecha: 08/07/2015

## RESUMEN

### DESARROLLO DE UN RECUBRIMIENTO INTUMESCENTE UTILIZADO COMO PROTECTOR DE ESTRUCTURAS DE ACERO

**AUTOR: Lic. Hermes Alfaro**

**TUTOR: Dr. Sergio Pérez**

**Naguanagua, Enero 2014**

El hierro y los metales son considerados totalmente inmunes a la acción del fuego; sin embargo, se ha demostrado que luego de estar expuesto a una acción térmica, disminuyen sensiblemente sus propiedades mecánicas conforme a la elevación de la temperatura. En base a esto se prepararon tres tipos de recubrimientos intumescentes de diferente naturaleza química, fenólicos, poliuretanos y epoxy-poliamida, con el objeto de obtener un sistema que retrase el tiempo de colapso del acero de tal manera que puesto en servicio y en condiciones incendio se puedan salvar vidas.

Se emplearon como pigmentos activos una mezcla de dióxido de titanio, caolín, polifosfato de amonio, urea y pentartritrol, cuidadosamente balanceada para obtener el mejor comportamiento.

Los recubrimientos fueron caracterizados siguiendo diferentes métodos de ensayos y las pruebas frente a la acción del fuego se realizaron determinando el índice límite de oxígeno (ASTM D 2863), intumescencia y el avance de la llama en el túnel inclinado (ASTM D 3806).

Los resultados experimentales indican que los tres recubrimientos presentan buenas características intumescentes y de resistencia al fuego donde el comportamiento del mismo sigue la siguiente secuencia:

**FENÓLICO>POLIURETANO>EPOXY**

Adicional se realiza estudio económico donde se obtienen que los costos y precio de ventas para el fenólico son los más bajos de los tres recubrimientos estudiados.

**Palabras claves:** Recubrimientos, intumescentes, fenólicos, poliuretanos, epoxy, PVC, LOI

## ÍNDICE GENERAL

	<b>Pág.</b>
<b>Introducción .....</b>	<b>9</b>
<b>Capítulo I. Planteamiento del Problema.....</b>	<b>2</b>
1.1 Planteamiento del Problema.....	<u>5</u>
1.2 Formulación del Problema .....	6
1.3 Objetivos de la investigación. ....	6
1.3.1 Objetivo general.....	6
1.3.2 Objetivos específicos .....	6
1.4 Justificación.....	<u>7</u>
1.5 Limitaciones.....	<u>8</u>
<u>1.6 Alcance.....</u>	<u>8</u>
<b>Capítulo II. Marco Teórico. ....</b>	<b><u>9</u></b>
2.1 Antecedentes .....	<u>9</u>
2.2 Bases Teóricas.....	<u>13</u>
2.2.1 La química y la física del fuego .....	13
2.2.2 Llama de difusión y premezclado .....	14
2.2.3 Transferencia de calor .....	18
2.2.4 Teoría de intumescencia.....	20
2.2.5 Proceso de dispersión.....	25

2.2.6 Tipos de flujo y número de Reynolds .....	25
2.3 Marco conceptual .....	30
<b>Capítulo III. Marco Metodológico.....</b>	<b>33</b>
3.1 Desarrollo de un recubrimiento para protección pasiva contra incendio .....	33
3.2 Caracterización físico-química del recubrimiento obtenido .....	35
3.3 Analisis del comportamiento ante diferentes condiciones .....	36
3.4 Evaluación los factores de desempeño.....	37
3.5 Evaluación económica del recubrimiento desarrollado .....	39
3.6 Aporte de pautas iniciales para el desarrollo de norma técnica .....	40
<b>Capítulo IV. Presentación y discusión de resultados experimentales .....</b>	<b>41</b>
4.1 Desarrollo de los recubrimientos .....	41
4.1.2 Diseño y cálculos generales .....	43
4.1.3 Etapa de dispersión .....	45
4.1.3.1 Estabilidad de las dispersiones.....	46
4.2 Caracterización físico química.....	49
4.3 Analisis del recubrimiento en condiciones de incendio.....	53
4.4 Pruebas funcionales.....	57
4.4.1 Preparación de superficie .....	57
4.4.2 Preparación del recubrimiento .....	57
4.4.3 Aplicación de los sistemas protectores .....	58

4.4.3.1 Condiciones de aplicación.....	58
4.5 Evaluación económica .....	71
4.5.1 Costos de manufactura .....	71
4.5.1.1 Costos fijos y variables .....	71
4.5.2 Precio de ventas .....	74
4.5.3 Índice de cálculo de costos de aplicación .....	75
4.5.3.1 Cálculo del valor hora-hombre en la aplicación del sistema protector ....	76
4.6 Especificaciones de uso y normativa .....	80
4.6.1 Especificaciones de uso.....	80
4.6.2 Normativa.....	84
<b>Conclusiones .....</b>	<b>88</b>
Recomendaciones .....	91
Bibliografía .....	92
Anexos .....	98

## ÍNDICE DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
<b>Tabla 2.1</b> Límite inferior y superior de inflamabilidad en el aire .....	95
<b>Tabla 2.2</b> Ejemplos de agentes carbonizantes .....	22
<b>Tabla 2.3</b> Ejemplos de agentes catalizadores .....	23
<b>Tabla 2.4</b> Ejemplos de agentes productores de gases .....	24
<b>Tabla 2.5</b> Ejemplos de agentes formadores de películas .....	24
<b>Tabla 4.1</b> Caracterización de pigmentos .....	41
<b>Tabla 4.2</b> Caracterización de pigmentos intumescentes .....	42
<b>Tabla 4.3</b> Caracterización de las resinas .....	42
<b>Tabla 4.4</b> Caracterización de los solventes .....	43
<b>Tabla 4.5</b> Características de formulación de recubrimientos intumescentes .....	44
<b>Tabla 4.6</b> Características de dispersor Cowles .....	45
<b>Tabla 4.7</b> Características de dispersión .....	47
<b>Tabla 4.8</b> Caracterización en estado líquido .....	49
<b>Tabla 4.9</b> Caracterización de los recubrimientos aplicados .....	51
<b>Tabla 4.10</b> Resistencia al fuego de los recubrimientos .....	53
<b>Tabla 4.11</b> Condiciones ambientales de aplicación .....	59
<b>Tabla 4.12</b> Relación de preparación .....	61

<b>Tabla 4.13</b>	Resistencia al fuego de los recubrimientos .....	62
<b>Tabla 4.14</b>	Elevación de la temperatura en función del tiempo, .....	66
<b>Tabla 4.15</b>	Clasificación de costos fijos.....	72
<b>Tabla 4.16</b>	Clasificación de costos variables .....	73
<b>Tabla 4.17</b>	Clasificación del costo total y valor del punto de equilibrio.....	73
<b>Tabla 4.18</b>	Rendimiento de pintura y aplicación por espesor de aplicación .....	76
<b>Tabla 4.19</b>	Costo global de preparación de superficie y aplicación.....	77
<b>Tabla 4.20</b>	Porcentaje de costo global de preparación de superficie y aplicación ...	77

## ÍNDICE DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
<b>Figura 2.1</b> Representación esquemática de superficie en ignición .....	95
<b>Figura 2.2</b> Patrón de flujo y nivel de dispersión .....	22
<b>Figura 3.1</b> Dispensora de alta velocidad, escala de laboratorio.....	35
<b>Figura 3.2</b> Relación de punto de equilibrio de costos en la fabricación .....	40
<b>Figura 4.1</b> Resistencia al fuego.....	54
<b>Figura 4.2</b> Valores de intumescencia.....	54
<b>Figura 4.3</b> Valores de LOI.....	55
<b>Figura 4.4</b> Valores de pérdida de peso.....	55
<b>Figura 4.5</b> Resistencia al fuego ( Sistemas) .....	63
<b>Figura 4.6</b> Valores de intumescencia ( Sistemas).....	63
<b>Figura 4.7</b> Valores de LOI ( Sistemas).....	64
<b>Figura 4.8</b> Valores de pérdida de peso (Sistemas) .....	64
<b>Figura 4.9</b> Evolución de la temperatura en función del tiempo ( Sistemas).....	67
<b>Figura 4.10</b> .....	73

**Figura 4.11** Relación porcentual de aplicación de intumescente fenólico..... 78

**Figura 4.12** Relación porcentual de aplicación de intumescente poliuretano..... 78

**Figura 4.13** Relación porcentual de aplicación de intumescente epoxy. .... 79

## INTRODUCCIÓN

El fuego es una manifestación energética que acompaña constantemente la actividad humana, por lo que debe asumirse el riesgo emergente. El fuego desarrolla reacciones químicas fuertemente exotérmicas, iniciándose cuando comburente y combustible se encuentran en un estado energético suficiente (energía de activación).

El mecanismo de acción de las pinturas y recubrimientos ignífugos está incluido en el concepto genérico “protección pasiva contra el fuego”, dado que presenta una eficiencia independiente de la actividad humana.

Los esfuerzos para disminuir la inflamabilidad de los materiales se remontan a épocas muy antiguas. Sin embargo, el conocimiento de la fisicoquímica de la combustión ha permitido recién en las últimas décadas el desarrollo de productos y medios de defensa eficaces para evitar la no deseada evolución a la que espontáneamente tienden los materiales combustibles. Además, el citado incremento del nivel científico tecnológico ha permitido redactar especificaciones y normas vinculadas al control de la inflamabilidad.

En función de lo anteriormente citado, se definió como objetivo general del presente trabajo el desarrollar un recubrimiento intumescente con propiedades convencionales, de fácil manejo y aplicación, que le otorguen a las estructuras de acero un mejor comportamiento frente a la acción del fuego.

## **CAPÍTULO I**

### **EL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN**

En este capítulo se muestra detalladamente la descripción del problema que permitirá dar inicio al estudio para el presente trabajo de grado, donde se define el problema, la justificación y los objetivos generales y específicos planteados para la resolución del mismo, además se identifican una serie de limitaciones existentes para realizar este trabajo de grado.

#### **1.1 Planteamiento del problema**

Cada día es más común el uso de estructuras de acero en la construcción de edificaciones en nuestro país por muchas razones.

El acero presenta una alta resistencia y gran ductilidad, las cuales son propiedades importantes para un buen comportamiento al momento de soportar las actividades sísmicas.

Sin embargo, por desgracia el acero presenta desventajas de gran interés a considerar. Uno de los problemas que presenta es la degradación medio ambiental a través de la corrosión y la oxidación; producto del aire y la humedad respectivamente. Por otro lado el acero, pese a ser un material no combustible, al ser expuesto al fuego sufre un importante deterioro en sus propiedades mecánicas, que lo lleva a colapsar a los pocos minutos de iniciado un incendio, si no cuenta con la debida protección.

Expuesto al fuego, el acero puede alcanzar temperaturas cercanas a los 1.000°C en un período muy corto, en este caso el acero estructural tiende a colapsar muy rápidamente. El acero no se quema pero pierde su resistencia a alrededor de los 500°C. Es por esto, que debido a la baja resistencia mecánica que presenta frente a la acción del fuego, puede ser catastrófica en caso de incendio.

En un incendio la temperatura ambiente alcanza los 500°C al cabo de 5 minutos, y como el acero se verá expuesto a temperaturas superiores a su temperatura crítica al poco tiempo de iniciado el fuego, y debido a que la conductividad térmica del acero es muy alta, alcanzará rápidamente dicho nivel térmico.

Lo anterior deja claro que si se presenta un incendio en edificios de estructuras de acero sin protección alguna, puede transformarse en pocos minutos en una catástrofe lamentable. Son numerosos los ejemplos de incendios en edificios que han provocado grandes tragedias, como por ejemplo; las torres gemelas de New York, edificio Joelma de Sao Paulo Brasil, Torres de Parque Central en Caracas, por lo que nos lleva a pensar la importancia que tiene la protección de las estructuras de acero contra el fuego.

Con el fin de proteger dichas estructuras de acero del fuego, podemos encontrar varias soluciones, las cuales cumplen con la particularidad de cubrir el acero, como es el caso del yeso-cartón, estuco, maderas, morteros de yeso, revestimiento con láminas de vermiculita, fibras minerales rociadas, vermiculita rociada, revestimientos intumescentes a base de concreto, entre otros. A pesar que estos materiales permiten cumplir con la resistencia al fuego exigida, presentan la desventaja del factor costo ya que por ser materiales con un elevado peso por metro lineal, tienen un impacto

importante en el aumento del peso propio de la estructura, lo que requiere que estas sean de mayores dimensiones.

Motivado a esto, se han venido desarrollando materiales que cumplen la función de proteger el acero del fuego; uno de estos materiales llamados INTUMESCENTES, tienen características muy particulares tales como la capacidad de aumentar su volumen en un factor de hasta 200 veces del original a estar expuesto a condiciones de temperatura extrema como las generadas en un incendio; creando de esta manera una “barrera” entre el fuego y el acero, además permite mantener la forma propia del acero, y de esta manera no se verá afectado el diseño de la estructura metálica.

Como se sabe el riesgo de un incendio en una edificación siempre estará presente, por lo que se debe estar conscientes de sus devastadoras consecuencias.

En nuestro país existe una normativa, Norma Covenin 823-1997. “Sistemas de Protección contra incendio en edificaciones por construir”, que detalla los requisitos mínimos de protección contra incendios en edificaciones construidas o por construir, basados en el estudio de riesgo respectivo.

Esta norma especifica que las edificaciones con elementos estructurales no resistentes al fuego, se deben proteger con materiales que garanticen al menos un periodo de 2 horas de protección, pero no existe una norma técnica que especifique detalladamente e indique los materiales a utilizar para tal fin, salvo los aspectos generales y que deja a criterio del contratista y/o constructor el uso de dichos materiales.

Por esto se plantea el desarrollo de una Pintura Intumescente, el cual presenta similitudes en características con las pinturas tradicionales; pero tiene la particularidad de expandirse cuando se ve expuesto a altas temperaturas (fuego) creando una barrera de espuma de hasta 200 veces su espesor original, y durante su proceso de expansión expelle vapor de agua, lo que fuera de la espuma en sí, sirve de barrera aislante, permitiendo de esta manera que los perfiles metálicos (a los que haya sido aplicados), no lleguen a la temperatura crítica de fluencia del acero en un período de tiempo definido, lo cual ayuda a reducir daños del material y además permite ganar tiempo, minimizando el riesgo de desgracias humanas (Beyler, et al, 2007).

## **1.2 Formulación del problema**

Actualmente en el país no existe un recubrimiento, salvo los de importación, en el mejor de los casos, que cumpla con las especificaciones internacionales de resistencia al fuego; de formulación local y utilizando la mayor cantidad de componentes nacionales para su manufactura, sobre esta base se plantea la siguiente interrogante: ¿Será necesario el desarrollo de un recubrimiento intumescente, con agregado de componentes nacionales, de bajo costo para la protección del acero, en especial para mantener su resistencia, cuando es sometido al fuego?

### **1.3 Objetivos de la investigación**

#### **1.3.1 Objetivo general**

Desarrollar un recubrimiento intumescente para ser utilizado como protector de estructuras de acero en condiciones de incendio.

#### **1.3.2 Objetivos específicos**

1. Desarrollar un recubrimiento que cumpla con los requerimientos internacionales de protección pasiva contra incendio.
2. Caracterizar físico-químicamente el recubrimiento obtenido y relacionarlo con las características básicas a evaluar en un recubrimiento de alto comportamiento.
3. Analizar el comportamiento del revestimiento ante diferentes condiciones medio ambientales y como afectan estas condiciones sus características de protección intumescentes.
4. Evaluar los factores de desempeño del producto desde el punto de vista de formulación una vez puesto en servicio.
5. Evaluar económicamente el recubrimiento desarrollado.
6. Establecer las pautas de desarrollo de norma técnica para la aplicación del recubrimiento para alcanzar protección estructural de alcance a nivel nacional.

## **1.4 Justificación**

Este trabajo de grado tiene gran importancia a nivel académico y científico-tecnológico, ya que sienta las bases para el desarrollo de tecnología propia en el área de recubrimientos industriales intumescentes en los siguientes aspectos:

Provea protección pasiva a las estructuras de acero en condiciones de Incendio, para prevenir o retardar el aumento de la temperatura en el acero estructural.

Viene a ocupar un espacio, hasta ahora, vacante en términos de disponibilidad de materiales de prevención pasiva en la industria de la construcción en general, en vista que en el país se cuenta con este tipo de material de importación.

Establece las bases para futuras investigaciones y nuevos desarrollos en el área, motivado al hecho que componentes importantes en la formulación proviene de la Industria Petroquímica Venezolana.

La relevancia social de este trabajo radica en aportar elementos y materiales que contribuyan a satisfacer los requerimientos de la filosofía de diseño seguro de instalaciones para, en última instancia, salvar vidas.

Este desarrollo se apega a la filosofía ambientalista siguiendo las nuevas tendencias tecnológicas de amigable con el ambiente, ya que es un sistema de bajo VOC, (Volátil Organic Compound), que lo hace comparativamente más costoso que los productos comercialmente conocidos en el mercado para otros usos.

## **1.5 Limitaciones**

Las limitaciones presentadas durante el desarrollo del presente trabajo se relacionan a los siguientes aspectos:

En el proceso de logística propio, por la dificultad de conseguir algunos de los componentes de la formulación, de grado crítico esencial, por el uso de materiales importados, que a la larga hace el producto costoso y de difícil fabricación y acceso.

Como no existe una norma técnica en el país que especifique detalladamente y establezca los lineamientos de uso y comportamiento del material, se tiene que buscar esta información en los métodos y normas de ensayos utilizadas como referencia en otros países.

## **1.6 Alcance**

Este proyecto cubre el proceso de desarrollo y formulación de un recubrimiento desde su etapa de solicitud de materias primas, proceso de fabricación, hasta la ejecución de las pruebas funcionales de desempeño del producto obtenido.

Debido a lo complejo y extenso del tema y al periodo de tiempo para realizar el proyecto, se trabajara con el modelo de formulación, que hasta ahora, es el más conocido y comercial a nivel mundial.

## **CAPÍTULO II**

### **MARCO TEÓRICO**

#### **2.1 Antecedentes**

A continuación se dan a conocer algunos antecedentes relacionados con el proyecto de grado, con la finalidad de reforzar su desarrollo y aplicación con los conocimientos e investigaciones que se han realizado anteriormente.

**2.1.1** Chuang, et al (2012), estudiaron una serie de muestras de 1m<sup>2</sup> de área, con el objeto de lograr un estándar de ensayo de incendios con el uso de hornos. A través de análisis teóricos y radiométricos se midió el aislamiento térmico de unas muestras de vidrios alambrados, protegidos con recubrimientos intumescentes. Los resultados obtenidos indican que al usar recubrimientos intumescentes a un espesor por sobre 0,3 mm, (300 micrones o 12 mils) la superficie del vidrio genera una capa de aislamiento al calor que reduce dramáticamente los niveles de energía radiante debido a la expansión térmica. Cuando el vidrio alambrado es aplicado por un solo lado con el recubrimiento intumescente muestra una reducción de la energía radiante por ambos lados de la cara y por lo impredecible de la ocurrencia del fuego se aplica a ambos lados de las láminas de vidrio alambrado. Los resultados de este estudio sugieren que el uso de un intumescente en forma de rejilla debido a la facilidad de aplicación del vidrio alambrado y al hecho de que el vidrio alambrado con recubrimiento intumescente se ha mostrado ser el más viable material de aislamiento

térmico que puede ser prácticamente aplicado en compartimientos a prueba de incendios en edificios.

**2.1.2** Ullah, et al (2011), diseñaron un recubrimiento intumescente que actúa como un sistema de aislamiento térmico para disminuir la transferencia de calor del fuego a la estructura del sustrato para mantener su integridad. Inicialmente se aplicó un fondo a base de fosfato de zinc, para obtener una mejor protección a la corrosión. El recubrimiento intumescente fue diseñado a base de grafito expandible, obtenido experimentalmente en Laboratorio, mezclando hojuelas de grafito con  $H_2SO_4$ , en proporción 1:1 en un matraz cónico en agitación constante por 1 hora, junto a polifosfato de amonio, melamina, ácido bórico, resina epoxy bisfenol A, BE-188 (BPA) y endurecedor ACR poliamida amina, H-2310. En base a estos ingredientes fueron desarrolladas varias formulaciones para estudiar el enlace y adherencia del recubrimiento al sustrato. El recubrimiento intumescente aplicado como capa intermedia fue evaluado al colocar las muestras a  $500^{\circ}C$  por una hora. Los resultados muestran una buena y muy estable adherencia entre el sustrato y el recubrimiento. La técnica de microscopia electrónica de barrido fue utilizada para estudiar la microestructura del sustrato y el mecanismo de enlazamiento del sustrato con el recubrimiento, después del ensayo del fuego. Los resultados obtenidos en la capacidad de expansión del intumescente de las formulaciones estudiadas esta en el rango de 331 a 464 por ciento.

**2.1.3** Ullah, et al (2011), estudiaron el comportamiento térmico de un recubrimiento intumescente como un sistema aislante diseñado para disminuir la transferencia de calor desde el fuego hasta el sustrato para mantener su integridad. El recubrimiento está formulado a base de grafito expandible, polifosfato de amonio, melamina, ácido bórico, arcilla de caolín ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ), resina epoxy bisfenol A, BE-188 (BPA) y Endurecedor ACR poliamida amina, H-2310 como agente curante. Fueron desarrolladas diferentes formulaciones para estudiar el efecto de escudo al calor de todas las formulaciones y la que presentó mejor comportamiento fue la que indica la siguiente combinación de 15% de grafito expandible, 20% polifosfato de amonio, 10% melamina, 15% ácido Bórico, y 40% resina epoxy bisfenol A, BE-188 (BPA) y endurecedor ACR poliamida amina, H-2310 como agente curante la cual fue modificada con arcilla de caolín  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$  en un rango del 3-5%. Se realizaron análisis termogravimétrico y de microscopía electrónica de barrido para estudiar comportamiento térmico y la morfología del carbonizado de las formulas. El resultado indica que el comportamiento térmico del recubrimiento intumescente fue mejorado al utilizar un 5% en peso de la arcilla de caolín, al dar 43,95% en peso de residual a un rango de 300°C después de 60 minutos de exposición.

**2.1.4** Chen, et al (2010), realizaron un proceso de micro encapsulado de polifosfato de amonio y pentaeritritol utilizando aceite de hidroxil silicona por polimerización “IN SITU” y caracterizada por espectroscopia fotoelectrónica de rayos x. Se estudió el efecto fuego retardante del micro encapsulado en polipropileno, utilizando el método del índice limitante de oxígeno, UL 94. ensayo del calorímetro cónico y

análisis termogravimétrico. Las propiedades fuego retardantes, estabilidad térmica y resistencia al agua de los compuestos formados por el micro encapsulado y el polipropileno son mucho mejores que los obtenidos por la mezcla de polifosfato de amonio, pentaeritritol y polipropileno. Por los valores obtenidos de índice limitante de oxígeno, se obtiene que la microencapsulación del polifosfato de amonio y pentaeritritol pueden aumentar las propiedades fuego retardantes del polímero de microencapsulados.

**2.1.5** Park, et al (2006), prepararon un poliéster modificado con tres grupos funcionales fosforados los cuales fueron introducidos en un esqueleto de la unidad estructural de un polímero para aumentar las propiedades fuego retardantes de recubrimientos de poliuretano. El primer paso consistió en sintetizar el bis ortofosfato de tetrametileno, (TBOP) que contiene dos grupos funcionales fosforosos en una unidad estructural. El próximo paso consistió en sintetizar el poliéster modificado (ATBTP-10, -20,-30) que contiene grupos trifosforosos, por la polimerización por condensación del TBOP, 1,4 butadienol, trimetilolpropano, ácido adipico y ácido fenil fosfónico (PPA), Las cantidades de PPA en ATBTSPS fue de 10, 20 y 30% en peso. El recubrimiento fuego retardante de poliuretano (AHFC) fue elaborado por curado del ATBTSPS con diisocianato de hexametileno a temperatura ambiente. Se determina por análisis de termogravimetría que el residuo carbonoso aumenta en la medida que aumenta la cantidad de PPA y las propiedades físicas de la película se deteriora con el aumento de la cantidad de PPA, sin embargo todos los recubrimientos probados cumplen con los valores estándar exigidos. La longitud de

residuo carbonizado estuvo en el rango de 2,9 a 4,8 cm, medido por el método del mechero Meckel y los valores de índice limitante de oxígeno LOI, fue de 28 al 31%, lo cual indica que el recubrimiento presenta buena retardación al fuego.

## **2.1 Bases teóricas**

### **2.2.1 La química y la física del fuego**

Un incendio es la manifestación de una combustión incontrolada. En ella intervienen materiales combustibles que forman parte de los edificios en que vivimos, trabajamos y jugamos o una amplia gama de gases, líquidos y sólidos que se utilizan en la industria y el comercio. Estos materiales, normalmente constituidos por carbono, se agruparán en el contexto de este estudio bajo la denominación de sustancias combustibles. Aunque estas sustancias presentan una gran variedad en cuanto a su estado químico y físico, cuando intervienen en un incendio responden a características comunes, si bien se diferencian en la facilidad con que se inicia éste (ignición), la velocidad con que se desarrolla (propagación de la llama) y la intensidad del mismo (velocidad de liberación de calor). La ciencia de los incendios, permite cuantificar y predecir con mayor exactitud el comportamiento de un incendio, lo que provee las herramientas y conocimientos necesarios para aplicar a la prevención de los incendios en general (Kletz 1999).

Los materiales combustibles están presentes prácticamente en todas las estructuras que se conocen, y en determinadas condiciones, pueden entrar en

combustión si se les aplica una fuente de ignición capaz de iniciar una reacción en cadena.

En el marco de este proceso, la “sustancia combustible” reacciona con el oxígeno del aire liberando energía (calor) y generando productos de combustión, algunos de los cuales pueden ser tóxicos. Es necesario comprender con claridad los mecanismos de ignición y combustión.

Normalmente, la mayoría de los incendios se producen en materiales sólidos (p. ej. madera o sus derivados y polímeros sintéticos), pero también, en menor medida, en combustibles líquidos y gaseosos. Antes de estudiar algunos conceptos básicos, es conveniente revisar brevemente la combustión de gases y líquidos (Kletz 1999).

### **2.2.2 Llamas de difusión y de premezclado**

Un gas inflamable (p. ej., el propano,  $C_3H_8$ ) puede entrar en combustión de dos formas diferentes. Una corriente o chorro de gas de una tubería (un simple mechero Bunsen con la entrada de aire cerrada) puede entrar en ignición y arder como llama de difusión, produciéndose la combustión en aquellas zonas en que el combustible gaseoso y el aire se mezclan mediante un proceso de difusión. Este tipo de llama presenta una luminosidad amarilla característica que indica la presencia de partículas diminutas de hollín, formadas como resultado de una combustión incompleta.

Algunas de esas partículas arden en la llama, pero otras emergen por la punta de la misma para formar el humo. Otra forma de combustión tiene lugar cuando el gas y el aire se mezclan antes de la ignición y se produce una combustión de premezclado,

siempre que el rango de concentración de la mezcla de gas y aire se encuentre entre los límites de inflamabilidad inferior y superior (Tabla 2.1).

**Tabla 2.1**  
Límites inferior y superior de inflamabilidad en el aire

<b>Material</b>	<b>Límite inferior de inflamabilidad (% Vol.)</b>	<b>Límite superior de inflamabilidad (% Vol.)</b>
Monóxido de carbono	12,50	74,00
Metano	5,00	15,00
Propano	2,10	9,50
n-hexano	1,20	7,40
n-decano	0,75	5,60
Metano;	6,70	36,00
Etanol	3,30	19,00
Acetona	2,50	13,00
Benceno	1,30	7,90

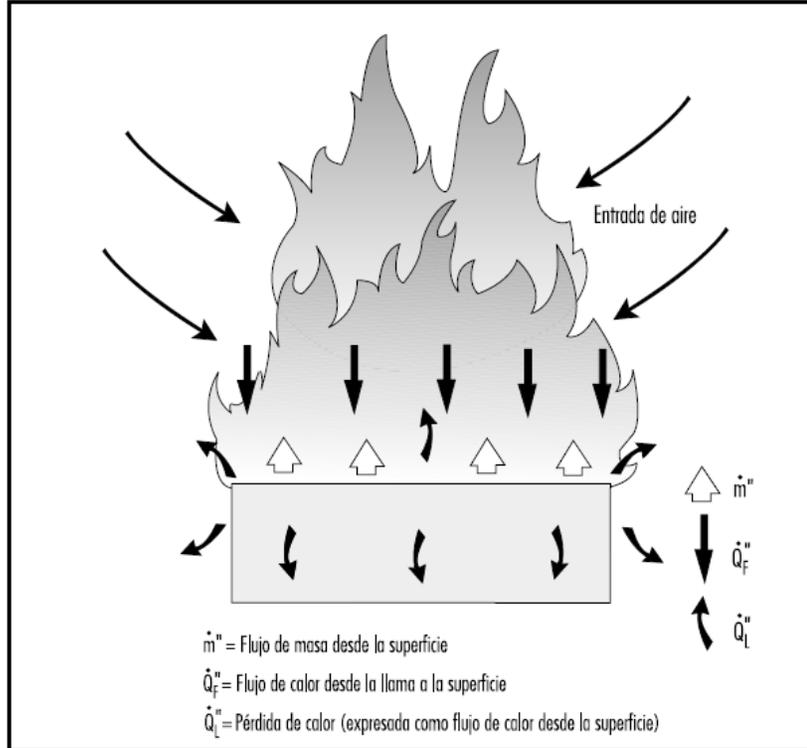
*Fuente.* Drysdale, (2000).

Fuera de dichos límites la mezcla no resulta inflamable (cuando se abre la entrada de aire de un mechero Bunsen, en la boca se estabiliza una llama de premezclado). Cuando una mezcla es inflamable, la ignición puede provocarse aplicando una fuente de ignición de pequeñas dimensiones (chispa eléctrica). La mezcla de tipo estequiométrica es la que arde con mayor facilidad, pues la proporción de oxígeno presente es la adecuada para quemar toda la sustancia combustible y transformarla en dióxido de carbono y agua (véase la ecuación 1), que demuestra que, aunque el nitrógeno está presente en la misma proporción que en el aire, no participa en la reacción). En esta reacción el material de combustión es el propano (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>):



En este caso, para que arda una mezcla estequiométrica de propano y aire basta una simple descarga eléctrica de 0,3 mJ, es decir, una chispa estática casi imperceptible como la que puede provocar una persona al caminar por una alfombra sintética y tocar un objeto conectado a tierra. Para determinados gases reactivos como el hidrógeno, etileno o etino, bastarían cantidades aún menores de energía. En una atmósfera de oxígeno puro (como en la reacción anterior, pero sin nitrógeno como diluyente) la energía necesaria sería incluso menor.

La llama de difusión asociada a un flujo de combustible gaseoso ilustra la forma de combustión que se observa cuando un combustible líquido o sólido arde con llama. Pero, en este caso, la llama se alimenta de los vapores de la sustancia combustible generados en la superficie de la fase condensada. La velocidad de suministro de estos vapores depende de su velocidad de combustión en la llama de difusión. La energía se transfiere de la llama a la superficie, generando así la energía necesaria para producir los vapores. En los combustibles líquidos se trata de un simple proceso de evaporación, pero en los sólidos debe existir una cantidad suficiente de energía para lograr la descomposición química del combustible y romper las grandes moléculas de polímero en fragmentos más pequeños capaces de evaporarse y escapar de la superficie. Esta reacción térmica es indispensable para mantener el flujo de vapores y, con ello, la llama de difusión (Figura 2.1). Las llamas pueden extinguirse actuando sobre este proceso de diferentes formas (Kletz, 2002).



**Figura 2.1** Representación esquemática de una superficie en ignición y de los procesos de Transferencia de calor y masa en la misma.

*Fuente.* Drysdale (2000)

### 2.2.3 Transferencia de calor

La comprensión del proceso de transferencia del calor (o energía) es clave para estudiar el comportamiento y los procesos de los incendios, por lo que merece un análisis detenido. Hay muchos textos de consulta excelentes pero para estos fines es suficiente con estudiar los mecanismos de conducción, convección y radiación. Las ecuaciones básicas para la transferencia de calor en estado estacionario ( $Q$ ) se presentan a continuación (Welty, et al 1976).

Conducción	$Q = \frac{k(T_1 - t_2)}{l}$	kW /m <sup>2</sup>	(2.2)
------------	------------------------------	--------------------	-------

Convección	$Q = h(T_1 - t_2)$	kW /m <sup>2</sup>	(2.3)
------------	--------------------	--------------------	-------

Radiación	$Q = \epsilon\sigma(T_1^4 - t_2^4)$	kW /m <sup>2</sup>	(2.4)
-----------	-------------------------------------	--------------------	-------

*Fuente* DiNenno (1988).

La conducción es fundamental en la transferencia de calor a través de sólidos, siendo  $k$  una propiedad del material conocida como conductividad térmica (kW/mK), y  $l$  la distancia (m) a lo largo de la cual la temperatura desciende de  $T_1$  a  $T_2$  (en grados Kelvin). La convección en este contexto es la transferencia de calor de un fluido (en este caso, aire, llamas o productos de combustión) a una superficie (sólida o líquida), siendo  $h$  el coeficiente de transferencia de calor por convección (kW/m<sup>2</sup>K), que depende de la configuración de la superficie y de la naturaleza del flujo que pasa por ella. La radiación es similar a la luz visible (pero con una longitud de onda mayor) y no necesita un medio de propagación (puede ser el vacío), siendo  $\epsilon$  la emisividad (eficiencia de radiación de una superficie) y  $\sigma$  la constante de Stefan-Boltzman ( $56,7 \times 10^{-12}$  kW/m<sup>2</sup>K<sup>4</sup>). La radiación térmica viaja a la velocidad de la luz ( $3 \times 10^8$  m/s) y cualquier objeto sólido que se interponga en su camino proyectará una sombra (Grant, 1999).

En base a todo lo anteriormente expuesto, la elección de los materiales de construcción y los detalles de diseño, juegan un papel esencial en la seguridad contra incendios en edificaciones. Los aspectos estructurales en relación con el fuego buscan que la estructura tenga una capacidad de impedir la ignición y propagación de la llama a los espacios contiguos y evitar el colapso. Para lograrlo es necesaria la aplicación de protección pasiva y para ello están los recubrimientos intumescentes que constituyen un sistema de protección pasiva económica y confiable. Para alcanzar esto es necesario su aplicación a espesores adecuados los cuales se determinan como una función que depende del factor de masividad (Relación entre el perímetro del perfil expuesto al fuego y el área de la sección transversal del perfil) de cada elemento a proteger y del tiempo de retardo buscado y son distintos en cada fabricante (Munger, 2005).

Por este efecto intumescente (expansión de la pintura), durante un lapso previsto de tiempo (en segundos), se genera una capa de espuma aislante alrededor de la estructura protegida que retarda la acción del calor del fuego. De este modo se evita el colapso temprano, permitiendo la evacuación de sus ocupantes y la intervención de los cuerpos profesionales (Bomberos) en el manejo de estas situaciones (Munger, 2005).

#### **2.2.4 Teoría de Intumescencia**

La intumescencia es el efecto de crecimiento volumétrico (expansión) de una sustancia bajo el efecto del calor.

El fenómeno físico se concreta en la formación de una capa espumosa de materiales carbonizados, efecto parecido al de la esponjosidad de la merengada, que sirve como barrera aislante de la combustión. Esta capa carbonosa se crea en una secuencia única de reacciones químicas, provocadas por la exposición al calor, a causa de la emisión de gases inertes por parte de ciertos componentes, que veremos más adelante. El concepto es sencillo, aunque parece complejo debido a los múltiples componentes químicos y a las transformaciones térmicas simultáneas implicadas.

De acuerdo con esta afirmación, se tiene que un recubrimiento intumescente es un material que se aplica en las estructuras de acero de las edificaciones y cuya función principal es retardar el efecto de las llamas en caso de incendio, dando tiempo para que se controle la conflagración antes de que la edificación colapse. Las pinturas intumescentes trabajan en altas temperaturas impidiendo que se alteren las propiedades del metal. El propósito es lograr que los elementos estructurales del acero al carbono no alcancen los 500°C, porque después de que se logra, empiezan a perderse las propiedades mecánicas.

La posibilidad de retardar el efecto del fuego hace viable que se puedan salvar vidas, al tiempo que se reducen los daños producidos por el incendio en la edificación, pues la pintura protege su estructura básica.

El calor generado durante un incendio calienta la estructura metálica, pero cuando ella alcanza más o menos los 500°C comienza a perder sus propiedades mecánicas, colapsándose finalmente cuando sobrepasa los 700°C.

La acción de un recubrimiento intumescente inicia cuando la temperatura de la superficie se eleva a 250°C. En ese momento el recubrimiento comienza a expandirse,

formando una espuma con propiedades de aislamiento térmico, cuyo espesor es hasta 200 veces superior al de la película.

La formulación de pinturas intumescentes se realiza a partir de dos tipos de componentes esenciales. El primero de ellos es el encargado de emitir gases una vez ha entrado en contacto con las llamas, mientras que el segundo tipo de componentes es un agente capaz de producir una esponja mediante estos gases, estos usualmente son pentaeritritol y el polifosfato de amonio que actúa como catalizador para la generación de gas.

Cuando la película se calienta, descompone los ingredientes y forma la película “esponja”, que puede pasar de 3mm a 30 cm. Cuando la temperatura alcanza 400°C se descomponen los carbonatos y los pigmentos y posteriormente, al alcanzar el punto crítico (500°C), se descompone la resina y los demás compuestos orgánicos. Luego de los 500°C sólo quedan óxidos en forma de una especie de algodón. El mecanismo se podría explicar por la composición del recubrimiento (La Costa, 1991).

#### **2.2.4.1 Composición de recubrimientos intumescentes**

En general, los agentes o sistemas intumescentes requieren cuatro constituyentes: agente carbonizante, catalizador, agente productor de gases y soporte. Sin embargo, y dependiendo de la estructura química del material base (con el que se mezcla o sobre el que se aplica), no siempre son necesarios los cuatro componentes.

A continuación un análisis más detallado

**(a) Agente carbonizante**

Debe contener numerosos átomos de carbono y presentar en su estructura núcleos de esterificación. En general, son hidratos de carbono o alcoholes polifuncionales, la tabla 2.2 presenta algunos componentes típicos (La Costa, 1991).

**Tabla 2.2**  
Ejemplos de agentes carbonizantes

<b>Hidratos de carbono</b>	<b>% Carbón</b>	<b>Alcoholes polifuncionales</b>	<b>% Carbón</b>
Glucosa	40	Sorbitol	40
Maltosa	42	Pentaeritritol	44
Arabinosa	44	Dipentaeritritol	50
Almidón	44	Tripentaeritritol	53
--	--	Resorcinol	63

*Fuente.* Lacosta (1991)

Estos productos, en estado puro, se descomponen por el calor (quemándose) en óxidos de carbono y vapor de agua, quedando unos residuos combustibles según una reacción del tipo exotérmico. Sin embargo, bajo la acción del calor, pueden reaccionar con ciertos ácidos inorgánicos para producir ésteres según una reacción de tipo endotérmico en lugar de exotérmico, con lo cual la formación de llama queda prácticamente eliminada, se reduce la propagación del fuego, no se forman residuos inflamables, sino carbón difícilmente inflamable, y queda muy reducida la generación de gases combustibles (La Costa, 1991).

### **(b) Catalizador**

Son sustancias ácidas capaces de descomponerse y proporcionar los productos necesarios para modificar la pirólisis del agente carbonífero.

En general, se suelen utilizar sales del ácido fosfórico, fosfatos o compuestos orgánicos derivados de ese ácido, ya que presentan mejor resistencia al envejecimiento que los basados en silicatos. La tabla 2.3 presenta algunos componentes típicos (La Costa, 1991).

**Tabla 2.3**  
Ejemplos de agentes catalizadores

<b>Compuesto</b>	<b>(%) Elemento Activo</b>	<b>Temp. Descomposición (°C)</b>
Fosfato de urea	14 fósforo	300
Fosfato de melamina	20 fósforo	130
Fosfato monoatómico	27 fósforo	147
Polifosfato de amonio	30 fósforo	375
Borato de amonio	24 boro	145

*Fuente.* Lacosta (1991)

### **(c) Agente productor de gases**

Estos agentes espumantes, que son los mismos que se emplean en la industria de plásticos, caucho y espumas, liberan gases no combustibles que expanden la capa carbonosa, de manera que se forma una barrera de espuma porosa de pequeñas células y de gran poder aislante frente al fuego. De acuerdo con esta misión, deben descomponerse simultáneamente, o a una temperatura muy ligeramente superior, a la de los agentes carbonizantes, la tabla 2.4 presenta algunos componentes típicos (La Costa, 1991).

**Tabla 2.4**  
Ejemplos de agentes productores de gases

<b>Ejemplos</b>	<b>Productos gaseosos</b>	<b>Temperatura de Descomposición (°C)</b>
Urea	NH <sub>3</sub> , CO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O	130
Guanidinia	NH <sub>3</sub> , CO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O	160
Parafina clorada (70%)	ClH, CO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O	190
Diciamdiamida	NH <sub>3</sub> , CO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O	210
Melanina	NH <sub>3</sub> , CO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O	250

*Fuente.* Lacosta (1991)

**(d) Soporte o agente formador de película**

Cubre la espuma como una “piel”, para evitar el escape de los gases. Piel que no es dura, sino más bien termoplástica, para garantizar un efecto óptimo, actúa como agente espumante también, y contribuye a la carbonización con sus residuos (La Costa, 1991).

**Tabla 2.5**  
Ejemplos de agentes formadores de película

<b>Ejemplos</b>	<b>Densidad (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Conductividad térmica (W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>)</b>
Resina de caucho clorado	1,15	0,026
Resina fenólica	1,25	0,031
Resina de poliuretano	1,05	0,020
Resina epoxy	1,07	0,033
Resinas aramidas	1,44	0,003

*Fuente.* Lacosta (1991)

**2.2.5 Etapa de dispersión de pigmentos**

El objetivo primario es incorporar el pigmento en un medio líquido para generar una dispersión de partículas finamente divididas, este proceso se puede visualizar en tres etapas:

(a) **Humectación:** Desplazamiento de aire y otros contaminantes adsorbidos en la superficie del sólido.

(b) **Molienda:** Se refiere al rompimiento mecánico y desaglomeración de los clúster de pigmentos.

(c) **Dispersión:** Se refiere al movimiento de las partículas humectadas en el cuerpo del ligante con el efecto de una permanente separación de partículas.

Una de las etapas fundamentales en la preparación de la pintura es la dispersión del pigmento, la cual se lleva a cabo en un medio líquido denominado ligante o vehículo.

Este proceso involucra la humectación en la cual el aire es reemplazado por el medio dispersante (las partículas asociadas permanecen prácticamente inalteradas), la rotura mecánica de los agregados en otros de menor número de partículas primarias y finalmente la estabilidad de la dispersión que permite alcanzar un producto que puede ser mantenido durante lapsos prolongados sin modificaciones o alteraciones importantes en el tamaño y en la distribución de tamaño de las partículas asociadas.

La humectación, la rotura mecánica y la estabilidad de la dispersión no son necesariamente secuenciales, pero es probable que la tercera etapa se lleve a cabo fundamentalmente cuando las primeras dos están sustancialmente completadas.

Muchas propiedades de la pintura líquida y en estado de película seca dependen del grado de dispersión del pigmento

En el proceso de dispersión resultan sumamente importantes los fenómenos que ocurren en la interfase pigmento-vehículo y en consecuencia para un adecuado conocimiento del proceso se requiere un estudio de las fuerzas interfaciales.

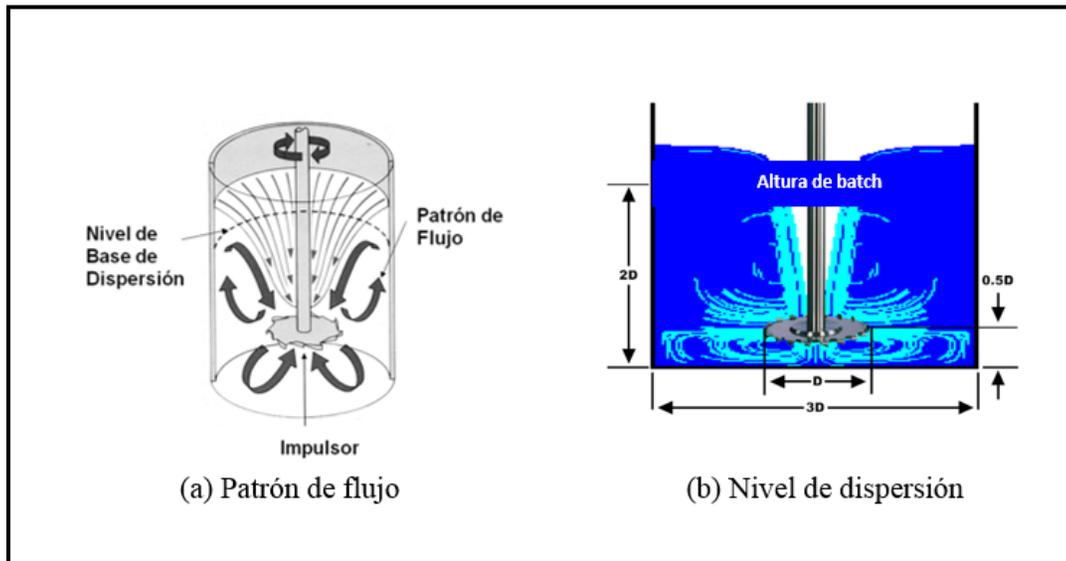
Así por ejemplo, entre partículas de pigmento existen fuerzas repulsivas y atractivas debidas a las interacciones entre dipolos permanentes e inducidos, puentes de hidrógeno, cargas electroestáticas o Coulómbicas, etc.

La interacción entre dos partículas está determinada por la sumatoria de las fuerzas; si las fuerzas de atracción exceden en magnitud a las fuerzas de repulsión la dispersión no será estable.

En este caso las fuerzas citadas se consideran globalmente y están excluidas las interacciones debidas a las reacciones químicas y la influencia de la acción gravitatoria.

También resulta muy importante el impacto ambiental generado por cada uno de los métodos de producción alternativos (cantidad y naturaleza de los residuos generados; ruido; etc.).

Obviamente la variable económica, como en toda empresa, resulta altamente significativa para definir el costo final del producto y la rentabilidad del mismo (horas hombre directas o indirectas por Galón elaborado; facilidad y precio de la limpieza; costos de los seguros según los riesgos de producción; gastos para el tratamiento de los residuos; potencia necesaria; mantenimiento y amortización de los equipos; Para tal fin se hace uso de un dispersor de alta velocidad, (figura 2.2):



**Figura 2.2** (a) Patrón de flujo y (b) nivel de dispersión.

*Fuente.* (Patton 1980)

### 2.2.6 Tipos de flujo y número de Reynolds

Los fluidos se pueden desplazar en forma laminar, inestable o turbulenta; a partir de la ecuación de movimientos de fluidos, Reynolds determinó que el pasaje de uno a otro régimen depende de un valor crítico dado por un número adimensional definido por la ecuación:

$$Re = (\rho v L) / \eta \quad (2.5)$$

Donde  $\rho$  es la densidad ( $\text{g.cm}^{-3}$ ),  $v$  la velocidad ( $\text{cm.seg}^{-1}$ ),  $L$  una longitud característica (cm) y finalmente  $\eta$  la viscosidad (poise). En tuberías, el término  $L$  representa su diámetro mientras que en un dispersor de alta velocidad es la distancia del disco al fondo del tanque.

El flujo laminar se caracteriza por un número de Reynolds inferior a 2000; entre 2000 y 3000 el régimen es inestable mientras que para valores superiores a 3000 el flujo es turbulento.

El análisis de la ecuación de Reynolds demuestra que esta tiene un componente cinético ( $\rho vL$ ) que tiende a producir turbulencia y otro viscoso ( $\eta$ ) que tiende a generar flujo laminar. Desde un punto de vista fluido-dinámico, la condición operativa óptima para la dispersión se alcanza cuando el flujo es laminar

Estas mezcladoras de altas revoluciones con un disco plano horizontal y dentado, situado al final del eje, se utilizan para obtener pastas viscosas.

Aunque la función principal del disco de alta velocidad es la de separar agregados de partículas de pigmentos, la formación de un vórtice que genera, es una ventaja para usarlo como mezclador.

La mayor parte de la energía producida por el motor eléctrico se destina a la máquina que va a realizar la mezcla para que se mueva. Por otra parte se necesita más energía para llevar a cabo la humectación de los pigmentos en polvo, para desplazar el aire y la humedad que los rodea cuando se añaden a la cuba de mezcla, y una última porción de energía para separar las partículas que componen los aglomerados de pigmento, se separen, se dispersen y se repartan de forma uniforme en toda la masa de la pasta.

Consiste en un eje vertical que gira a alta velocidad, un disco dentado ajustado firmemente en un extremo y un recipiente que contendrá la pasta.

El eje giratorio ha de ser robusto y está impulsado por un motor potente capaz de mantener las altas velocidades que se necesitan, como es el caso de pastas de alta

viscosidad y alto contenido de producto. Existen modelos de velocidad progresiva y modelos de dos únicas velocidades.

Tiene también un sistema de elevación y descenso y otro de desplazamiento en ángulo, el disco permite impulsar y mover la pasta y transmitir una gran cantidad de energía mecánica en la periferia a las partículas que salen despedidas. Las características son las siguientes:

Viscosidad de la base de dispersión sea tan alta como sea posible unido a un adecuado flujo circulatorio dentro del tanque.

Proceso de alta productividad

Diseño Económico y de bajo Mantenimiento

Especialmente efectivo para dispersiones de pigmentos de no muy alta finura y para pinturas emulsionadas y recubrimientos de alta viscosidad y reología, donde se requiere de mezclas de viscosidad en el rango de 100 - 140 KU.

## 2.2 Marco conceptual

A continuación se presenta un glosario de términos de uso común en el presente proyecto:

**Fuego:** se llama fuego a la reacción química de oxidación violenta de una materia combustible, con desprendimiento de llamas, calor y gases (o humos). Es un proceso exotérmico. Desde este punto de vista, el fuego es la manifestación visual de la combustión.

**Intumescencia:** formación de una voluminosa cantidad de carbón; expansión o formación de espuma al ser expuesto al calor.

**Masividad (Hp/A):** se define como la relación entre el perímetro expuesto del perfil y el área de la sección de dicho perfil ( $m/m^2$ , o sea  $m^{-1}$ ). Para perfiles continuos (laminados normalizados) de la misma sección recta, la masividad se calcula mediante la relación:

$$Masividad = \frac{P}{A} \quad (m^{-1}) \quad (2.6)$$

donde:

P: Perímetro expuesto al fuego del perfil (m).

A: Área de la sección del perfil ( $m^2$ ).

**Pinturas:** es el arte de la representación gráfica utilizando pigmentos mezclados con otras sustancias aglutinantes orgánicas o sintéticas. En este arte se emplean técnicas de dispersión y conocimientos de teoría del color.

**Recubrimiento:** es un material que es depositado sobre la superficie de un objeto, por lo general denominado sustrato. En muchos casos los recubrimientos son aplicados para mejorar algunas propiedades o cualidades de la superficie del sustrato, manejan espesores de hasta 24 milésimas de pulgadas.

**Revestimiento:** capa de material que recubre una superficie para protegerla, manejan muy altos espesores en el orden de pulgadas.

**Espesor de película seca:** espesor de la película de recubrimiento o pintura una vez ha secado por completo.

**PVC:** representa la cantidad del pigmento expresado en volumen presente en la película seca, aspecto este ya ampliamente detallado, y se expresa de la siguiente forma:

$$\%PVC = \left( \frac{\text{Volumen de pigmento}}{\text{Volumen de pig.} + \text{Vol. N.V. de resina}} \right) \times 100 \quad (2.7)$$

Se toma el valor de PVC de 40 por ciento para todos los recubrimientos ya que entra en el rango de valores especificados para este tipo de recubrimientos considerando el factor relación calidad/costo, (Munger 2005), (Lacosta 1991).

**VOC:** se refiere a compuestos orgánicos volátiles, sustancias que tienen importantes presiones de vapor y que pueden afectar el medio ambiente y la salud humana.

Por lo general no presentan toxicidad aguda, pero tienen efectos crónicos a la salud.

Para el cálculo del VOC se utiliza la siguiente expresión:

$$\text{VOC} = \left( \frac{\text{Peso de volatiles organicos} - \text{peso de H}_2\text{O}}{\text{Volumen de pintura}} \right) \quad (\text{g/L}) \quad (2.8)$$

Rendimiento teórico se refiere a la capacidad de cubrimiento que se tiene al ser aplicado el material 1 mils (milésima de pulgada) o 25 micrones (0,0025 mm) de espesor de película seca sobre un sustrato no poroso (Munger, 2005).

Por definición 1 litro de pintura al 100 por ciento de sólidos por volumen aplicado a 1 mils de espesor de película seca, rinde 39,38 m<sup>2</sup>, de esta definición se deriva la expresión de rendimiento teórico, (Munger, 2005):

$$\text{R.T.} = \left( \frac{149 \times \text{N.V. (volumen)}}{\text{Espesor de pelicula seca (Mils)} \times 100} \right) (\text{m}^2/\text{G}) \quad (2.9)$$

## CAPÍTULO III

### MARCO METODOLÓGICO

A continuación se da a conocer la metodología seguida para el logro de los objetivos planteados, considerando el tipo de investigación.

Para cumplir con los objetivos planteados y tomando en cuenta el tipo de investigación tanto por nivel de profundidad como el diseño adoptado para el mismo, se procedió a desarrollar una metodología que permitió la ejecución programada de las actividades respectivas, de manera de ejecutar cada tarea de acuerdo al plan cronológicamente establecido.

#### **3.1 Desarrollar un recubrimiento que cumpla con los requerimientos internacionales de protección pasiva contra incendio.**

Se partió de la selección y balanceo de una serie de materiales e ingredientes que fueron procesados a través de un equipo de manufactura de alta eficiencia el cual dió como resultado un producto competitivo que satisface los requerimientos de comportamiento para el cual fue diseñado.

En el presente trabajo se buscó precisamente bajo el enfoque del conocimiento de las características de las materias primas, lograr un adecuado equilibrio de materiales, así como, establecer criterios de preparación y uso, sustentado sobre la

normativa vigente que rige la materia, ya que esta clase de recubrimientos intumescentes no son de manufactura común en el país.

Se siguió como guía de formulación la norma ASTM-D-5201-05a (2009), la cual establece los criterios a seguir en la práctica de formulación y determinación de las constantes físicas de recubrimientos y pinturas.

Para tal fin se creó una hoja de cálculo Excel donde se cargan todos los parámetros y especificaciones técnicas de los materiales utilizados y de la cual se obtienen las distintas características teóricas que luego de procesarla en laboratorio se obtiene el balance final óptimo de ingredientes utilizados y que proveen las características finales del recubrimiento.

Adicional se hicieron pruebas previas para alcanzar los valores óptimos en la relación pigmento intumescentes-ligantes de cada uno de los desarrollos, siguiendo los lineamientos establecidos según Park Hong-Soo y colaboradores (2006).

En la práctica se consideró los balances de masas de los componentes con el objetivo de facilitar su preparación. Aunque también se consideró el aporte de los volúmenes de los materiales, se tomó el valor de concentración de pigmento en volumen (PVC) de 40 por ciento considerando el factor relación calidad/costo y la geometría del sistema pigmento/ligante (Munger, 2005), (Lacosta, 1991).

Los recubrimientos diseñados son a base de resinas fenólicas, resinas poliuretanos (mezcla de resina acrílica mezclado con hexameten di-isocianato, HDI) y de resinas epoxy poliamida (mezcla de resinas epoxy con poliamida).

En todos los casos con el objetivo de reducir la tensión superficial de los pigmentos, facilitar los pasos de humectación y alcanzar un proceso de dispersión

efectiva se utilizó un aditivo dispersante a base de siliconas alifáticas, (polieter modificado de polidimetilsiloxano) de uso universal. Los pilotos y las pre mezclas se realizaron en un dispersor de alta velocidad (H.S.D), Cowles modelo DM-10, a partir del cual se hacen todas las corridas y se establecen los parámetros de dispersión obtenidos, figura (3.1)



**Figura 3.1** Equipo de dispersión COWLES  
*Fuente INDUCOLOR C.A.*

Una vez alcanzado el grado de dispersión de cada una de las bases de molienda se procedió a su estabilización usando una combinación del método mecánico y el método composicional, y se dejó en reposo por un periodo de 12 horas

### **3.2 Caracterizar físicoquímicamente el recubrimiento obtenido y relacionarlo con las características básicas a evaluar en un recubrimiento de alto comportamiento.**

Una vez alcanzado la estabilidad de la dispersión, se procedió a la caracterización de las propiedades del recubrimiento, tales como: dispersión, apariencia, secamientos, sólidos por peso, sólidos por volumen, secamientos, brillo, estabilidad, dureza, adherencia, flexibilidad, rendimiento teórico, PVC, ensayos acelerados de cámara salina y pruebas de resistencia al fuego y de intumescencia.

En principio se evaluó las características en su composición es decir en estado líquido, y luego se procedió a realizarlo luego de aplicado sobre paneles, las aplicaciones se realizaron sobre láminas de acero al carbono tipo Planchón, para determinar sus propiedades.

### **3.3 Analizar el comportamiento del revestimiento ante diferentes condiciones medio ambientales y como afectan estas condiciones sus características de protección intumescentes.**

El primer paso fue evaluar las propiedades básicas de secamientos, vida útil en el envase, brillo, adherencia, propiedades mecánicas y de adhesión junto al poder protector contra corrosión de los recubrimientos aplicados sobre sustrato ferroso sobre la base de determinar cuál fue el nivel de resistencia al medio, para tal fin se

siguió el procedimiento descrito en las normas ASTM B 117 (2011) y ASTM D 714 (2009).

Luego se realizaron pruebas de resistencia al fuego y de índice límite de oxígeno (LOI), para determinar las características de cada uno según las normas ASTM D 3806 y ASTM D 2863, respectivamente.

### **3.4 Evaluar los factores de desempeño del producto desde el punto de vista de formulación una vez puesto en servicio.**

Después de los ensayos de laboratorio se procedió a realizar el estudio del comportamiento de los recubrimientos en las condiciones ambientales de aplicación, o pruebas funcionales donde se ejecutó en primera instancia la preparación de la superficie siguiendo los criterios de limpieza con chorro de arena de acuerdo a las especificaciones del SSPC-SP10, (limpieza por chorro de arena a metal casi blanco).

Una vez logrado la limpieza de la superficie se procede a realizar las aplicaciones de los distintos sistemas protectores, estas aplicaciones consistieron en una capa protectora de fondo anticorrosivo, una capa intermedia del recubrimiento intumescente y una capa de esmalte poliuretano como acabado protector para todo el sistema evaluado.

Los sistemas fueron aplicados siguiendo los criterios del método ASTM D 5201-05a (2010), en la cual se requirió que la temperatura del sustrato, sea al menos 5 °C ó mayor del punto de rocío ya que la humedad relativa en Valencia oscila entre el 65 a 70%.

La aplicación de los recubrimientos se realizó por el método de aspersión convencional, utilizando una pistola pulverizadora marca De Vilbiss modelo JGA 502.

Para los efectos de los análisis, los sistemas aplicados fueron codificados de la siguiente manera:

**SISTEMA A:** Capa fondo, capa de intumescente fenólico, capa poliuretano a 12 mils de espesor de película seca.

**SISTEMA B:** Capa fondo, capa de intumescente poliuretano, capa poliuretano a 12 mils de espesor de película seca.

**SISTEMA C:** Capa fondo, capa de intumescente epoxy, capa poliuretano a 12 mils de espesor de película seca.

Los espesores de película seca se determinaron por el estimado del cálculo de masividad del sustrato a proteger, y sus valores se obtuvieron de acuerdo a la norma ASTM D- 823.

Una vez aplicados los sistemas se realizaron nuevamente los ensayos de resistencia al fuego según las normas ASTM D-3806 y ASTM D-2863, respectivamente.

Una vez realizado los ensayos de resistencia al fuego se propuso un mecanismo de acción de los pigmentos con lo que se explica desde el punto de vista químico el comportamiento de los recubrimientos desarrollados frente la acción del fuego.

### **3.5 Evaluar económicamente el recubrimiento desarrollado.**

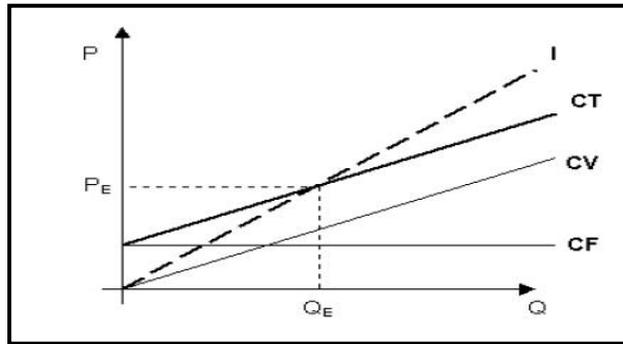
Por tratarse de un elemento crítico dentro del desarrollo de cualquier proyecto, se determinaron los costos involucrados que consistieron en la realización de diferentes cálculos, haciendo uso de los principios de costeo tradicional para realizar el cálculo de costo de manufactura y venta del producto desarrollado, así como el cálculo del costo de aplicación del producto.

Para el caso del costo de manufactura se utilizó el método aceptado por la contabilidad financiera, la cual considera que el recurso de la mano de obra directa y los materiales directos son los factores de producción predominantes. Bajo este enfoque de costeo, los costos indirectos de fabricación se asignaron a los productos, usando para ello una tasa, la cual para su cálculo se consideró una medida de la producción, para un centro de costos en específico.

Se hizo la determinación de los costos de manufactura del recubrimiento siguiendo el siguiente criterio:

1. Costos variables (materias primas, materiales e insumos, mano de obra directa, materiales indirectos).
2. Costos fijos, mano de obra indirecta, gasto indirecto de fabricación como electricidad, agua, teléfono, internet, entre otros, gastos de administración, impuestos, gastos de comercialización.
3. Determinación de los costos involucrados en el proceso de aplicación del recubrimiento, tomando en cuenta la variable de preparación de la superficie.

De manera que se tiene la siguiente relación:



**Figura 3.2** Relación de punto de equilibrio de costos en proceso de fabricación *Fuente.* Curso de costos UNISALLE (2005)

Donde:

$$CT = CF + C_v \cdot Q \text{ (Costo fijo + costo variable unitario por cantidad)} \quad (3.1)$$

$$I = P \cdot Q \text{ (Ingreso = Precio por cantidad de material)} \quad (3.2)$$

$$U = I - CT \text{ (Utilidad = ingreso por costo total)} \quad (3.3)$$

$$\text{Para el punto de equilibrio } U = 0 \quad (3.4)$$

$$I = CT \text{ por lo tanto se tiene} \quad (3.5)$$

$P \cdot Q = CF + C_v \cdot Q$  despejando  $Q$  se obtiene la cantidad mínima en volumen con lo cual se obtiene el punto de equilibrio en la comercialización del producto.

$$Q = CF / (P - C_v). \quad (3.6)$$

### **3.6 Establecer las pautas de desarrollo de norma técnica para la aplicación del recubrimiento para alcanzar protección estructural de alcance a nivel nacional.**

De los resultados obtenidos se desarrolló una especificación de uso del material y se estableció el requerimiento inicial para la elaboración de una normativa técnica que establezca las bases de manejo de este tipo de material en el país, en vista que las pinturas intumescentes, requieren de una aplicación cuidadosa, donde se consideró los aspectos, de la preparación de superficie, la aplicación del fondo, el intumescente como capa intermedia y por último la capa de acabado.

## CAPÍTULO IV

### PRESENTACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

A continuación los resultados obtenidos con su respectivo análisis.

#### 4.1 Desarrollo de los recubrimientos que cumpla con los requerimientos internacionales de protección pasiva contra incendio.

En el presente trabajo se busca precisamente bajo el enfoque del conocimiento de las características de las materias primas, lograr un adecuado equilibrio de materiales, así como, establecer criterios de preparación y uso, sustentado sobre la normativa vigente que rige la materia, ya que esta clase de recubrimientos no son de uso común en el país.

Los materiales seleccionados inicialmente para el desarrollo, formulación y ajustes están detallados en las siguientes tablas:

**Tabla 4.1**  
Caracterización de los pigmentos

<b>Pigmento</b>	<b>Método de ensayo</b>	<b>Dióxido de titanio</b>	<b>Caolín</b>	<b>CaCO<sub>3</sub></b>
<b>Densidad</b>	ASTM D-1475(12)	15,14	9,85	10,26
<b>Color</b>	Visual	Blanco	Blanco	Blanco
<b>Absorción de aceite</b>	ASTMD-281	15,00+/- 0,60	36,00+/- 0,20	18,00+/- 0,25
<b>Composición</b>	---	TiO <sub>2</sub> 99%	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 25%	CaCO <sub>3</sub> 31%

*Fuente.* Tarjetas de control de calidad de materias primas INDUCOLOR C.A

**Tabla 4.2**  
Caracterización de los pigmentos intumescentes

<b>Pigmento</b>	<b>Método de ensayo</b>	<b>Pentaeritritol</b>	<b>Polifosfato de amonio</b>	<b>Úrea</b>
<b>Densidad</b>	ASTM D-1475(12) (Kg/Gls)	5,28	7,20	5,94
<b>Color</b>	Visual	Blanco	Blanco	Blanco
<b>Absorción de aceite</b>	ASTMD-281	12,40+/- 0,4	3,50+/- 0,20	3,50+/- 0,25

*Fuente.* Tarjetas de control de calidad de materias primas INDUCOLOR C.A

**Tabla 4.3**  
Caracterización de las resinas

<b>Resina</b>	<b>Método de ensayo</b>	<b>Epoxy 7503</b>	<b>Acrílica hidroxilada</b>	<b>Resina fenólica</b>
Densidad	ASTM D-1475(12) (Kg/Gls)	4,13 +/- 0,05	3,56 +/- 0,05	3,20 +/- 0,05
No volátiles	ASTMD2832 (2011) (%)	77,57 +/- 0,10	55,01+/-0,10	64,04 +/-0,10
Viscosidad Gardner	ASTMD-1545	Z5	Z	Z2
Apariencia	Visual	Transparente	Transparente	Amarillo
Equivalente epoxidico	ASTMD-1652 (11)	470	--	--
Contenido de metiloles	MSR-250 (Resimon)	--	--	13,50%
Contenido de hidroxilos	MSR- 430 (Resimon)	---	4,50	--
Conductividad térmica (w m <sup>-1</sup> k <sup>-1</sup> )	Ley de Fourier	0,033	0,020	0,031

*Fuente.* Tarjetas de control de calidad de materias primas INDUCOLOR C.A.; Patton (1980)

**Tabla 4.4**  
Caracterización de los solventes

<b>Solvente</b>	<b>Método de ensayo</b>	<b>Acetato de butilo</b>	<b>Xileno</b>	<b>Alcohol n-butílico</b>
Densidad	ASTM D-1475 (12) (Kg/Gls)	3,35 +/- 0,10	3,25 +/-0,10	3,55 +/-0,10
Color	Visual	Transparente	Transparente	Transparente
Índice de refracción	COVENIN 702 (2001)	1,3941 +/- 0,10	1,4983 +/- 0,10	1,3993 +/- 0,10

*Fuente.* Tarjetas de control de calidad de materias primas INDUCOLOR C.A.

#### **4.1.2 Diseño y cálculo de formulación de los recubrimientos intumescentes**

A continuación se presenta la estructura de diseño y formulación de los diferentes sistemas de recubrimientos desarrollados, después de haber ensayos previos para alcanzar los valores óptimos de balance de materiales para luego una vez alcanzado el ajuste óptimo de dispersión, los principales parámetros a considerar en este caso son los siguientes:

- (a) Relación pigmento ligante.
- (b) Contenido de solidos por peso y solidos por volumen
- (c) Concentración de pigmento en volumen (PVC)
- (d) Costo de la formulación.

A continuación en la tabla 4.5 se presenta el balance final alcanzado para cada uno de los sistemas estudiados.

**TABLA 4.5**  
Características de formulación de los recubrimientos intumescentes  
(Valores reportados para lote de 1 Galón de Pintura)

<b>Característica</b>	<b>Fenólico</b>	<b>Poliuretano</b>	<b>Epoxy</b>
Total no volátiles en Volumen (Gls)	0,57	0,55	0,56
Ligante en volumen (Gls)	0,33	0,30	0,35
Pigmento en volumen (Gls)	0,23	0,25	0,23
Pigmentos Intumescentes en Volumen (Gls)	0,20	0,20	0,20
Volátiles en Volumen (Gls)	0,43	0,31	0,32
Volátiles en peso (Kgs)	1,36	1,50	1,49
Solventes	Xileno/Tolueno	Acetato de Butilo/Xileno	Xileno/Acohol n-butílico
P.V.C. (%)	40,87	40,77	40,84
No volátiles en peso (Kgs)	2,98	2,89	2,99
Pigmento en peso (Kgs)	1,82	1,75	1,69
Pigmentos Intumescentes en peso (Kgs)	1,30	1,29	1,31
Ligante en peso (Kgs)	1,13	1,10	1,30
No volátiles en peso (%)	68,50	69,90	75,00
No volátiles en vol. (%)	56,74	60,00	63,70
V.O.C (Kgs/Gls)	1,36	1,20	1,30
Octoato de Co. (Kgs)	0,060	--	---
Relación OH/NCO	---	4,5/3,75	--
Relación Epoxy/Poliamida	---	--	470/120
Costo Formula (Bs F. /Gls)	111,85	143,68	123,00
Rend. Teórico (M <sup>2</sup> /Gls) ( 1 mils espesor seco)	84,54	83,44	93,87

### 4.1.3 Etapa de dispersión

Para alcanzar el óptimo balance pigmento-ligante en la etapa de dispersión se hicieron pruebas previas agregando resina a las mezclas de pigmentos hasta alcanzar la consistencia de una pasta coherente, este procedimiento se ejecuta de igual forma para los tres sistemas en estudio, luego se hacen los ajustes requeridos de combinación de solventes y usos de espesantes para lograr las viscosidades requeridas, para alcanzar los valores de grado de dispersión que se obtendrá en el tiempo establecido para llevar a cabo este proceso, de este aspecto se determinan los valores de densidad y viscosidad de la pasta de molienda, con lo cual se determina el número de Reynolds de manera de establecer realmente que el proceso de dispersión alcanza la condición operativa óptima cuando el flujo es laminar.

Las características del dispersor están especificadas en la siguiente tabla:

**Tabla 4.6**  
Características del dispersor cowles

<b>Modelo</b>	<b>Potencia dispersor (hp)</b>	<b>Densidad dispersión (kg/gls)</b>	<b>Volumen de dispersión (gls) (max)</b>	<b>Viscosidad dispersión (ku)</b>	<b>rpm</b>
<b>DM-10</b>	<b>2,00</b>	<b>3,88-7,66</b>	<b>1,50</b>	<b>100-140</b>	<b>1750</b>

*Fuente.* Sower manufacturing catalog (2004)

El equipo como tal consta adicionalmente de una serie de recipientes con los cuales se carga los lotes a dispersar en función del tamaño, para los efectos se trabajó con capacidad de 2,50 litros, luego de alcanzado los niveles de dispersión

y estabilización, la base es transferida a un envase de mayor volumen para su completación.

#### **4.1.3.1 Estabilidad de las dispersiones**

En base a este aspecto el proceso de estabilización seguido consistió en una combinación de los métodos mecánicos y composicional.

##### **(a) Método Mecánico:**

Se agregó lentamente el complemento de la resina indicada en el balance de los ingredientes en pequeñas cantidades a la base de dispersión en condiciones de mezcla vigorosa.

Bajo este criterio se estableció el orden de agregado de los ingredientes que complementan el lote y siguiendo el correcto orden de adición, la velocidad de agregado de estos ingredientes se hizo de manera gradual (especialmente al principio del proceso de completación).

La dispersión se dejó enfriando por un periodo de 12 horas para evitar diferencias extremas en la temperatura y en la viscosidad de la base de dispersión y la mezcla de ingredientes que complementan el lote, ya que se pueden generar fenómenos de floculación e inestabilidad del producto final debido al choque térmico o de viscosidad.

##### **(b) Método Composicional:**

Se diseñó la composición del complemento de manera que no se presenten diferencias sustanciales de la composición del vehículo aglutinante de la base de dispersión.

En este caso prácticamente es una regla del uso de solventes puros, o del ligante en su totalidad, aportando a cambio un mayor acercamiento y uniformidad en la mezcla con la base de dispersión.

Se ubicaron los solventes más débiles y la mezcla de estos en la fase del ligante que es más rico en solventes (exceptuando si la base de dispersión contiene ligante con tolerancia a los solventes limitada. Esto establece una apropiada distribución de solventes débiles y fuertes en la mezcla y sugiere que la introducción de dos solventes puede ser viable en ciertas condiciones de manera de alcanzar una condición segura de completación colocando el solvente más débil en dicha fase. Los resultados obtenidos bajo los parámetros seguidos se muestran en la tabla 4.7.

**Tabla 4.7**  
Características de dispersión de los recubrimientos

<b>Característica</b>	<b>Método</b>	<b>Fenólico</b>	<b>Poliuretano</b>	<b>Epoxy</b>
Relación pigmento/ligante	---	5:1	5:1	5:1
Densidad base dispersión (grs/cm <sup>3</sup> )	ASTMD1475-(2011)	1,47 +/- 0,005	1,55 +/- 0,002	1,59 +/- 0,001
Viscosidad base dispersión (poises)	COVENIN 684	18,00	12,00	14,00
Tiempo de pre-mezcla	MINUTOS	15,00	15,00	15,00
Tiempo dispersión	MINUTOS	30,00	30,00	40,00
Grado dispersión (H)	ASTMD1210-(2011)	6,50 H	6,50 H	6,00 H
Temperatura de dispersión (°C)	---	63,00	65,00	65,00
Número de Reynolds	---	526,39 +/- 1,62	830,44 +/- 1,08	732,08 +/- 0,27

De los valores obtenidos en esta etapa se deduce que:

El flujo alcanzado en la etapa, es laminar ya que el numero de Reynolds obtenido es inferior a 2000 en los tres casos, por lo tanto el proceso se cumple de acuerdo a los requerimientos establecidos (Patton, 1980)

Por el grado de dispersión y por el tiempo invertido el sistema fenólico y el poliuretano, presentan mejores propiedades globales de humectación que el epoxy.

Los tiempos de dispersión obtenidos en los tres casos se califican de altamente eficaces, aunque en el epoxy, presenta un rango mayor y una de las variables de afectación es precisamente la baja capacidad de humectación que presenta comparado a los otros dos recubrimientos.

En cuanto el uso del equipo se tiene que este tipo de proceso se presta y es más adecuado para la dispersión de recubrimientos de alto contenido de sólidos donde la concentración de los pigmentos en la base de molienda es muy alto.

Es referido que los pigmentos utilizados se presentan con un nivel de dureza que facilita el proceso.

Los resultados del proceso de dispersión, presentados en la tabla 4.7 indican que, el mismo se adecúa completamente a las exigencias finales a alcanzar los valores de especificaciones obtenidos, experimentalmente para este tipo de materiales, tomando en cuenta que los tiempos determinados se adaptan por completo a este tipo de fabricación (Patton,1980).

Siguiendo una combinación de estabilización según el método mecánico y composicional se logra alcanzar la estabilidad de las dispersiones obtenidas sin generar choques térmicos y como consecuencia inestabilidad de la dispersión y floculación.

## 4.2 Caracterización fisicoquímica y relacionarlo con las características básicas a evaluar en un recubrimiento de alto comportamiento.

Una vez alcanzado la estabilidad de la dispersión, se procedió a la caracterización de las propiedades del recubrimiento, tales como: dispersión, apariencia, secamientos, sólidos por peso, sólidos por volumen, secamientos, brillo, estabilidad, dureza, adherencia, flexibilidad, rendimiento teórico, pvc, ensayos acelerados de cámara salina y pruebas de resistencia al fuego y de intumescencia.

En primera instancia se caracterizó el recubrimiento en su composición es decir en estado líquido, cuyos valores están presentados en la tabla 4.8.

**Tabla 4.8**  
Caracterización del recubrimiento en estado líquido

Prueba	Método	Fenólico	Poliuretano	Epoxy
Densidad (Kgs/Gls)	ASTM D 1475 (2011)	4,50 +/- 0,03	4,95 +/- 0,01	4,90 +/- 0,03
Viscosidad (KU)	COVENIN 684	88,00 +/- 0,58	85,00 +/- 1,00	90,00 +/- 2,00
Grado de dispersión (H)	ASTMD 1210 (2011)	6,50	6,50	6,00
Sólidos /peso (%)	ASTMD 2832 (2011)	69,35 +/- 0,31	71,30 +/- 0,26	75,80 +/- 0,13
Sólidos/Volumen (%)	ASTMD 5201	58,01 +/- 0,08	61,00 +/- 0,10	64,30 +/- 0,15
Color	VISUAL	Blanco	Blanco	Blanco

De los resultados se deduce:

El proceso de estabilización se realizó de manera adecuada ya que el grado de dispersión mantiene los mismos valores del producto ya completado respecto a la base de dispersión.

No hay manifestaciones de reaglomeración de partículas de pigmentos ni de pérdida de color, aspectos característicos de los fenómenos de floculación.

El recubrimiento epoxy se presenta como el de mayor valor de viscosidad así como también el de mayor porcentaje de sólidos por peso y por volumen.

Todos los recubrimientos se presentan con valores de porcentajes de sólidos por peso y volumen, mayores a los reportados por los cálculos, esto se explica por el factor de evaporación de solventes donde el margen de diferencia de cada uno es el siguiente:

### **POLIURETANO>FENOLICO>EPOXY**

En base a esto se tiene que el proceso que aporta mayor pérdida por evaporación de solventes es el proceso para el poliuretano, resultado este consistente con la naturaleza de los solventes utilizados para este sistema ya que los mismos por su naturaleza química son de evaporación rápida.

Una vez realizada la evaluación fisicoquímica se procedió a los ensayos y pruebas de caracterización aplicada sobre sustrato ferroso, sobre láminas de acero al carbono de 10 cm de ancho por 60,50 cm de largo.

**Tabla 4.9**  
Caracterización del recubrimiento aplicado sobre sustrato ferroso  
(Espesor seco promedio 8,00 mils)

<b>Prueba</b>	<b>Método</b>	<b>Fenólico</b>	<b>Poliuretano</b>	<b>Epoxy</b>
Espesor seco	ASTMD-1005	8,03+/- 0,13	8,02+/- 0,13	8,06+/- 0,13
Secamientos al tacto (Minutos)	ASTMD1640-03 (2009)	15,00 +/- 1,00	25,00+/- 2,00	15,00+/- 1,00
Secamientos libre de huella (Minutos)	ASTMD1640-03 (2009)	60,00 +/- 2,00	41,00 +/- 1,73	45,00 +/- 0,00
Secamientos para manejo (Horas)	ASTMD1640-03 (2009)	4,00 +/- 0,00	8,00 +/- 0,00	8,00 +/- 0,00
Secamientos duro (Horas)	ASTMD1640-03 (2009)	24,00 +/- 0,00	72,00 +/- 0,00	96,00 +/- 0,00
Vida útil de mezcla (Horas)		-----	4,50 +/- 0,20	7,00 +/- 0,20
Brillo (Ang 60)	ASTMD523-(2008)	30,33 +/- 1,53	20,00 +/- 0,00	20,00 +/- 0,00
Dureza	ASTMD3363	F	2H	3H
Adherencia	ASTMD3359	4B	4B	4B
Flexibilidad (mm)	ASTMD 522	0,00 +/- 0,00	8,00 +/- 1,00	10,00 +/- 1,00
Cubrimiento (mils)	COVENIN 3258	2,50 +/- 0,10	2,50 +/- 0,10	2,50 +/- 0,10
Cámara Salina (Hrs)	ASTMB 117(2011)	750	750	750
Poder protector (%)	ASTMD 714 (2009)	44,00 +/- 0,67	47,33 +/- 1,15	50,67 +/- 1,15

De los resultados se deduce:

Los valores de secamiento al tacto, libre de huella, para el manejo y secado duro presentan diferencias entre un recubrimiento y otro, donde el recubrimiento fenólico presenta la velocidad de secado más rápida, respecto al resto, presentando la siguiente secuencia:

**FENOLICO> POLIURETANO>EPOXY.**

El recubrimiento de Epoxy presenta mayor tiempo de vida de mezcla en el envase, esto representa una ventaja en su uso ya que permite un mayor tiempo para su consumo.

Todos los recubrimientos presentan muy buenos valores de adherencia, y el recubrimiento Epoxy presenta el mayor valor de dureza de película, esta propiedad está vinculada al comportamiento que presentan los recubrimientos cuando están expuestos al fuego y dichos valores siguen la siguiente secuencia:

#### **EPOXY > POLIURETANO > FENOLICO**

Todos presentan igual rango de espesor para el cubrimiento y los valores de poder protector sobre sustrato ferroso son bajos comparativamente, motivado al hecho que los pigmentos utilizados por sus propiedades intumescentes presentan pobre resistencia a la corrosión, teniendo la siguiente secuencia:

#### **EPOXY > POLIURETANO > FENOLICO**

El comportamiento de estos recubrimientos una vez aplicados sobre sustratos ferrosos, determinan que los tres sistemas presentan excelentes propiedades mecánicas y de adherencia, en este caso comienza a resaltar las propiedades logradas con el recubrimiento fenólico.

### **4.3 Análisis del comportamiento del recubrimiento ante diferentes condiciones medio ambientales y como afectan estas condiciones sus características de protección intumescentes.**

La tabla 4.10 refleja los valores obtenidos luego de ser expuestos los paneles aplicados a la acción del fuego de cada uno de los recubrimientos

individuales, según las normas ASTM D 3806 y ASTM D 2863, respectivamente, el acero desnudo bajo estas condiciones alcanza un valor de 445°C a los 4 minutos.

**Tabla 4.10**  
Resistencia al fuego de los recubrimientos aplicado sobre sustrato ferroso  
(Capa intumescente, espesor seco 8,00 mils)

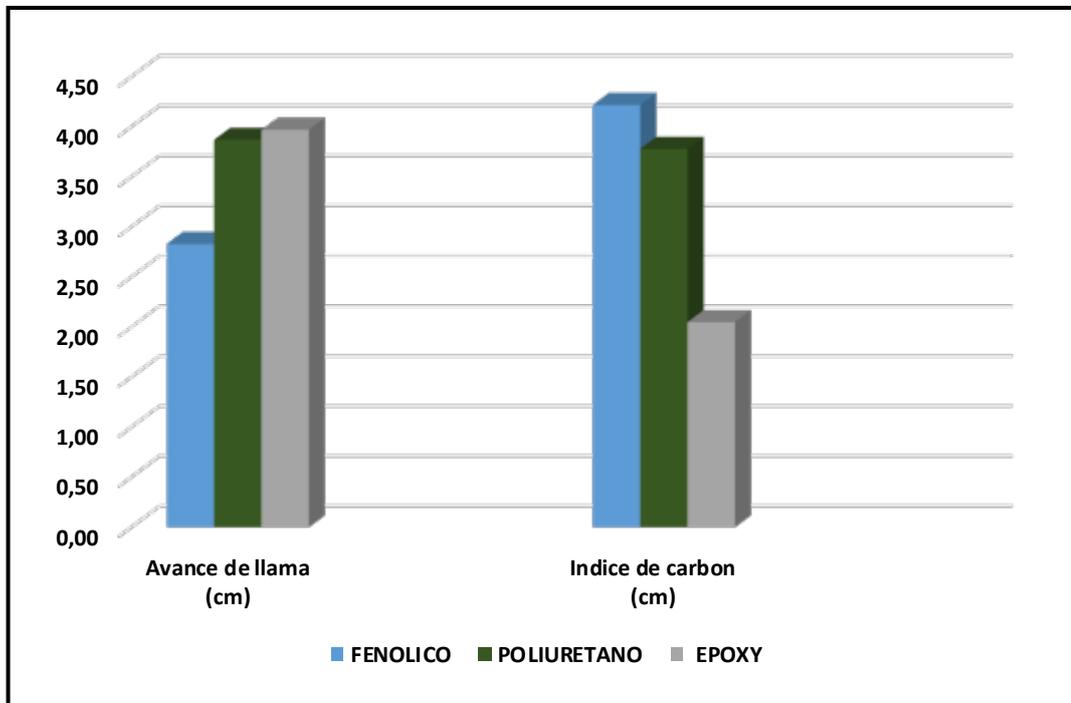
<b>Característica</b>	<b>Método</b>	<b>Fenólico</b>	<b>Poliuretano</b>	<b>Epoxy</b>
Espesor seco	ASTMD-1005	8,03+/- 0,13	8,02+/- 0,13	8,06+/- 0,13
Avance de llama (cm)	ASTMD-3806	2,83+/- 0,11	3,87 +/-0,05	3,97+/-0,06
$\Delta T$ (°C)	ASTMD-3806	138,3 +/- 0,83	155,70 +/- 1,11	179,54 +/- 0,96
Permanencia de llama (seg)	ASTMD-3806	0,00	0,00	0,00
Permanencia de incandescencia (seg)	ASTMD-3806	0,00	0,00	0,00
Intumescencia (mm)	ASTMD-3806	19,55+/-0,38	17,54+/-0,78	16,98+/-0,52
Pérdida de peso (grs)	ASTMD-3806	3,64+/-0,49	2,97+/- 0,47	1,18 +/-0,38
Pérdida de peso (%)	ASTMD-3806	1,66+/-0,22	1,35+/-0,21	1,17+/-0,46
Índice de Carbón (mm)	ASTMD-3806	4,22+/-0,05	3,78+/-0,04	2,05+/-0,15
LOI (%)	ASTMD 2863	36,55 +/-0,46	34,55 +/-0,34	31,18+/-0,35

Todos los recubrimientos comienzan a manifestar reacción a la llama, en términos de intumescencia a los 115 segundos de exposición en el túnel.

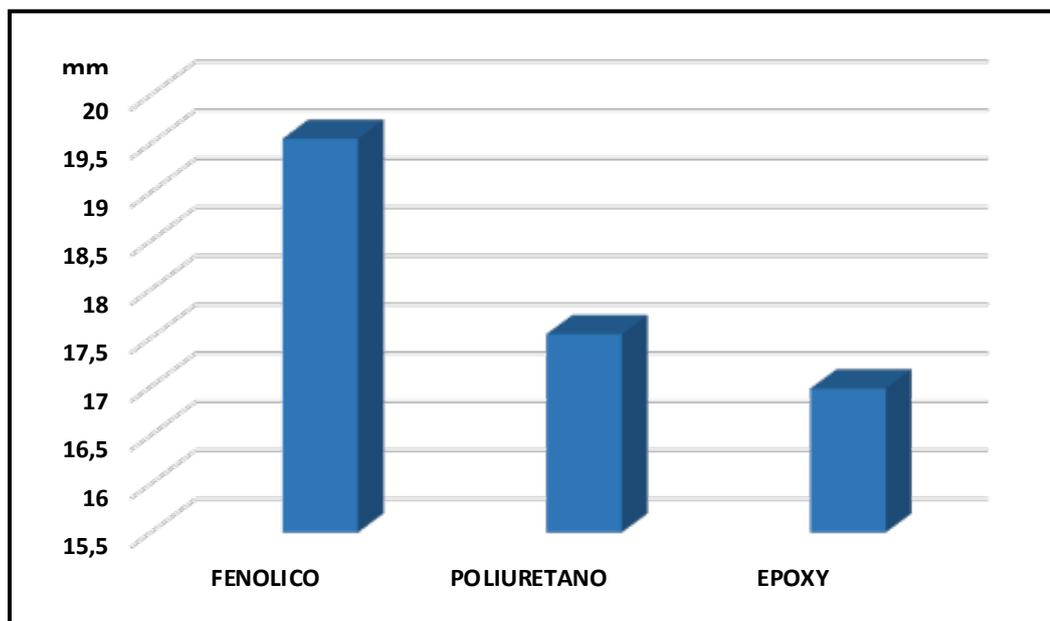
El recubrimiento fenólico presenta mayor formación de carbón en su superficie que el poliuretano y el epoxy.

Los valores obtenidos reflejan que todos los recubrimientos formulados presentan propiedades de resistencia al fuego y de intumescencia, donde el

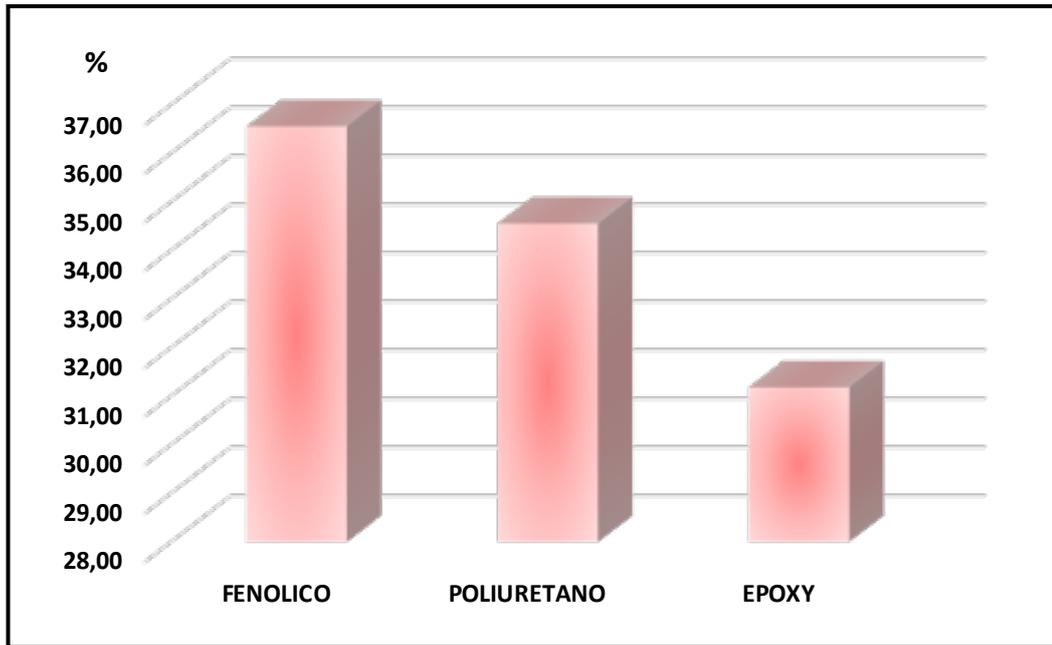
fenólico presenta un mejor comportamiento que el resto de los recubrimientos diseñados para tal fin.



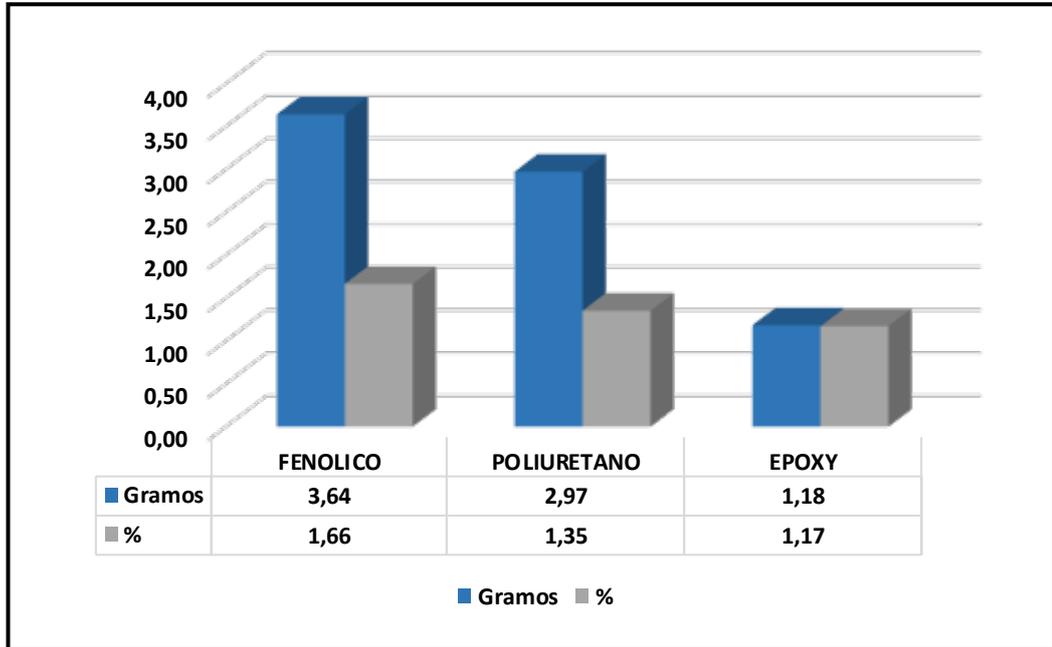
**Figura 4.1** Resistencia al fuego, espesor seco 8,00 mils



**Figura 4.2** Valores de intumescencia, espesor seco 8,00 mils



**Figura 4.3** Valores de LOI, espesor seco 8,00 mils



**Figura 4.4** Valores de pérdida de peso, espesor seco 8,00 mils.

Referente a los ensayos de resistencia al fuego según tabla 4.10 y las figuras 4.1, 4.2, 4.3, y 4.4, los recubrimientos con características intumescentes, presentaron muy buen comportamiento en las pruebas de túnel inclinado, avance de llama y resistencia al fuego, y en la cabina LOI (índice de oxígeno); siguiendo la siguiente secuencia de comportamiento:

**FENOLICO>POLIURETANO>EPOXY.**

El recubrimiento fenólico demostró tener una mayor capacidad fuego retardante que el poliuretano y el epoxy, motivado a su mayor estabilidad térmica; presenta una difícil ignición y una gran tendencia a la formación de una capa carbonosa durante la descomposición térmica, esta última característica se observó en todos los ensayos realizados.

En todos los casos la pérdida de masa estuvo en el rango del 1,17 al 1,66 por ciento, donde el recubrimiento que presentó menor valor de pérdida de masa fue el epoxy y esto se relaciona con la mayor capacidad de reticulado de este recubrimiento que impide una mayor expansión de los gases generados, producto de la exposición a la temperatura por la mezcla de pigmentos.

Además, todos los sistemas preparados presentaron valores de LOI por sobre el 28 por ciento, aplicados a 8,00 mils de espesor promedio de película seca, lo cual permite clasificar los tres sistemas como incombustibles, donde el de mayor valor es el recubrimiento fenólico sobre el poliuretano y el epoxy.

#### **4.4 Evaluación de los factores de desempeño del producto desde el punto de vista de formulación una vez puesto en servicio.**

Luego de realizar los ensayos de laboratorio se procede a analizar el comportamiento del recubrimiento ante diferentes condiciones medio ambientales de aplicación y como afectan sus características, para alcanzar este objetivo se desarrolla el siguiente programa de trabajo.

##### **4.4.1 Preparación de Superficie**

Para el presente proyecto se procedió a realizar limpieza de superficie con chorro de arena de acuerdo a las especificaciones del SSPC-SP10, (Limpieza por chorro de arena a metal casi blanco), el cual consiste en la limpieza por chorro abrasivo que remueve cascarilla de laminado de la herrumbre, pinturas, grasas y todo material extraño, depuesto en la superficie metálica por el uso de este material y procedimiento abrasivo.

El acabado final es una superficie limpia de material extraño que ha sido removido completamente, con la excepción de ligeras sombras, rayas o ligeras decoloraciones causadas por manchas de herrumbre. Por lo menos el 95 por ciento de la superficie está libre de residuos visibles.

##### **4.4.2 Preparación de los recubrimientos.**

En esta etapa se procedió a preparar los diferentes recubrimientos de acuerdo a procedimientos seguidos por Munger (2005), donde se estableció los

criterios de reducción del mismo y las características obtenidas para lograr un acabado uniforme sobre la superficie a proteger.

Una vez lograda la limpieza de la superficie se procede a realizar las aplicaciones de los distintos sistemas protectores, estas aplicaciones consisten en una capa protectora de fondo anticorrosivo, una capa intermedia del recubrimiento intumescente y una capa de esmalte poliuretano como acabado protector para todo el sistema evaluado.

#### **4.4.3 Aplicación de los sistemas protectores**

##### **4.4.3.1 Condiciones de Aplicación:**

Luego del tratamiento superficial, se procedió a la aplicación de la primera capa protectora de fondo anticorrosivo sobre el metal desnudo, luego se aplica una segunda capa del recubrimiento intumescente a un espesor de 8 mils seco, para finalmente completar el sistema aplicando una capa de acabado poliuretano, según la norma covenín 697:2000. Los sistemas serán aplicados siguiendo los criterios y metodologías del método ASTM D 5201-05a (2010), se requiere que la temperatura del sustrato, sea al menos 5 °C ó mayor del punto de rocío, por la incidencia de la humedad relativa en el secado, curado y adherencia adecuada del recubrimiento sobre el sustrato.

La aplicación de los recubrimientos se realizó utilizando el método de aspersión convencional utilizando una pistola pulverizadora marca De Vilbiss modelo JGA 502, con boquilla 765 y tobera FF.

Las condiciones de aplicación están representadas en la tabla 4.11

**TABLA 4.11**  
Condiciones ambientales de aplicación

<b>Característica</b>	<b>Resultado</b>
Temperatura ambiental(°C)	28
Temperatura de sustrato(°C)	28
Punto de rocío (°C)	19
Humedad relativa (%)	70

Los espesores de película seca se determinaron por el cálculo de masividad del sustrato a proteger, de acuerdo a la norma ASTM D 2836.

El concepto de masividad o factor de forma del perfil se define como la relación entre el área exterior del perfil con protección contorneada por unidad de longitud y el volumen de acero contenido en dicha área por unidad de longitud, las dimensiones de la masividad corresponden a la relación  $m^2/m^3$ , o sea  $m^{-1}$ .

Para perfiles continuos (laminados normalizados) de la misma sección recta, la masividad se calcula mediante la relación según norma ISO-834:

$$Masividad = \frac{P}{A} (m^{-1}) \quad (4.1)$$

Donde:

P: Perímetro de la sección recta protegida del perfil (m).

A: Área de la sección recta del perfil ( $m^2$ ).

Los sustratos a recubrir siguen una geometría rectangular en cuyo caso la ecuación del cálculo de la masividad para estructuras rectangulares según ISO-834, es la siguiente:

$$\text{Cálculo de Masividad: } \frac{Hp}{A} = \frac{(2a + 2b)}{(a * b)} \quad (4.2)$$

Donde:

a: longitud de lámina (m)

b: ancho de lámina (m)

Las dimensiones de las láminas de acero al carbono tipo planchón, utilizadas en este aspecto fueron las siguientes:

Longitud = 60,5 cm

Ancho de la lámina = 10 cm

Calibre de la lámina = 5 mm.

El valor de masividad obtenido es menor a  $50 \text{ m}^{-1}$  por lo tanto de acuerdo a esto, los espesores de película seca de aplicación son de 8 mils, (0,2 mm) (Bresler, 1970).

Las láminas aplicadas se dejan secando por un periodo de 10 días para asegurar la completa evaporación de los solventes así como el curado completo del sistema, luego se procede a correr los ensayos acelerados de resistencia a la corrosión y a la intemperie.

Las relaciones de proporción de mezclas así como los valores de reducción y los espesores de película seca alcanzado, para cada uno de los componentes del sistema de aplicación se muestran en la tabla 4.12 donde se puede observar que los espesores totales de película alcanzado para los tres sistemas estudiados varían en un rango muy pequeño por lo que se puede considerar que se obtuvo uniformidad de espesores de aplicación en cada uno de ellos, los recubrimientos poliuretano y epoxy fueron mezclados con sus respectivos agentes de curado para lograr el completo secado de ambos sistemas, los cuales se caracterizan por ser de dos componentes.

**Tabla 4.12**  
Relación de preparación de los recubrimientos

<b>Característica</b>	<b>Sistema A Fenólico</b>	<b>Sistema B Poliuretano</b>	<b>Sistema C Epoxy</b>
Reducción (%)	10,00	10,00	10,00
Agente Curante	Directo	Mezcla con 20% (Vol.) HDI	Mezcla con 20% (Vol.) Poliamida
Capa Fondo (mils)	2,26 +/- 0,18	2,61 +/- 0,12	2,48 +/- 0,12
Capa Intumescente (mils)	8,14 +/- 0,13	8,18 +/- 0,13	8,22 +/- 0,090
Capa Acabado (mils)	1,81 +/- 0,080	1,66 +/- 0,25	1,90 +/- 0,070
Total Espesores (mils)	12,20 +/- 0,39	12,45 +/- 0,50	12,60 +/- 0,28

Luego de aplicados los recubrimientos y dejar secar por un periodo de 7 días, para alcanzar curado total de la película seca, se procedió a realizar los ensayos de resistencia al fuego, de acuerdo a las normas ASTM D 3806 y ASTM D 2863, cuyos valores obtenidos se presentan en la tabla 4.13:

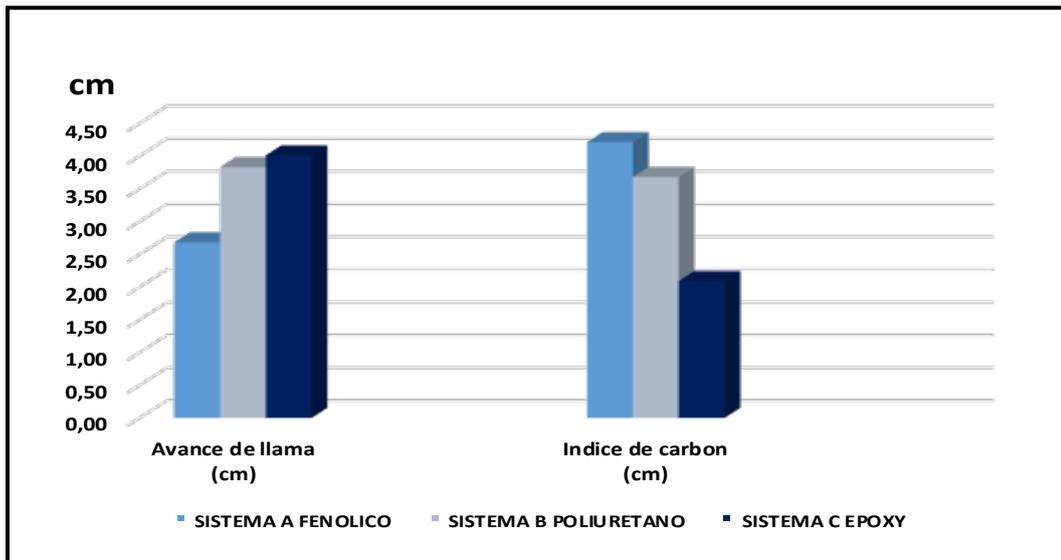
**Tabla 4.13**  
Resistencia al fuego de los recubrimientos aplicado sobre sustrato ferroso  
(Fondo, intumescente, acabado), espesor seco 12 mils

<b>Característica</b>	<b>Método</b>	<b>Sistema A</b>	<b>Sistema B</b>	<b>Sistema C</b>
Espesor película seca (mils)	ASTMD-1005	12,20 +/- 0,39	12,45 +/- 0,50	12,60 +/- 0,28
Dureza	ASTMD 3363	F	2H	3H
Adherencia	ASTMD3359-A	4A	4A	4A
Cámara Salina (Horas)	ASTMB 117 (2011)	750	750	750
Poder protector (%)	ASTMD 714 (2009)	81,78 +/- 0,77	82,89 +/- 0,38	85,78 +/- 1,54
Avance de llama (cm)	ASTMD-3806	2,68 +/- 0,14	3,83 +/- 0,060	4,01 +/- 0,11
$\Delta T$ (°C)	ASTMD-3806	135,89 +/- 1,07	152,63 +/- 1,18	176,52 +/- 1,01
Permanencia de llama (seg)	ASTMD-3806	0,00	0,00	0,00
Permanencia de Incandescencia (seg)	ASTMD-3806	0,00	0,00	0,00
Intumescencia (mm)	ASTMD-3806	20,17 +/- 0,52	18,99 +/- 0,17	18,37 +/- 0,23
Grado de intumescencia	ASTMD-3806	100,83 +/- 2,59	94,93 +/- 0,84	91,83 +/- 1,16
Pérdida de peso (grs)	ASTMD-3806	3,49 +/- 0,19	2,69 +/- 0,15	2,51 +/- 0,23
Pérdida de peso (%)	ASTMD-3806	1,58 +/- 0,090	1,23 +/- 0,060	1,15 +/- 0,10
Índice de Carbón (mm)	ASTMD-3806	4,21 +/- 0,020	3,68 +/- 0,28	2,09 +/- 0,060
LOI (%)	ASTMD-2863	36,30 +/- 0,17	34,00 +/- 0,23	31,30 +/- 0,25

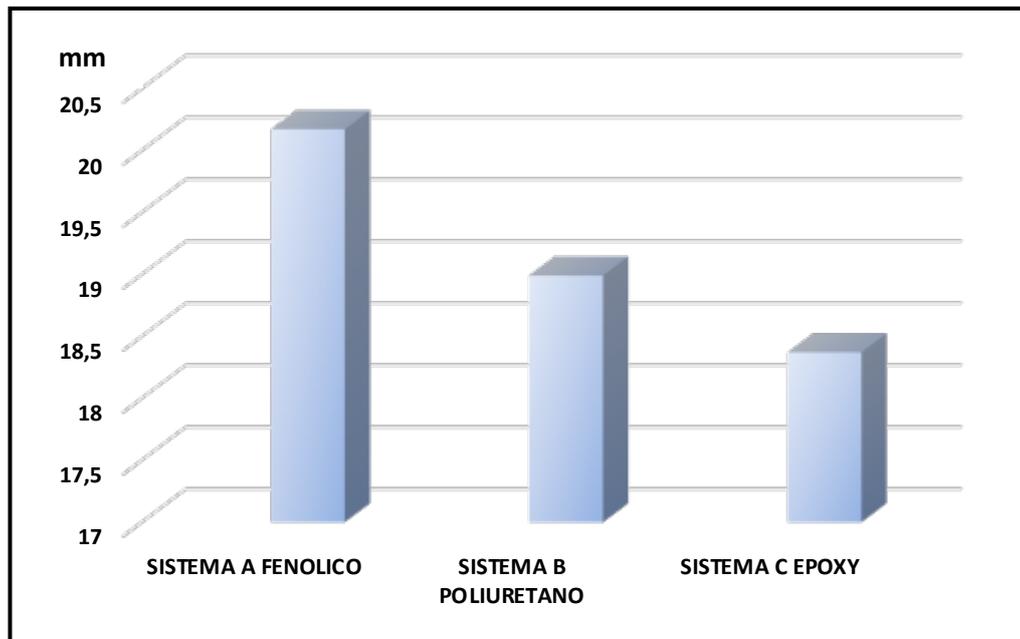
De aquí se observa que los valores de dureza y adherencia en los sistemas se reproducen respecto a los recubrimientos aplicados por separado, la resistencia en cámara salina mejora sustancialmente, producto que el sistema está provisto de

fondo anticorrosivo y tiene mayor espesor de película seca lo cual deriva en un mejor comportamiento a la intemperie.

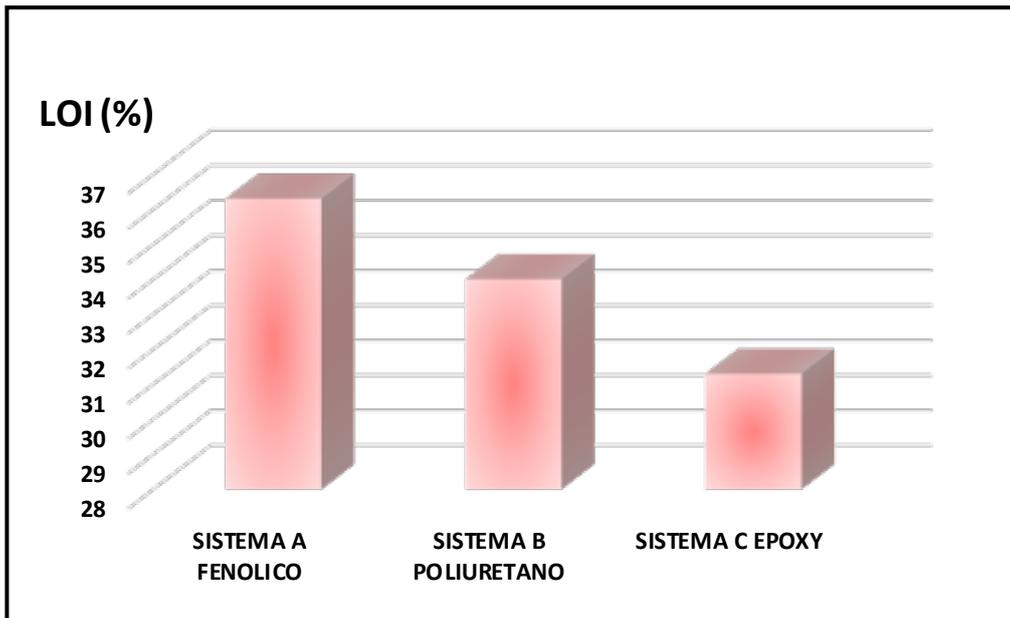
Las gráficas 4.5, 4.6, 4.7, 4.8, muestran la tendencia y el comportamiento de cada uno de los sistemas aplicados.



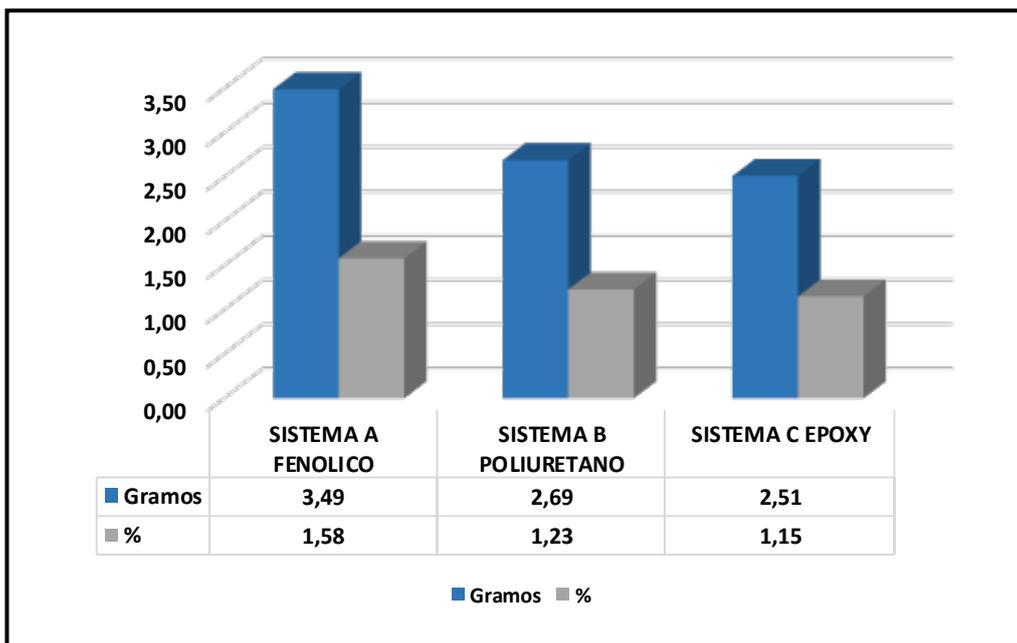
**Figura 4.5** Resistencia al fuego, (Sistema fondo, intumescente, acabado)



**Figura 4.6** Valores de intumescencia, (Sistema fondo, intumescente, acabado)



**Figura 4.7** Valores de LOI, (Sistema fondo, intumescente, acabado)



**Figura 4.8** Valores de pérdida de peso, (Sistema fondo, intumescente, acabado)

De estos valores se deduce que el comportamiento frente al fuego de los sistemas aplicados sigue la misma tendencia y resistencia obtenidas de los recubrimientos por separado, lo que implica que la aplicación de la capa de fondo y acabado no afecta el comportamiento frente al fuego en cada uno de los sistemas.

Con el uso del método ASTM D 3806, se establece un número de ensayos determinado para diversos perfiles y protecciones, permitiendo la posterior interpolación de los resultados de protección, para los elementos no ensayados.

Estos ensayos se realizan siguiendo el mismo procedimiento para la determinación de avance de la llama, con la particularidad de determinar el gradiente de temperatura que se transfiere desde la fuente de la llama al sustrato, con lo que se determina la curva tiempo - temperatura, de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$T - T_0 = 345 \log(8t + 1) \quad (4.3)$$

Donde:

t: Tiempo, expresado en minutos.

T: Temperatura del horno en el tiempo, medida en grados centígrados.

T<sub>0</sub>: Temperatura inicial (ambiente) del horno, en grados centígrados.

T-T<sub>0</sub>: Elevación de la temperatura

De la ecuación se obtienen los valores numéricos que aparecen en la siguiente tabla.

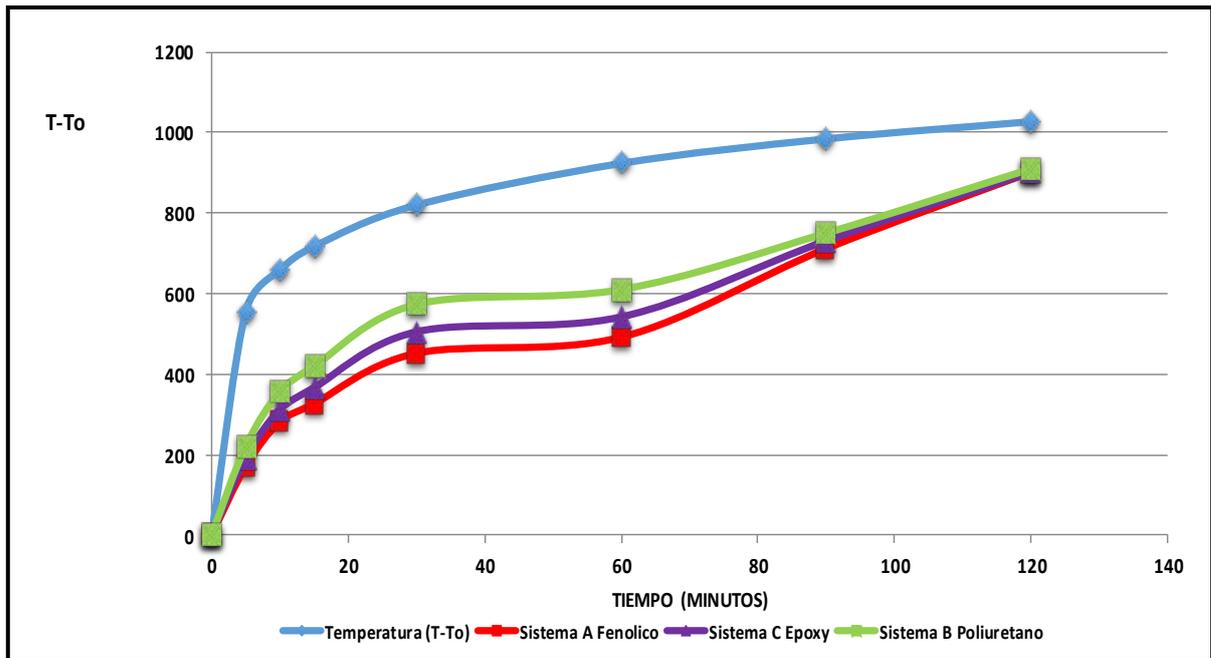
**Tabla 4.14**  
Elevación de la temperatura en función del tiempo  
(Fondo, capa intumescente, acabado) (12 mils)  
Método ASTM D-3806

<b>Tiempo t (minutos)</b>	<b>Elevación de temperatura (T-To) (°C)</b>	<b>Sistema A fenólico (T-To) (°C)</b>	<b>Sistema B poliuretano (T-To) (°C)</b>	<b>Sistema C epoxy (T-To) (°C)</b>
0	0	0,00	0,00	0,00
5	556	169,83	190,67	220,50
10	659	280,83	310,67	356,33
15	718	325,00	365,17	419,00
30	821	450,33	504,17	573,17
60	925	490,33	541,17	609,83
90	986	710,33	730,17	750,33
120	1.029	900,17	900,83	910,33

Durante el ensayo se tomaron registros de la temperatura en el perfil del panel hasta el límite de 500°C. El tiempo necesario para alcanzar dicha temperatura, será la estabilidad al fuego teórica, aunque solo se admite el mayor valor inferior a los correspondientes de la escala:

EF 15, 30, 60, 90, 120, 180, 240.

Por ejemplo si se ha alcanzado un tiempo de 119 minutos, el resultado oficial será EF-90. La figura 4.12 muestra la tendencia de comportamiento de los sistemas de recubrimientos frente al fuego.



**Figura 4.12** Evolución de la temperatura en función del tiempo (Fondo, capa intumescente, acabado)

Del análisis realizado se observa que el tiempo necesario para alcanzar la temperatura de colapso sigue la siguiente secuencia:

Fenólico: En el rango de los 60 a 90 minutos.

Poliuretano: Entre 30 a 60 minutos

Epoxy: A los 30 minutos ya presenta valores de colapso.

En base a los valores obtenidos se obtuvo que la estabilidad teórica al fuego viene expresada de acuerdo a la siguiente secuencia:

**FENÓLICO: EF-60**

**POLIURETANO: EF-30**

**EPOXY: EF-15.**

Los cuales reproducen el comportamiento al fuego de los recubrimientos por separado. En base a los valores obtenidos se deduce que el comportamiento de los sistemas presenta la siguiente secuencia de resistencia:

**FENOLICO>POLIURETANO>EPOXY.**

Dado que las reacciones de curado y térmicas es decir las que se presentan en el mecanismo de acción de los pigmentos, involucran la generación de agua, esta puede permanecer atrapada en la película y luego eliminada en forma de vapor, lo cual retarda el incremento de la temperatura del sistema.

Las propiedades mencionadas fundamentan el excelente comportamiento en los ensayos realizados de las pinturas intumescentes formuladas con la resina fenólica.

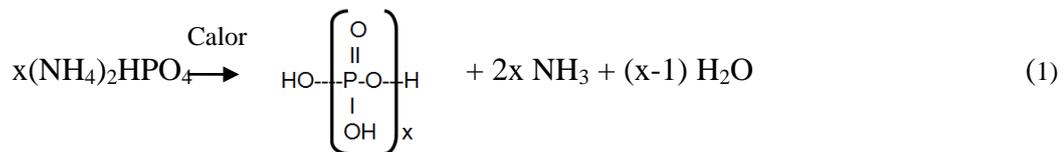
Finalmente, el recubrimiento epoxy se caracteriza por su reducida tendencia a la formación de la capa carbonosa durante la exposición al fuego, presentando una pérdida de masa del 1,15 por ciento.

Las características obtenidas permiten deducir un menor comportamiento de los recubrimientos epoxy-poliamida.

En función de estos resultados se puede establecer un mecanismo de acción de los pigmentos dentro del recubrimiento para entender mejor cómo se comportan los materiales intumescentes, se detalla por separado la acción física y las reacciones químicas, en el entendido que, ambas son simultáneas e inseparables.

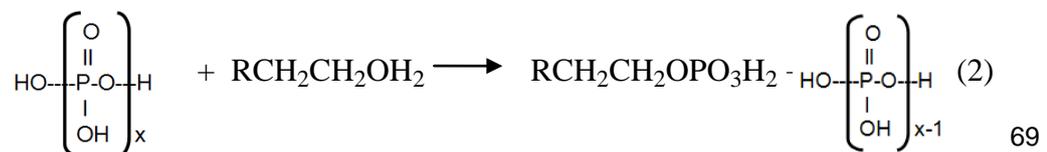
El calor que proviene del incendio hace que aumente la temperatura del material intumescente, que se reblandece, y, debido a la acción de las burbujas de aire producidas por el espumante, aumenta de volumen. La fuerza de esos gases es importante; si se considera, por ejemplo, la descomposición de un espumante en CO<sub>2</sub> únicamente para simplificar los cálculos, la presión puede alcanzar 0,45 MPa (ó en medidas más conocidas: 4,5 kg/cm<sup>2</sup>). Este impulso interno del gas es considerable y sólo está limitado por la elasticidad del agente formador de película. La espuma comienza a desarrollarse alrededor de los 120-140°C. Es una temperatura de comienzo de la reacción muy baja, lo que asegura una protección suficientemente rápida, pues no hay que olvidar que la cantidad de calor desarrollada por un incendio provoca una elevación rápida de la temperatura. No es absolutamente necesario que las llamas incidan sobre la superficie del objeto protegido para que comience la reacción, pues el aporte de un aumento de temperatura es suficiente para hacerla arrancar, (La Costa 1991).

Con respecto al mecanismo químico, en una primera etapa, el efecto del intenso calor produce la descomposición de la sal inorgánica a la forma de ácido:

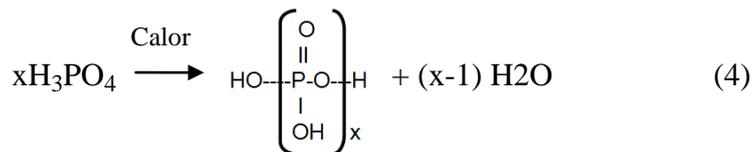
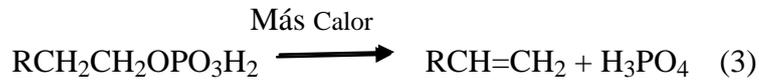


Ácido polifosfórico

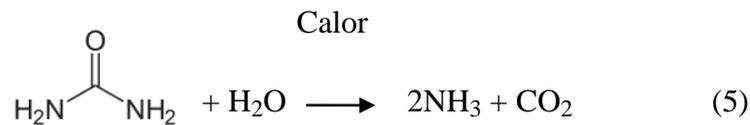
Los componentes de la mezcla intumescente empiezan a ablandarse. El ácido esterifica al compuesto polihidroxilado para dar un poliéster (pentaeritritol):



La mezcla funde y se descompone, el poliál-éster se descompone en un residuo carbonoso y más ácido, que a su vez también se descompone:



Simultáneamente, el producto que proporciona el agente espumante se descompone y los gases producidos hinchan la mezcla fundida:



La película se reblandece y forma una piel sobre la espuma evitando el escape de los gases. La viscosidad de la masa espumosa aumenta y la espuma solidifica completamente por reticulación y carbonización, (Ullah, et al, 2011).

## **4.5 Evaluación económica del recubrimiento desarrollado**

A continuación se da a conocer el procedimiento seguido, haciendo uso de los principios de costeo tradicional, para realizar el cálculo de costo de manufactura y venta del producto desarrollado, así como el cálculo del costo de aplicación del producto.

Para el caso del costo de manufactura este método es aceptado por la contabilidad financiera, y considera que el recurso de la mano de obra directa y los materiales directos son los factores de producción predominantes.

### **4.5.1 Costos de manufactura**

#### **4.5.1.1 Costos fijos y costos variables**

Es también importante analizar los ingresos, ya que es el otro componente o curva que determinará el punto de Equilibrio, en este punto la utilidad es igual a cero, es decir los ingresos son iguales a los costos, el grafico siguiente aclarara mejor lo antes mencionado.

Para los efectos de los cálculos de los costos de manufactura, se tomó el valor histórico del volumen de producción de la planta al cierre del año fiscal y este valor es promediado a 12 meses por lo que se obtiene el valor de galones de pintura producidos, en el centro de costos asignado, durante el mes el cual corresponde a 1600 Galones.

Una vez obtenido el valor del volumen del centro de costo se determinan los costos fijos en el centro de costos asignado, para lo cual se promedian por concepto de gastos operativos en la planta.

La situación se resumió a realizar los cálculos para cada uno de los recubrimientos desarrollados y establecer así la diferencia del parámetro de costo entre cada uno de ellos. Las tablas 4.15 a 4.17 refleja los resultados de estos cálculos (anexo G).

**Tabla 4.15**  
Clasificación de costos fijos

Número	Detalle	Costo Fijo (Bs)
1	Mano de obra indirecta	25000,00
2	Gasto indirecto de fabricación	35630,00
3	Gastos administrativos	14000,00
4	Impuestos	12500,00
5	Gastos de comercialización	30000,00
6	Amortización inversión directa	5000,00
7	Costo financiero	10000,00
8	Costo total	132130,00
9	Costo/Gls.	82,60

*Fuente.* Libros Contables de Inducolor C.A. (2012)

**Tabla 4.16**  
Clasificación de costos variables

<b>Numero</b>	<b>Detalle</b>	<b>Costo Fenólico (Bs)</b>	<b>Costo Poliuretano (Bs)</b>	<b>Costo Epoxy (Bs)</b>
1	Materia prima	111,85	143,68	123,00
2	Materiales e insumos	45,00	45,00	45,00
3	Mano de obra directa	10,20	10,20	10,20
4	Total	167,05	198,88	178,20

**Tabla 4.17**  
Clasificación de costo total de producto y valor de punto de equilibrio

<b>Valores de costos</b>	<b>Fenólico</b>	<b>Poliuretano</b>	<b>Epoxy</b>
Costo fijo (Bs)	82,60	82,60	82,60
Costo variable (Bs/Gls)	167,05	198,88	178,20
Costo total (Bs)	249,65	281,48	260,80
Costo de inventario (Bs)	49,90	56,30	52,16
Costo de ventas (Bs )	299,55	337,80	312,95
Precio de ventas (Bs) (*)	393,90	444,20	412,00
Punto de equilibrio (Galones)	583,00	539,00	567,00
Tasa interna de retorno a 1,5 años (%)	23,00	23,00	23,00

En base a los resultados obtenidos se deduce que la estimación de los costos variables y los costos fijos es básica para conocer el alcance de los gastos operativos en la fabricación de los recubrimientos.

De acuerdo al criterio del punto de equilibrio se requieren producir 583 galones fenólico, 539 del poliuretano ó 567 del epoxy para alcanzarlo y por la tasa interna de retorno (TIR) a los 1,5 años indica que se obtiene un valor del 23% para todas las formulaciones, por lo que de acuerdo a este valor el desarrollo es rentable, se recupera la inversión y se obtiene un beneficio por el riesgo, (anexo G).

Se destaca que los cálculos están realizados tomando como tasa de cambio el valor existente para septiembre del 2013, es decir una tasa de 6,30 Bolívares por Dólar

#### **4.5.2 Precio de ventas**

Para estimar el precio de ventas se utilizó las fórmulas del costo, agregándole a los costos los gastos de operación y la utilidad deseada, pero siempre teniendo como referencia el precio del mercado, se aplicó para el cálculo, los principios de las ciencias contables, obteniéndose un valor real y apegado a los términos contables y al marco legal Venezolano. Para este estudio se definió que el margen de utilidad en el rango del 30 por ciento, de acuerdo a la ley.

De los resultados obtenidos se deduce que:

Los costos de fabricación y precio de ventas para el recubrimiento fenólico son los más bajos de los tres recubrimientos estudiados, sin embargo motivado a este factor el punto de equilibrio (galones producidos) en este caso es mayor que los otros dos recubrimientos.

### 4.5.3 Índice de cálculos de costos de aplicación

Una vez establecido los costos de fabricación y precios de ventas es necesario determinar de qué manera impactan estos precios en el desarrollo de un proyecto de aplicación de este tipo de recubrimientos, para lograrlo es necesario establecer los costos de las actividades a realizar definido como costo hora-hombre, para esto es necesario separar las diferentes etapas que constituyen un proceso de aplicación de pinturas a nivel industrial, la cual consiste de varias etapas los cuales se detalla a continuación:

- a) Preparación de superficie
- b) Aplicación del sistema protector según la secuencia: capa de fondo, capa intermedia y capa acabado.

A pesar de los esfuerzos por mantener valores razonables de precios en mercado, la mejor relación costo-aplicación-beneficio, resulta del cálculo del rendimiento de costo por  $m^2$  de sistema aplicado, de esta manera se obtiene un monto específico en dinero lo cual determina la mejor relación de aplicación desde el punto de vista económico, el procedimiento de cálculo consiste en separar las diferentes etapas del proceso y llevar los cálculos a montos de  $Bs/m^2$ , los cálculos se desarrollaron y están representados en los anexos.

Tomando en cuenta el valor de producción en  $m^2/Hora$  y ajustando este parámetro al costo  $m^2/Hora$  hombre se obtuvo que el costo de arenado por  $m^2$  viene dado por (anexo I):

---

$$\text{COSTO ARENADO (Bs/m}^2\text{)} = 230 \text{ Bs/m}^2$$

---

#### 4.5.3.1 Cálculo del valor hora-hombre en la aplicación del sistema protector

Una vez obtenido el cálculo del proceso de arenado, se procede a realizar los cálculos involucrados en el proceso de aplicación del sistema protector, el área promedio de rendimiento alcanzado utilizando pistola convencional es 51 m<sup>2</sup>/Hora (Munger, 2005).

**Tabla 4.18**  
Rendimiento de pinturas y aplicación por espesor de aplicación

<b>Material</b>	<b>Producción (m<sup>2</sup>/H)</b>	<b>Rendimiento pintura (m<sup>2</sup>/Galón) (1 mils)</b>	<b>Rendimiento pintura (m<sup>2</sup>/Galón) (Espesor aplicado) (*)</b>	<b>Costo pintura (Bs/Galón)</b>
Fondo	51	63,75	25,50	325,00
Intumescente (Fenólico)	51	84,50	7,92	393,90
Intumescente (Poliuretano)	51	83,44	7,80	444,20
Intumescente (Epoxy)	51	93,87	8,80	412,00
Acabado	51	60,00	33,33	450,00

(\*) En los cálculos desarrollados para determinar los costos de aplicación es recomendable tomar un estimado de pérdida del orden del 25% del material por concepto de manejo y manipulación, así como por la influencia de lo corrugado de la superficie una vez ha sido arenado, por lo tanto para efectos de los cálculos se estimó este valor como factor de pérdida, (SSPC, 1992).

Relacionando los costos de la preparación de superficie junto a los costos de aplicación se obtienen los valores reportados en la siguiente tabla;

**Tabla 4.19**

Costo global de preparación de superficie y aplicación de recubrimiento por jornada de 8 horas utilizando pistola convencional por pintor (Fondo, intumescente, acabado; total 12 mils)

<b>Sistema</b>	<b>Preparación de superficie (Bs/m<sup>2</sup>)</b>	<b>Costo de recubrimiento (Bs/m<sup>2</sup>)</b>	<b>Costos de aplicación (Bs/m<sup>2</sup>)</b>	<b>Inspección (Bs/m<sup>2</sup>)</b>	<b>Total (Bs/m<sup>2</sup>)</b>
<b>Sistema A fenólico</b>	230,00	76,00	127,00	30,00	463,00
<b>Sistema B poliuretano</b>	230,00	83,00	134,00	30,00	477,00
<b>Sistema C epoxy</b>	230,00	73,00	124,00	30,00	457,00

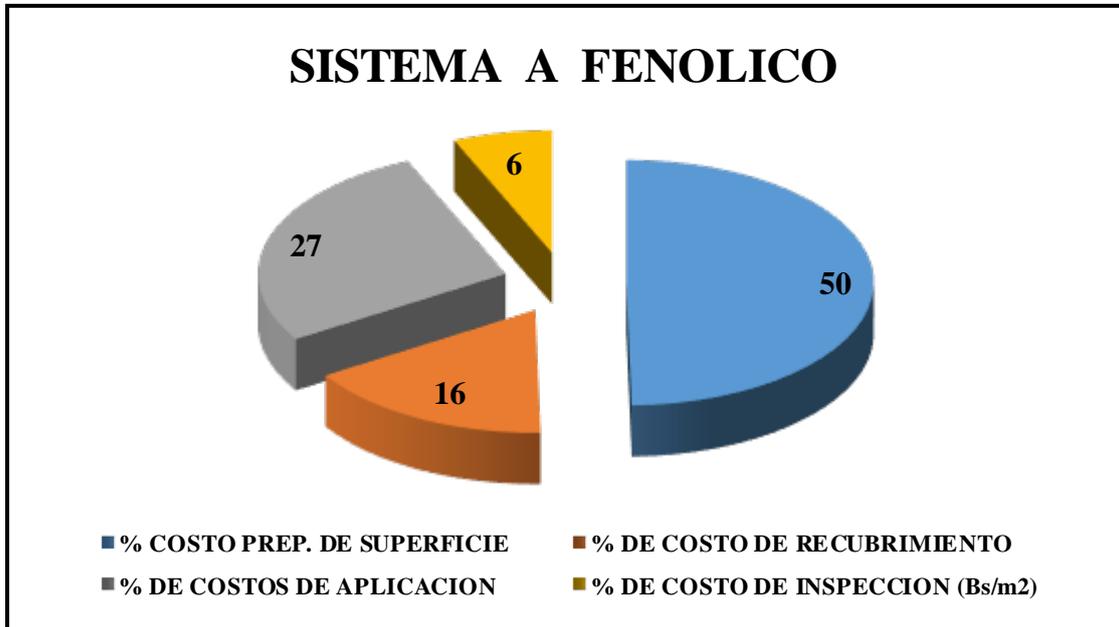
De los valores de la tabla 4.19 se obtienen los porcentajes de costos en función de cada proceso, según la tabla 4.20 (anexo I):

**Tabla 4.20**

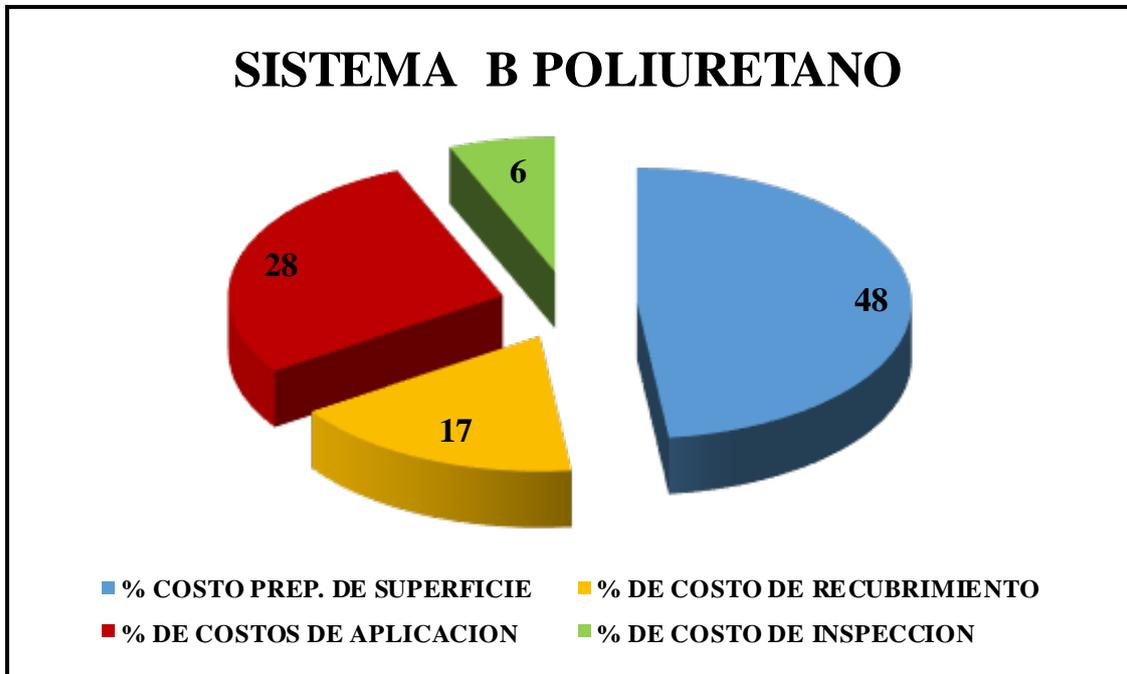
Porcentaje de Costo global de preparación de superficie y aplicación de recubrimiento por jornada de 8 horas utilizando pistola convencional por pintor. (Fondo, intumescente, acabado; total 12 mils)

<b>Sistema</b>	<b>Prep. de superficie % (Bs/m<sup>2</sup>)</b>	<b>Costo de recubrimiento % (Bs/m<sup>2</sup>)</b>	<b>Costos de aplicación % (Bs/m<sup>2</sup>)</b>	<b>Inspección % (Bs/m<sup>2</sup>)</b>	<b>Total % (Bs/m<sup>2</sup>)</b>
<b>Sistema A fenólico</b>	50,00	16,00	27,00	6,00	100,00
<b>Sistema B poliuretano</b>	48,00	17,00	28,00	6,00	100,00
<b>Sistema C epoxy</b>	50,00	16,00	27,00	7,00	100,00

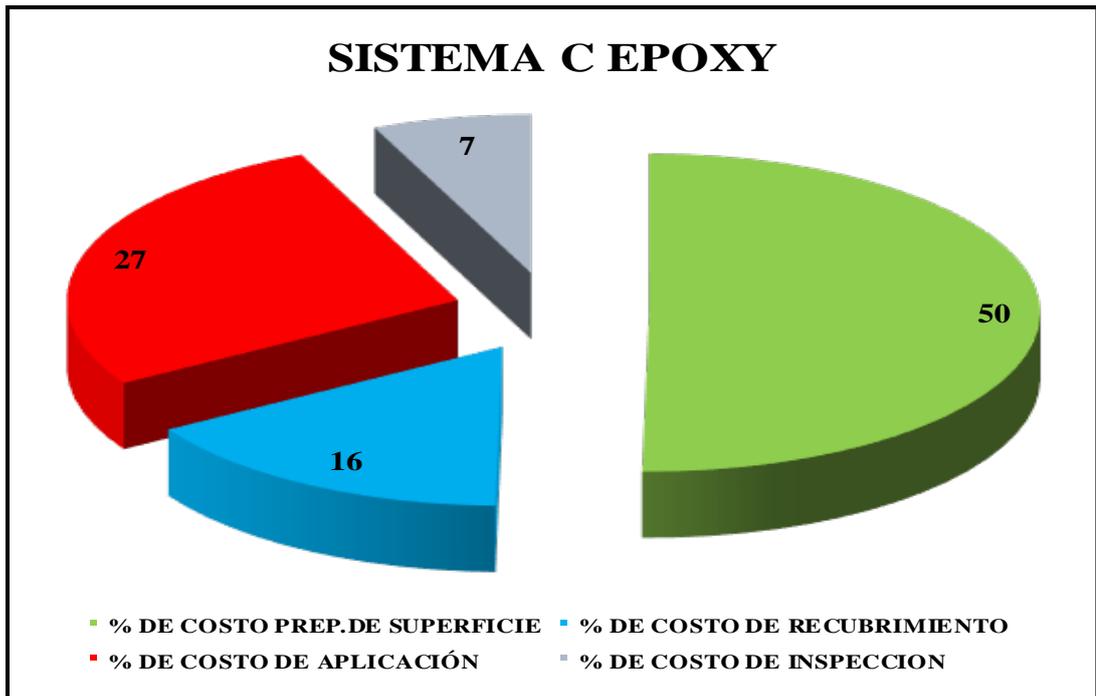
Gráficamente se puede visualizar mejor la distribución porcentual del costo global de aplicación (ver figuras 4.11; 4.12 y 4.13)



**Figura 4.11** Relación porcentual de aplicación (Sistema A fenólico)



**Figura 4.12** Relación porcentual de aplicación (Sistema B poliuretano)



**Figura 4.13** Relación porcentual de aplicación (Sistema C epoxy)

Para los cálculos, se tomaron en cuenta los parámetros técnicos de formulación de producto, donde el valor de rendimiento teórico, es de grado crítico esencial, donde el recubrimiento que presenta mejor relación de costo en el momento de la aplicación es el epoxy, ya que el mismo tiene mayor valor de rendimiento teórico que el fenólico y el poliuretano.

Los costos obtenidos por concepto de aplicación de los tres sistemas de recubrimientos están en el rango estimado para trabajos de esta naturaleza, y donde costo por concepto de pintura está entre el 16 y 17 por ciento lo que implica un monto promedio dentro del rango generalmente estimado por este concepto (SSPC, 1992).

Los valores estimados en porcentajes son los siguientes (SSPC, 1992):

(a) Costo de Preparación de la Superficie: 50-60 %

(b) Costo de Aplicación: 20-25%

(c) Costo de Pintura: 15-20 %

(d) Costo de Inspección y otros: 10-15 %

Se deduce que los tres sistemas aplicados se ajustan a los requerimientos porcentuales de costos de aplicación, de acuerdo a los parámetros establecidos por Munger (2005) y el Steel Structure Painting Council, (SSPC, 1992), para el avalúo de costos de aplicación de sistemas industriales.

Se resalta en este caso que, el fenólico, por ser un recubrimiento de un solo componente presenta una ligera ventaja competitiva respecto a los otros ya que estos son recubrimientos de dos componentes, aunque desde el punto de vista del cálculo es difícil de medir, sin embargo esta es una diferencia que desde el punto de vista de mercadeo y comercialización es valorada por el usuario.

#### **4.6 Establecimiento de las pautas de desarrollo de norma técnica para la aplicación del recubrimiento para alcanzar protección estructural de alcance a nivel nacional**

##### **4.6.1 Especificaciones de uso**

En Venezuela es poco conocido los recubrimientos intumescentes aplicados sobre estructuras de acero. Si bien es una buena solución para proteger el acero del fuego, trae como consecuencia que se utilice erróneamente debido a lo novedoso de la tecnología.

Debido a que las pinturas intumescentes son revestimientos técnicos, requieren de un cuidado especial en su aplicación. La responsabilidad para todas las aplicaciones que envuelven el uso de pinturas intumescentes, incluyendo

diseño, especificaciones documentación, aplicación y reparaciones, deben ser claramente establecidos entre especificadores, suministradores, contratistas y sub-contratistas.

Los aspectos a controlar son los siguientes:

**(a) Preparación de superficie del acero**

La superficie del acero a proteger debe estar limpia y libre de polvo, grasas, aceites y cualquier otro tipo de impureza superficial. Además se deberá reparar los defectos de la construcción que exista. El acero deberá quedar con una rugosidad entre 2,00 y 3,00 mils y no debe exceder los 4 mils y de ésta manera asegurar una óptima adherencia entre la pintura y el revestimiento.

Como método de limpieza se recomienda el arenado nivel de limpieza a metal casi blanco según especificación del SSPC-SP-10.

Luego del arenado se debe aplicar lo antes posible el fondo imprimante, de modo de evitar la corrosión de la superficie tratada. El tiempo máximo que puede transcurrir entre el arenado y la aplicación del imprimante es de 4 horas y en caso de no ser cubierta en las primeras cuatro horas se deberá realizar todo el procedimiento de nuevo, ya que el acero una vez transcurrido ese tiempo ya pierde sus condiciones de limpieza.

**(b) Aplicación del fondo (primera capa).**

Como se señaló anteriormente, debe ser aplicado a la brevedad después de la preparación de la superficie siguiendo las instrucciones de la ficha técnica del producto.

El fondo es una parte importante porque de éste dependerá en buena medida la adherencia del sistema protector. Por lo tanto antes de aplicar la pintura intumescente, se deben tomar en cuenta las siguientes consideraciones:

El fondo debe estar dentro de su período de repintado.

La superficie del fondo debe estar limpia, seca y libre de contaminación.

Finalmente, y lo más importante, es que el fondo debe ser completamente compatible con el recubrimiento intumescente. De lo contrario podría traer consecuencias la falla del sistema protector.

El fondo no puede contener pigmentos intumescentes, si no esta capa estaría activándose con el calor, hinchándose y provocando un desprendimiento del sistema protector.

### **(c) Aplicación de la pintura intumescente (capa intermedia)**

La aplicación de la capa intermedia del intumescente debe ser llevada a cabo de acuerdo a los pasos realizados en las pruebas funcionales.

Se recomienda que la pintura intumescente se aplique en ambientes ventilados y con temperaturas entre 10°C y 40°C y la temperatura del sustrato de al menos 5°C sobre el punto de rocío. A temperaturas mayores a los 40°C la evaporación de los solventes se acelera provocando algunos cambios químicos en el producto lo cual provoca un cambio de comportamiento y finalmente este no funciona adecuadamente.

La humedad relativa del ambiente no puede ser mayor a 75% ya que a humedades mayores el producto comienza a adquirir agua desde el ambiente, provocando un comportamiento menos efectivo.

Una de las desventajas que posee este producto es que no está diseñado para estar expuesto directamente a la intemperie, por lo tanto se debe efectuar la aplicación de un acabado final para protegerlo, o en estructuras que se encuentren bajo techo o protegidas de alguna u otra forma, en las cuales se esté controlando las condiciones ambientales.

La aplicación se puede hacer con brocha, rodillo o pistola, si se aplica a brocha o rodillo se puede pintar en capas de hasta de 10 mils (0,25mm.). Sí se aplican capas en mayores espesores al estar pintando con brocha o rodillo se incorpora aire con facilidad provocando pérdida de resistencia del sistema protector.

En caso de aplicación por aspersión se recomienda el uso de pistolas de aplicación convencional o de HVLP, con las siguientes características:

Boquilla: 765

Tobera: FF.

En el caso de aplicación con equipos de atomización sin aire es recomendable utilizar máquina que tenga compresor de 3000 psi de presión y 4,7 litros/mín.

Para este caso el espesor máximo que se puede alcanzar por capa es hasta de 15 mils.

#### **(d) Aplicación de la capa de acabado final**

Como se obtuvo experimentalmente, los recubrimientos intumescentes poseen muy poca cantidad de pigmentos encargados de controlar los ataques del medio ambiente. Es por esta razón que se debe aplicar una pintura de acabado al

sistema de protección. De esta manera queda sellado y protegido de los agentes del medio ambiente, tales como la humedad, temperatura y rayos solares.

La aplicación se sigue de acuerdo a las especificaciones indicadas en el procedimiento experimental, además debe ser compatible con el sistema intumescente.

Para los efectos del presente trabajo se aplicó como acabado de capa final esmalte a base de poliuretano, ajustado especialmente como acabado protector del sistema ya que cuando este producto está totalmente curado o seco su rigidez podría impedir o retardar el efecto de la intumescencia.

Para poder aplicar el acabado es necesario que haya transcurrido un mínimo de 24 horas entre la última mano de intumescente y la primera capa de acabado.

Esta pintura puede ser aplicada con brocha, rodillo, pistola convencional, HVLP y pistola sin aire.

Por la durabilidad del material es necesario mantener un programa de mantenimiento anual para garantizar sus propiedades protectoras.

#### **4.6.2 Normativa**

La experiencia de incendios ha conducido a la elaboración de reglamentos y normativas para establecer regulaciones de seguridad contra incendios a nivel mundial.

Estos reglamentos y normativas son descriptivos y se definen por el tipo de estructura o edificación.

En primer lugar se tiene la evacuación de las personas: Los reglamentos especifican el número de salidas de emergencia, número de escaleras y anchos de las puertas.

En segundo lugar la propagación del fuego: se han desarrollados dos conceptos, “resistencia al fuego” y “reacción al fuego”.

La reacción al fuego determina la contribución al desarrollo del fuego de los materiales tales como estructuras, aislamientos y revestimientos.

La resistencia al fuego de la estructura EF 15, 30, 60. Este nivel de resistencia esta generalmente definido sin tener en cuenta la geometría de los espacios ni las medidas de protección activas, tales como alarmas y dispositivos de extinción automática, condiciones de ventilación, evacuación de humos y calor, medidas activas de combate contra incendios y la acción de los bomberos.

En el país se han definido estos aspectos en la norma general COVENIN Norma 823. Esta Norma Venezolana establece los requisitos mínimos de protección contra incendios que deben cumplirse en edificaciones de uso comercial, construidas y por construir y en la cual establece los lineamientos generales a seguir, producto del análisis de riesgo.

Significa que estos aspectos han sido establecidos en base a consideraciones históricas, experiencias en otros países, información concerniente a otros siniestros, basada en el juicio de expertos, donde los principales parámetros que definen las exigencias están en la altura de los edificios y la naturaleza de su ocupación.

La norma ISO 834 aceptada internacionalmente es una curva convencional de elevación de temperatura en un horno de ensayo. Esta curva existe desde

principios del siglo XX y fue adoptada por la ASTM (American Society for Testing Materials) y después retomada por numerosas normas internacionales.

Presenta una subida de temperatura bastante rápida al principio, fenómeno que se presenta efectivamente en una deflagración. Sin embargo su finalidad no es la de reproducir condiciones reales de un incendio, sino permitir la comparación del comportamiento ante el fuego de diferentes elementos y establecer de este modo una clasificación relativa, jerarquización, con relación a un fuego de referencia, fácilmente reproducible.

Esta curva ha sido estandarizada y es una curva logarítmica e infinitamente creciente, lo que ofrece las siguientes ventajas prácticas:

En primer lugar siempre es posible alcanzar el colapso, lo que permite efectivamente una clasificación con relación a este criterio.

Además hay un solo parámetro a controlar durante el ensayo que es la carga de combustible. Este parámetro se controla en función de las dimensiones del túnel de llama.

Esto permite volver a la curva teórica cuando las medidas de temperatura en el horno indiquen una desviación.

Adicional es importante desarrollar el respectivo análisis de riesgo para conocer la posibilidad de incendios o explosiones en el área y estructuras a proteger, así como determinar la facilidad de propagación de incendio, generación de humos y vapores tóxicos.

De aquí se definen los niveles de riesgos, como nivel bajo, medio y alto.

Donde el nivel de riesgo bajo se define como el presente en áreas donde se encuentran materiales con combustibilidad baja, no hay facilidad de propagación

de fuego ni de generación de humos, vapores tóxicos y no existe posibilidad de explosión, con una carga calorífica menor a 250.000 Kcal/m<sup>2</sup>

El nivel de riesgo medio se presenta en área donde se encuentran materiales combustibles que puedan generar fuegos de dimensiones medias con posibilidad de generación de humo vapores tóxicos pero sin posibilidad de explosiones con una carga calorífica entre 250.000 Kcal/m<sup>2</sup> a 500.000 Kcal/m<sup>2</sup>.

Y el nivel de riesgo alto el cual se evidencia en áreas donde se encuentran materiales combustibles que producen fuegos de gran magnitud o que producen vapores tóxicos o existe la posibilidad de explosión con una carga calorífica mayor a 500.000 Kcal/m<sup>2</sup>, (DiNeno, 1988).

El tener conocimiento de estos parámetros facilita la elaboración de la recomendación de aplicación de acuerdo al área en estudio.

## CONCLUSIONES

Se logró el desarrollo de varias opciones de recubrimientos intumescentes para ser utilizado como protector de estructuras de acero en condiciones de incendio, rápido y de fácil uso, ya que puede ser aplicado a pistola, brocha o rodillo sin necesidad de gran tecnología.

Por el grado de dispersión, el sistema fenólico y el poliuretano, presentan mejores propiedades globales de humectación que el epoxy.

Los tiempos de dispersión obtenidos son altamente eficaces, aunque en el epoxy, presenta un rango mayor y una de las variables de afectación es precisamente la baja capacidad de humectación que presenta comparado a los otros dos recubrimientos.

La estabilización se realizó de manera efectiva ya que no se presentaron manifestaciones de reaglomeración de partículas de pigmentos ni de pérdida de color, aspectos característicos de los fenómenos de floculación.

Los tres sistemas presentaron bajo poder protector en la exposición a la cámara salina, ya que no posee pigmentos inhibidores de la corrosión, además disminuye la adherencia de la corteza carbonosa al no presentar una interfase entre la corteza y el metal base, por lo tanto no se debe utilizar la pintura intumescente como fondo, además disminuye la adherencia de la corteza carbonosa.

Por los valores de índice de oxígeno obtenidos los tres sistemas se califican como incombustibles, donde el de mayor valor es el recubrimiento fenólico.

La aplicación de los sistemas completos reproduce el comportamiento de resistencia al fuego y de intumescencia de los recubrimientos por separado.

El esquema de un sistema de recubrimiento intumescente corresponde a una pintura de fondo con pigmentos anticorrosivos, una capa intermedia intumescente que lleva a cabo tal expansión y un acabado que protege del ambiente al intumescente.

En presencia del calor, las pinturas intumescentes se descomponen liberando gran cantidad de gases no combustibles que expanden al ligante de la pintura, a la vez que es rigidizada por un agente carbonífero, formando una pantalla frente al sustrato que lo aísla del calor. Al liberar los gases, el calor es absorbido en el proceso, disminuyendo la temperatura que rodea el elemento metálico.

Es necesario proteger a la pintura intumescente con un acabado de baja carga combustible y compatible con la pintura a proteger.

La película del epoxy y el poliuretano es muy dura y no permite que el recubrimiento entumezca, lo cual deja al perfil con menos resistencia al fuego pues la protección no puede hincharse para aislarlo el calor.

Las pinturas intumescentes protegen sólo elementos de acero que son estructurales y que poseen dimensiones mínimas, no es aplicable sobre láminas de

acero galvanizado, hojalatas, o zinc de bajo espesor ya que no presenta efectividad.

De la caracterización fisicoquímica así como su comportamiento en condiciones de incendio, se desprende el siguiente comportamiento:

**FENOLICO> POLIURETANO> EPOXY.**

El sistema Fenólico viene a ser el recubrimiento más económico desde el punto de vista del precio de venta, sin embargo el recubrimiento epoxy presenta una mejor relación de costo rendimiento una vez se ha realizado la aplicación final de los sistemas, pero por tratarse de un recubrimiento de un solo componente presenta una ligera ventaja competitiva respecto a los otros ya que estos son recubrimientos de dos componentes, aunque desde el punto de vista del cálculo es difícil de medir, sin embargo esta es una diferencia que desde el punto de vista de mercadeo y comercialización es valorada por el usuario.

De acuerdo al análisis de las variables de costo, el proyecto de formulación es rentable.

## RECOMENDACIONES

Por el hecho de ser un sistema novedoso en el país se requiere seguir abordando diferentes aspectos analíticos y técnicos con el fin de lograr un entendimiento más profundo referente al desarrollo, uso y funcionalidad de estos materiales para tal fin es necesario ahondar en los siguientes aspectos.

Hacer énfasis en el desarrollo de un sistema de base acuosa con el fin de obtener un recubrimiento totalmente ecológico y que ofrezca las mismas condiciones de comportamiento frente al fuego a los obtenidos en el presente trabajo.

Estudiar mezclas de pigmentos que permita que el hinchado se produzca rápidamente y en la optimización de los componentes actuales, con el fin de aumentar la resistencia al fuego, para ello es necesario estudiar las relaciones de concentración de pigmento en volumen, P.V.C. y evaluarlo en función de las propiedades químicas de los mismos.

Al tratarse de un sistema que provee protección pasiva estructural y que el uso del mismo en última instancia es la de salvar vidas, es necesario seguir en la búsqueda de nuevos balances de pigmentos y composición de los mismos que permitan obtener un sistema con mayor tiempo de estabilidad al fuego y evitar en algunos casos la liberación de gases tóxicos tanto para las vías respiratorias como para la vista, de los alcanzados en el presente trabajo.

## **BIBLIOGRAFÍA**

American Society for Testing and Materials ASTM B117 - 11 Standard Practice for Operating Salt Spray (Fog) Apparatus.

American Society for Testing and Materials ASTM D523 – (2008) Standard Test Method for Specular Gloss.

American Society for Testing and Materials ASTM D714 - 02(2009) Standard Test Method for Evaluating Degree of Blistering of Paints.

American Society for Testing and Materials ASTM D823 - 95 e1 (2012) Standard Practices for Producing Films of Uniform Thickness of Paint, Varnish, and Related Products on Test Panels.

American Society for Testing and Materials ASTM D1210-05 (2010) Standard Test Method for Fineness of Dispersion of Pigment-Vehicle Systems by Hegman-Type Gage.

American Society for Testing and Materials ASTM D1475-98 (2008) Standard Test Method For Density of Liquid Coatings, Inks, and Related Products.

American Society for Testing and Materials ASTM D1640 - 03(2009) Standard Test Methods for Drying, Curing, or Film Formation of Organic Coatings at Room Temperature.

American Society for Testing and Materials ASTM D2832 – 92 (2011) Standard Guide for Determining Volatile and Nonvolatile Content of Paint and Related Coatings.

American Society for Testing and Materials ASTM D2863 - 12e1 (2012) Standard Test Method for Measuring the Minimum Oxygen Concentration to Support Candle-Like Combustion of Plastics (Oxygen Index).

American Society for Testing and Materials ASTM D3359– e2 (2009) Standard Test Methods for Measuring Adhesion by Tape Test.

American Society for Testing and Materials ASTM D3363-00 (2000) Standard Test Method for Film Hardness by Pencil Test.

American Society for Testing and Materials ASTM D3806 – 98 (2011) Standard Test Method of Small-Scale Evaluation of Fire-Retardant Paints (2-Foot Tunnel Method).

American Society for Testing and Materials American Society for Testing and Materials ASTM D4414 – 95 (2007) Standard Practice for Measurement of Wet Film Thickness by Notch Gages.

American Society for Testing and Materials ASTM D4417 –(2011) Standard Test Methods for Field Measurement of Surface Profile of Blast Cleaned Steel.

American Society for Testing and Materials ASTM D5201 - 05a (2010) Standard Practice for Calculating Formulation Physical Constants of Paints and Coatings.

American Society for Testing and Materials ASTM D6905 - 03(2012) Standard Test Method for Impact Flexibility of Organic Coatings.

Beyler Graig, Beitel J., Iwankiw N., Lattimer B., (2007) Fire Resistance for Performance-based Fire Design of Buildings. Final Report.

Bresler, Boris 1970. Diseño de estructuras de acero. México, Limusa-Wiley, S.A.

Bwalya Alex, Noureddine Benichou, (2004), A Literature review of design fires for fire safety Engineering.

Comisión Venezolana de Normas Industriales COVENIN Norma 684 (1992) Determinación de la viscosidad de pinturas y barnices con el viscosímetro Krebs-Stormer.

Comisión Venezolana de Normas Industriales COVENIN 697-(2000) (2da. Revisión) Pinturas, Barnices, Lacas y productos relacionados. Método para producir películas de espesor uniforme.

Comisión Venezolana de Normas Industriales COVENIN Norma 823 (1997). “Sistemas de Protección contra incendio en edificaciones por construir”.

Comisión Venezolana de Normas Industriales COVENIN Norma 3258 (1997) Determinación del grado de cubrimiento de pinturas.

Chen Xilei and Jiao Chuanmei (2010). Study on Flame Retardance of Co-microencapsulated Ammonium Polyphosphate and Pentaerythritol in Polypropylene. Journal of Fire Sciences Vol. 28, 509-521; (2010) DOI: 10.1177/0734904110363795.

- Chuang Ying-Ji, Tang Chieh-Hsin, Chen Po-Hung. (2012). Indicative fire tests to investigate heat insulation scenario of wired glasses sprayed with intumescent coatings. *Journal of Coating Technology Res.*, Vol. 9 Nro. 2, 143–150, 2012.
- DiNenno, P.J. (1988). *Handbook of Fire Protection Engineering*. Boston: SFPE.
- Drysdale, D.D.(2000), *Introduction to Fire Dynamics*. Chichester: Wiley
- Gaceta Oficial 39.715 del 18 Julio 2011 Decreto 8331 Ley de Costos y Precios Justos
- Giudice, C.A., Benitez, J.C. Pigment dispersion degree and its evolution in storage, *Pigment and Resin Technology*, Inglaterra, 27 (5), 298-303, 2009.
- Grant Casey (1999), *Teoría de Incendios*, Enciclopedia de Seguridad y Salud en el Trabajo, 3ra. Edición, España, INHT.
- Hurtado Jackeline,(2000) *Metodología de la Investigación Holística*. Venezuela: SYPAL-IUTC.
- International Standard Organization, ISO 834,(2010) *Fire-resistance tests Elements of building construction*.
- Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo Norma NTP200, (2010) *Estructuras metálicas, comportamiento frente al fuego (I)*.
- Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo Norma NTP201, (2010) *Estructuras metálicas, comportamiento frente al fuego (II)*.

- Kletz Trevor. (1999). HAZOP AND HAZAN, Identifying and assessing process industry hazard. 4ta.Edición, España, McGraw Hill.
- Kletz Trevor. (2002).¿QUE FALLO? Desastres en plantas con procesos Químicos ¿Cómo evitarlos? 4ta.Edición, España, McGraw Hill.
- Lacosta B. Jose M. (1991), Introducción a la Tecnología de los Materiales Intumescentes. 3ra. Edición.
- Munger Charles G. (2005), Corrosion Prevention by Protective Coatings. 2da. Edición, USA, NACE.
- Park Hong-Soo, You Hyuk- Jae, et al, (2006), Preparation of Modified Polyesters Containing Triphosphorous and Their Applications To PU Flame-Retardant Coatings, Journal of Coatings Technology, Vol. 3, Nro.1, 53-60, 2006FADSF.
- Patton Temple R. (1980), Paint Flow and Pigment Dispersion, 2da. Edición, USA, Bethesda.
- SSPC. Steel Structures Painting Council (1995), Vol. 2, Systems and Specifications, Steel Structures Painting Manual. 4ta. Edición.
- Sotomayor Velasco Gabriel (2001) Estadística con Excel. Editorial Trillas Sa De Cv.
- Ullah Sami, Aanmad Fhaiz, Yusoff Megat, (2011). A Study of bonding mechanism of expandable Graphite Based Intumescent Coating on Steel Substrate. Journal of Applied Sciences Vol. 11, Nro. 9; 630-1635, ISSN. 1812-5654,(2011).

Ullah Sami, Aanmad Fhaiz, Yusoff Megat, (2011). Effect of Boric Acid with Kaolin Clay on Thermal degradation of Intumescent Fire retardant Coating. Journal of Applied Sciences. Vol. 11, Nro. 9, 1645-1655, ISSN. 1812-5654, (2011).

UNISALLE Curso de costos (2005), 4ta.Edición, España, McGraw Hill.

Sower manufacturing catalog 2004, Cowles High Speed Dispenser. (2004)

Welty, JR, RE Wilson, CE Wicks, (1976). Fundamentals of Momentum, Heat and Mass Transfer. Nueva York: John Wiley & Sons.

# **ANEXOS**



## Anexo E-7

### ENSAYOS DE TUNEL INCLINADO

#### Pérdida de peso ( Sistemas)

#### (ASTM D 3806)

Tiempo maximo de Exposicion = 240 segundos ( 4 minutos)

Dimensiones de los paneles:

Longitud: 65 Cm.

Ancho: 10 cm

Calibre: 4 mm

Perdida de peso (Gramos)

Paneles	SISTEMA A FENOLICO	SISTEMA B POLIURETANO	SISTEMA C EPOXY
Espesor (Mils)	12,20 +/-0,39	12,45 +/-0,50	12,60 +/-0,28
Corrida1	3,40	2,70	2,46
Corrida2	3,45	2,73	2,41
Corrida3	3,24	2,66	2,52
Corrida4	3,60	2,90	2,80
Corrida5	3,45	2,80	2,50
Corrida6	3,40	2,60	2,60
Corrida7	3,95	2,60	2,70
Corrida8	3,30	2,35	2,35
Corrida9	3,70	2,50	2,60
Corrida10	3,65	2,60	2,50
Corrida11	3,55	3,00	2,30
Corrida12	3,60	2,70	2,70
Corrida13	3,40	2,70	2,82
Corrida14	3,20	2,73	2,41
Corrida15	3,40	2,75	1,92

Perdida de peso (%)

Paneles	FENOLICO	POLIURETANO	EPOXY
Corrida1	1,54	1,22	1,11
Corrida2	1,56	1,23	1,09
Corrida3	1,47	1,20	1,14
Corrida4	1,63	1,31	1,26
Corrida5	1,56	1,27	1,13
Corrida6	1,54	1,17	1,17
Corrida7	1,79	1,17	1,22
Corrida8	1,49	1,20	1,06
Corrida9	1,67	1,13	1,17
Corrida10	1,65	1,18	1,13
Corrida11	1,61	1,36	1,04
Corrida12	1,63	1,22	1,22
Corrida13	1,54	1,22	1,27
Corrida14	1,45	1,23	1,09
Corrida15	1,54	1,25	0,87

Parametros estadisticos

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza	$\sigma$
FENOLICO	15	52,29	3,49	0,037654286	0,19
POLIURETANO	15	40,32	2,69	0,024017143	0,15
EPOXY	15	37,59	2,51	0,05064	0,23

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
Columna 1	15	52,29	3,486	0,037654286
Columna 2	15	40,32	2,688	0,024017143
Columna 3	15	37,59	2,506	0,05064

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	8,15164	2	4,07582	108,8710219	2,41461E-17	3,219942293
Dentro de los grupos	1,57236	42	0,037437143			
Total	9,724	44				

Parametros estadisticos

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza	$\sigma$
FENOLICO	15	23,68	1,58	0,007640221	0,09
POLIURETANO	15	18,38	1,23	0,003334725	0,06
EPOXY	15	16,97	1,15	0,010294036	0,10

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
Columna 1	15	23,68493475	1,57899565	0,007640221
Columna 2	15	18,37541003	1,225027335	0,003334725
Columna 3	15	16,97071667	1,131381111	0,010294036

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	1,672109791	2	0,836054895	117,9259406	5,86347E-18	3,219942293
Dentro de los grupos	0,297765745	42	0,007089661			
Total	1,969875536	44				

# Anexo F-1

## ÍNDICE DE OXÍGENO LÍMITE (LOI)

### Fenólico

#### (ASTM D 2863)

Espesor 8 mils 0,2 mm  
 Dimensiones de los paneles:  
 Longitud: 10 Cm.  
 Ancho: 5 cm  
 Calibre: 3 mm  
 Aumento de Concentracion de O2 (d) = 0,4

FENOLICO									
NL				CF					
Corrida	1	2	3	4		5	6	7	8
CONCENTRACION DE OXIGENO (%)	37,20	36,80	36,40	36,00		37,20	37,00	36,80	36,60
TIEMPO PARA QUEMARSE (MIN)	<3min	> 3min	> 3min	> 3min	Tiempo	<3min	> 3min	> 3min	> 3min
RESPUESTA ("X" u "O")	O	X	X	X		O	O	O	X
70	120	36,84							
COLUMNA = 4				FILA = 14					
VALOR DE K=				0,24					

OI= Cf+k.d	36,6
LOI	36,55

#### CALCULO DE PARAMETROS DE DESVIACION ESTÁNDAR

RESULTADO	Concentracion de Oxigeno			
	Ci	OI	Ci-OI	(Ci-OI) <sup>2</sup>
1	37,20	36,55	0,65	0,42
2	36,80	36,55	0,25	0,06
3	36,40	36,55	-0,15	0,02
4	36,00	36,55	-0,55	0,30
5	37,20	36,55	0,65	0,42
6	37,00	36,55	0,45	0,20
7	36,80	36,55	0,25	0,06
8	36,60	36,55	0,05	0,00

Total var 1,49  
 n-1 = 7 Desv. Std(σ) 0,46

$$2/3\sigma < d < 3/2\sigma$$

2/3σ	0,31	OK
3/2σ	0,69	OK

## Anexo G

### COSTOS DE MANUFACTURA

Centro de costos TD-1  
Capacidad = 1600 galones

#### Clasificación de costos fijos

Numero	Detalle	Costo Fijo(Bs)
1	Mano de obra indirecta	25000,00
2	Gasto indirecto de fabricación	35630,00
3	Gastos administrativos	14000,00
4	Impuestos	12500,00
5	Gastos de comercialización	30000,00
6	Amortización inversión directa	5000,00
7	Costo financiero	10000,00
8	Costo total	132130,00
9	Costo/Galon	82,58

Donde:

$CT = CF + Cv.Q$  (Costo total = Costo Fijo+ Costo Variable unitario por cantidad)

$I = P.Q$  (Ingreso = precio por Cantidad de material)

$U = I - CT$  (Utilidad= ingreso - costo total)

Para obtener punto de equilibrio  $U = 0$

$I = CT$  por lo tanto tendremos

$P.Q = CF + Cv.Q$  despejando Q, se obtiene la cantidad mínima en volumen con la cual se obtiene punto de equilibrio en

$Q = CF / (P - Cv)$

#### Clasificación de costos variables

Numero	Detalle	FENOLICO	POLIURETANO	EPOXY
1	Materia prima	111,85	143,68	123,00
2	materiales e insumos	45,00	45,00	45,00
3	Mano de obra directa	10,20	10,20	10,20
4	Total	167,05	198,88	178,20

#### Clasificación de costo total de producto y valor de punto de equilibrio

Valores de costos (Bs/gls)	FENOLICO	POLIURETANO	EPOXY
Costo fijo	82,60	82,60	82,60
Costo variable	167,05	198,88	178,20
Costo total	249,65	281,48	260,80
Costo inventario	49,90	56,30	52,16
Costo de ventas	299,55	337,80	312,95
Precio de ventas	393,91	444,21	411,53
Punto de equilibrio (Gls)	582,57	538,71	566,41

Margen variable = 0,5736

#### Tasa interna de retorno ( Estimado de 1600 galones/mes) ( Tiempo 18 meses)

Valores de costos	FENOLICO	POLIURETANO	EPOXY
Inversion inicial	-8627040,00	-9728640,00	-9012960,00
Ingreso 1er año	7563038,40	8528774,40	7901361,60
Ingreso 2do año	3781519,20	4264387,20	3950680,80
TIR	23%	23%	23%



# Standard Test Method for Measuring the Minimum Oxygen Concentration to Support Candle-Like Combustion of Plastics (Oxygen Index)<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 2863; 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 epsilon (ε) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

## 1. Scope \*

1.1 This test method covers a fire-test-response procedure. This test method describes a procedure for measuring the minimum concentration of oxygen that will just support flaming combustion in a flowing mixture of oxygen and nitrogen.

1.2 Methods are provided for testing materials that are structurally self-supporting in the form of vertical bars or sheet up to 10.5 mm thick. These methods are suitable for solid, laminated or cellular materials characterized by an apparent density greater than 15 kg/m<sup>3</sup>. The methods may also be applicable to some cellular materials having an apparent density of less than 15 kg/m<sup>3</sup>. A method is provided for testing flexible sheet or film materials while supported vertically.

NOTE 1—Although this test method has been found applicable for testing other materials, the precision of the test method has not been determined for these materials, or for specimen geometry's and test conditions outside those recommended herein.

1.3 This test method may be used to measure and describe the properties of materials, products, or assemblies in response to heat and flame under controlled laboratory conditions and shall not be used to describe or appraise the fire hazard or fire risk of materials, products, or assemblies under actual fire conditions. However, results of this test may be used as elements of a fire risk assessment which takes into account all of the factors which are pertinent to an assessment of the fire hazard of a particular end use.

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.* Specific hazards statement are given in Note 2.

NOTE 2—**Warning:** During the course of combustion, gases or vapors, or both, are evolved which may be hazardous to personnel.

NOTE 3—This test method and ISO 4589-2 are technically equivalent

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D20 on Plastics and is the direct responsibility of Subcommittee D20.30 on Thermal Properties (Section D20.30).

Current edition approved July 10, 2000. Published October 2000. Originally published as D 2863 – 70. Last previous edition D 2863 – 97.

when using the Type A gas measurement and control device accuracy as described in 6.4.

## 2. Referenced Documents

### 2.1 ASTM Standards:

D 618 Practice for Conditioning, Plastics and Electrical Insulating Materials for Testing<sup>2</sup>

D 1071 Test Methods for Volumetric Measurement of Gaseous Fuel Samples<sup>3</sup>

D 1622 Test Method for Apparent Density of Rigid Cellular Plastics<sup>2</sup>

D 2444 Test Method for Impact Resistance of Thermoplastic Pipe and Fittings by Means of a Tup (Falling Weight)<sup>4</sup>

D 4802 Specification for Poly(Methyl Methacrylate) Acrylic Plastic Sheet<sup>5</sup>

E 176 Terminology of Fire Standards<sup>6</sup>

E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method<sup>7</sup>

### 2.2 ISO Standards:

4589-2 Plastics—Determination of Flammability by Oxygen Index—Part 2, Ambient Temperatures<sup>8</sup>

7823-1 Poly(Methylmethacrylate) Sheets—Types, Dimensions and Characteristics—Part 1—Cast Sheets<sup>8</sup>

## 3. Terminology

### 3.1 Definitions:

3.1.1 *ignition*—for the purpose of this standard shall imply the initiation of flaming combustion.

3.1.2 *oxygen index (OI)*—the minimum concentration of oxygen determined by the method in 9.1, expressed as volume percent, in a mixture of oxygen and nitrogen that will just support flaming combustion of a material initially at 23 ± 2°C under the conditions of this test method.

3.1.3 Definitions of terms relating to fire are in accordance with Terminology E 176.

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.01.

<sup>3</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.05.

<sup>4</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.04.

<sup>5</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.03.

<sup>6</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 04.07.

<sup>7</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

<sup>8</sup> Available from American National Standards Institute, 11 W. 42nd St., 13th Floor, New York, NY 10036.

\*A Summary of Changes section appears at the end of this standard.

### 3.2 Symbols Specific To This Test Method:

3.2.1  $C_o$ —oxygen concentration in percent volume.

3.2.2  $C_F$ —final value of oxygen concentration in percent volume.

3.2.3  $C_i$ —each of the oxygen concentration percentages used during measurement of the last six responses in the  $N_T$  series.

3.2.4  $O$ —neither the period or extent of burning exceeds the relevant limit specified in Table 1.

3.2.5  $X$ —the period or extent of burning exceeds the relevant limit specified in Table 1.

3.2.6  $N_L$ —series of “X” or “O” results.

3.2.7  $N_T$ —series of “X” or “O” results plus five ( $N_T = N_L + 5$ ).

3.2.8  $\sigma^*$ —standard deviation of the oxygen concentration.

3.2.9  $d$ —internal between oxygen concentration levels in percent volume.

3.2.10  $k$ —a factor to be determined from Table 2.

3.2.11  $n$ —number of measurements of oxygen concentration.

## 4. Summary of Test Method

4.1 A small test specimen is supported vertically in a mixture of oxygen and nitrogen flowing upwards through a transparent chimney. The upper end of the specimen is ignited and the subsequent burning behavior of the specimen is observed to compare the period for which burning continues, or the length of specimen burnt, with specified limits for each burning. By testing a series of specimens in different oxygen concentrations, the minimum oxygen concentration is determined.

## 5. Significance and Use

5.1 This test method provides for the measuring of the minimum concentration of oxygen in a flowing mixture of oxygen and nitrogen that will just support flaming combustion of plastics. Correlation with burning characteristics under actual use conditions is not implied.

5.2 In this procedure, the specimens are subjected to one or more specific sets of laboratory test conditions. If different test conditions are substituted or the end-use conditions are changed, it may not be possible by or from this test to predict

changes in the fire-test-response characteristics measured. Therefore, the results are valid only for the fire-test-exposure conditions described in this procedure.

## 6. Apparatus

6.1 *Test Chimney*, consisting of a heat-resistant glass tube of 75 to 100 mm inside diameter and 450 to 500 mm height. The bottom of the chimney or the base to which the tube is attached shall contain noncombustible material to mix and distribute evenly the gas mixture entering at this base. Glass beads 3 to 5 mm in diameter in a bed 80 to 100 mm deep have been found suitable. The chimney shall be mounted securely on the base to prevent air leaks. See Fig. 1.

NOTE 4—For tubes of 75 to 100 mm diameter, a cap converging to an outlet of 40 mm diameter at a level at least 10 mm above the top of the cylindrical chimney has been found satisfactory for restricting the column opening.

NOTE 5—It is helpful to place a wire screen above the noncombustible material to catch falling fragments and aid in keeping the base of the column clean.

6.2 *Specimen Holder*—Any small holding device that will support the specimen at its base and hold it vertically in the center of the chimney is acceptable. For physically self-supporting specimens, a typical arrangement (see Fig. 1) consists of a laboratory thermometer clamp inserted into the end of a glass tube held in place by glass beads or otherwise firmly supported. For supported film or sheet test specimens, the specimen shall be supported by both vertical edges in a frame equivalent to that illustrated by Fig. 2, with reference marks at 20 and 100 mm below the top of the frame. The profile of the holder and its support shall be smooth to minimize induction of turbulence in the rising flow of gas.

6.3 *Gas Supplies*, comprising pressurized sources of oxygen or nitrogen, or both, not less than 98 % pure or clean dry air, or both, (containing 20.9 % oxygen), as appropriate.

6.3.1 The gas mixture entering the chimney shall have a moisture content of < 0.1 %, unless the results have been shown to be insensitive to higher moisture levels in the gas mixture. The gas supply system shall incorporate a drying device, or provision for monitoring or sampling the gas supply for moisture content, unless the moisture content of the gas supplies is known to be acceptable.

NOTE 6—It should not be assumed that bottled oxygen or nitrogen will always contain < 0.1 % of water; moisture contents of 0.003 to 0.01 % are typical for commercial supplies as filled bottles > 98 % pure, but as such bottled gases are depressured to below about 1 MPa, the moisture content of the gas drawn off may rise above 0.1 %.

6.4 *Gas Measurement and Control Devices*, suitable for establishing the following accuracies when the gas velocity through the chimney is  $40 \pm 2$  mm/s at  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ;

6.4.1 *Type A*—Maintaining the volumetric concentration of oxygen in the gas mixture entering the chimney with an accuracy of  $\pm 0.5$  % of the mixture and for adjusting the concentration with a precision of  $\pm 0.1$  % of the mixture;

6.4.2 *Type B*—Maintaining the volumetric concentration of oxygen in the gas mixture entering the chimney with an accuracy of  $\pm 1.0$  % of the mixture and for adjusting the concentration with a precision of  $\pm 0.5$  % of the mixture.

**TABLE 1 Criteria for Oxygen Index Measurements<sup>A</sup>**

Test Specimen Type (See Table 3)	Ignition Procedure	Alternative Criteria	
		Period of Burning After Ignition(s)	Extent of Burning <sup>B</sup>
I, II, III, IV and VI	A (top surface ignition)	180	50 mm below the top of the specimen
	B (propagating ignition)	180	50 mm below the upper reference mark
V	propagating ignition	180	80 mm below the upper reference mark (on the frame)

<sup>A</sup> These criteria do not necessarily produce equivalent oxygen index results for specimens of differing shape or tested using different ignition conditions or procedures.

<sup>B</sup> The extent of burning is exceeded when any part of the visibly burning portion of a specimen, including burning drips descending the vertical faces, passes the level indicated in the column.

**TABLE 2 Determination of *k***

1	2	3	4	5	6
Responses for the Last Five Measurements	Values of <i>k</i> for which the first $N_L$ determinations are:				Responses for the Last Five Measurements <sup>A</sup>
	(a) O	OO	OOO	OOOO	
XOOOO	-0.55	-0.55	-0.55	-0.55	OXXXX
XOXXX	-1.25	-1.25	-1.25	-1.25	OXXXO
XOOXO	0.37	0.38	0.38	0.38	OXXOX
XOXXX	-0.17	-0.14	-0.14	-0.14	OXXOO
XOXOO	0.02	0.04	0.04	0.04	OXOXX
XOXOX	-0.50	-0.46	-0.45	-0.45	OXOXO
XOXXO	1.17	1.24	1.25	1.25	OXOXX
XOXXX	0.61	0.73	0.76	0.76	OXOOO
XXOOO	-0.30	-0.27	-0.26	-0.26	OXXXX
XXOOX	-0.83	-0.76	-0.75	-0.75	OOXXO
XXOXO	0.83	0.94	0.95	0.95	OOXOX
XXOXX	0.30	0.46	0.50	0.50	OOXOO
XXXOO	0.50	0.65	0.68	0.68	OOOXX
XXXOX	-0.04	0.19	0.24	0.25	OOOXO
XXXXO	1.60	1.92	2.00	2.01	OOOXX
XXXXX	0.89	1.33	1.47	1.50	OOOOO

<sup>A</sup> Values of *k* for which the first  $N_L$  determinations are (b) X, XX, XXX, and XXXX are as given in Table 2 opposite the appropriate response in Column 6, but with the sign of *k* reversed, that is:  $OI = C_F - kd$  (see 9.1).

NOTE 7—Systems of measurement and control that have proved satisfactory include the following:

- (a) For Type A—Needle valves on individual and mixed gas supply lines, a paramagnetic oxygen analyzer that continuously samples the mixed gas, and a flowmeter to indicate when the gas flow through the chimney is within the required limits;
- (b) For Type A or B—Calibrated orifices, gas pressure regulators and pressure gages on the individual gas supply lines; or
- (c) For Type B—Needle valves and calibrated flowmeters on the individual gas supply lines.

6.4.3 These systems require calibration after assembly to ensure that the compounded errors of the component parts do not exceed the requirements of 6.4.

6.4.3.1 Means shall be provided for checking or ensuring that the temperature of the gas mixture entering the chimney is  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ . If this involves an internal probe, its position and profile shall be designed to minimize induction of turbulence within the chimney.

6.5 *Flame Igniter*, comprising a tube, with an inside diameter of  $2 \pm 1$  mm, that can be inserted into the chimney to apply the test flame.

6.5.1 The flame fuel shall be methane or natural gas of at least 97 % purity, without premixed air. The fuel supply shall be adjusted so that the flame projects  $16 \pm 4$  mm vertically downwards from the outlet when the tube is vertical within the chimney and the flame is burning within the chimney atmosphere.

6.6 *Timing Device*, capable of measuring periods up to 5 min with an accuracy of  $\pm 0.5$  s.

6.7 *Fume Extraction System*, having sufficient ventilation or exhaust to remove fumes or soot expelled from the chimney without disrupting the gas-flow rate or temperatures in the chimney.

NOTE 8—If soot-generating materials are being tested, the glass chimney may require cleaning to maintain good visibility, and the gas inlets, or inlet screen may also require cleaning to function properly.

6.8 *Thin Film Rolling Tool*—A  $2 \pm 0.1$  mm stainless steel wire with a  $0.3 \pm 0.05$  mm slit at one end, equivalent to that illustrated in Fig. 3.

## 7. Test Specimens

7.1 Cut or mold at least 15 specimens. Use Table 3 to determine specimen dimensions.

NOTE 9—It is likely that, for materials where the oxygen index is known to within  $\pm 2\%$  by volume 15 test specimens will be sufficient. However, for materials of unknown oxygen index, or which exhibit erratic burning characteristics, between 15 and 30 test specimens are likely to be required.

NOTE 10—If non-standard size specimens are used, a difference in oxygen index may result.

7.1.1 Ensure that the surfaces of the specimens are clean and free from flaws that could affect burning behavior, for example, peripheral molding flash or burrs from machining.

7.1.2 The edges of the specimens shall be smooth and free from fuzz or burrs of material left from machining or molding.

7.1.3 Record position and orientation of test specimens with respect to any asymmetry in the sample material (see Note 12).

NOTE 11—Oxygen index results are likely to be significantly affected by differences in burning behavior, due to material inhomogeneity (for example, different levels of shrinkage when heated for specimens cut in different directions from asymmetrically-oriented thermoplastics film).

7.2 For preparation of Type VI specimens, use the rolling tool described in 6.8.

7.2.1 The rolled film is obtained by first inserting one corner of the film into the slit of the thin film rolling tool (see 6.8) and then winding the film around the wire in a spiral of  $45^\circ$ , as shown in Fig. 3. Ensure that the  $45^\circ$  angle is maintained during the winding process so that the film reaches exactly to the end of the tool, to produce a test piece of the correct length. After the winding is finished, tape the last end of the roll while the material is still on the stainless steel wire to prevent loosening. Then pull the wire out of the rolled film.

7.2.2 Cut off the rolled film at a distance of 20 mm from the top end. See Fig. 4.

7.3 For monitoring the distance over which burning occurs, mark the specimen with transverse lines at one or more levels which are dependent upon the specimen form and the ignition

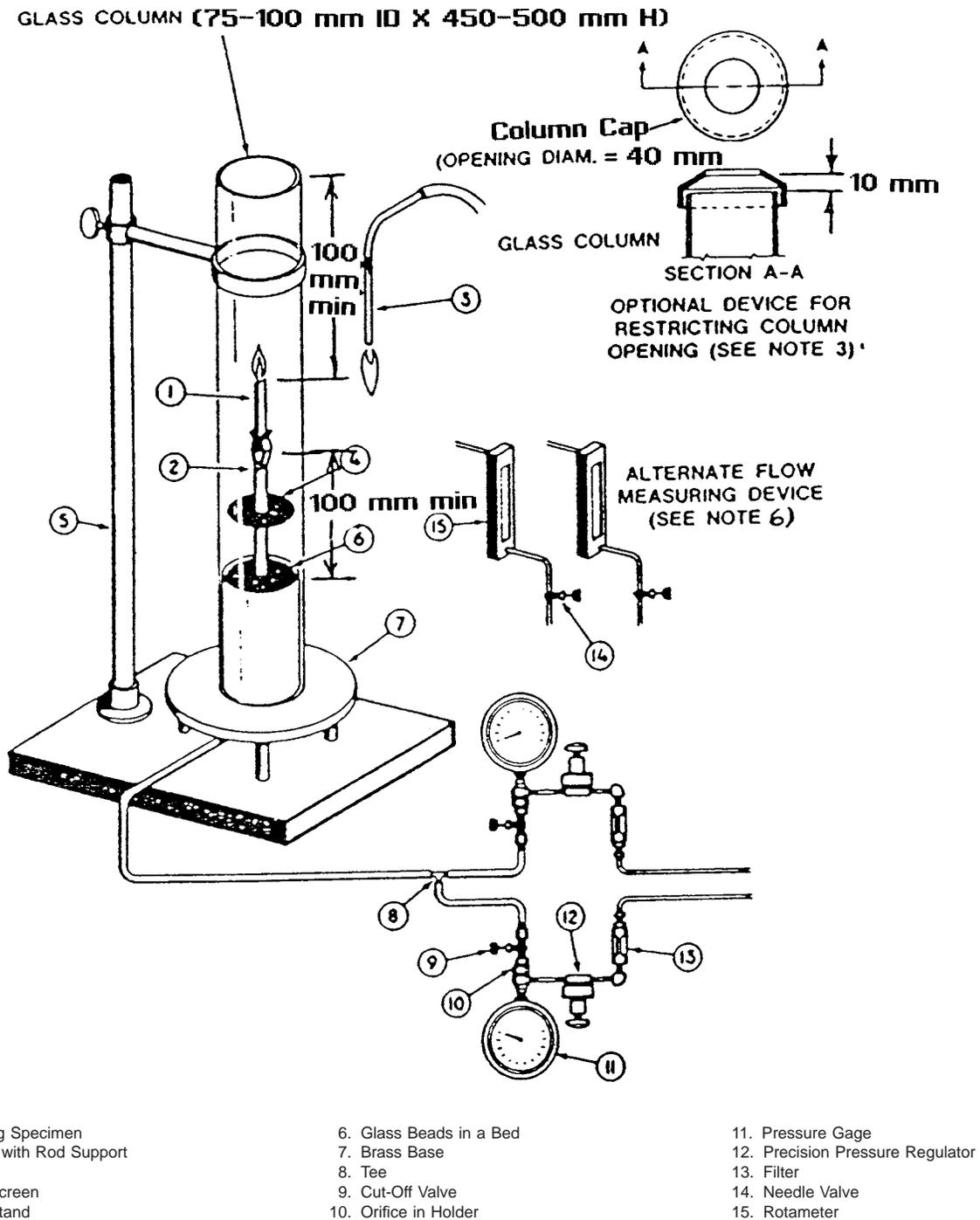


FIG. 1 Typical Equipment Layout

procedure to be used. Structurally self-supporting specimens are preferably marked on at least two adjacent faces. If wet inks are used, the marks shall be dry before the specimen is ignited.

7.3.1 Test specimens of Type I, II, III, IV or VI are to be tested in accordance with Procedure A (see 8.8), and shall be marked 50 mm from the end to be ignited.

7.3.2 The reference marks for testing specimens of Type V are carried by the supporting frame (see Fig. 2), but it is

acceptable to mark thermally stable materials at 20 mm and at 100 mm from the end to be ignited, for convenience.

7.3.3 If specimens of Type I, II, III, IV and VI are to be tested in accordance with Procedure B (see 8.8 and 8.10), they shall be marked at 10 mm and at 60 mm from the end to be ignited.

7.4 Unless otherwise specified, each test specimen shall be conditioned for at least 88 h at  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  and  $50 \pm 5\%$  relative humidity (RH) immediately prior to use.

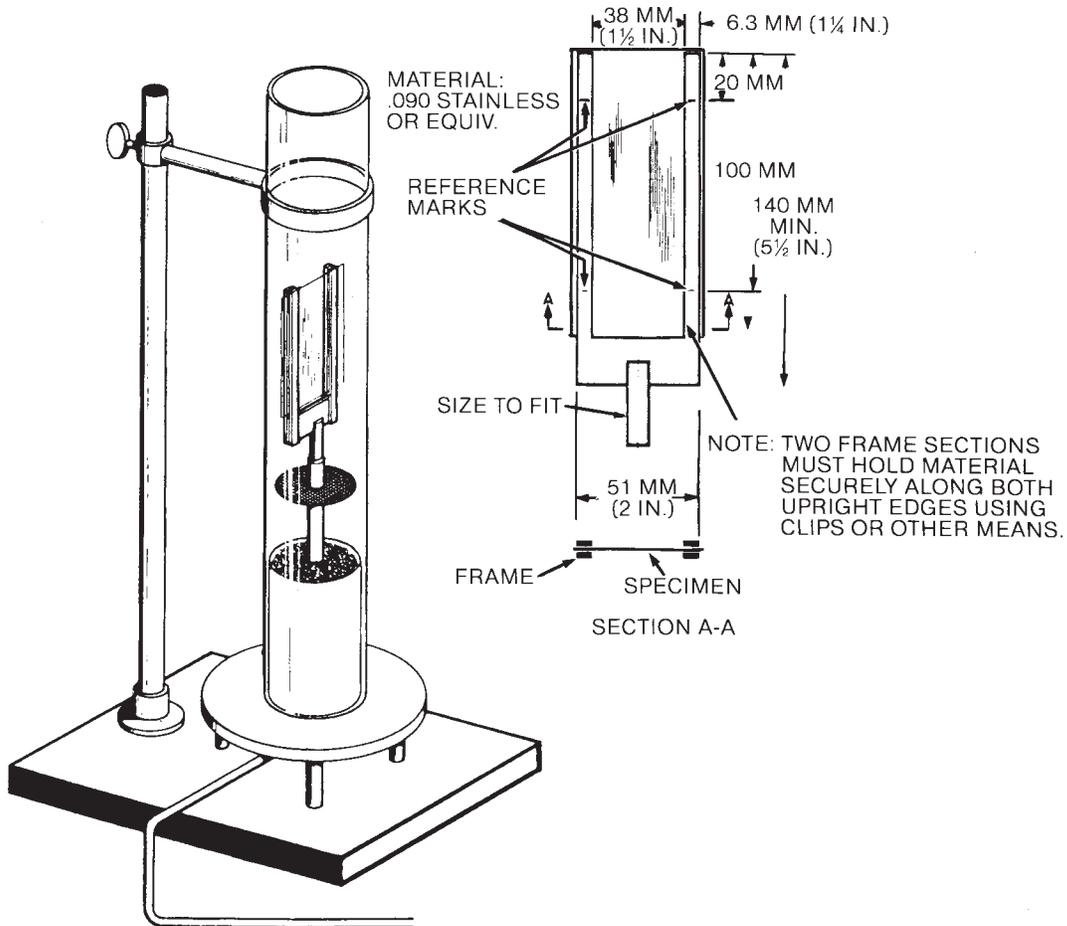


FIG. 2 Frame Design

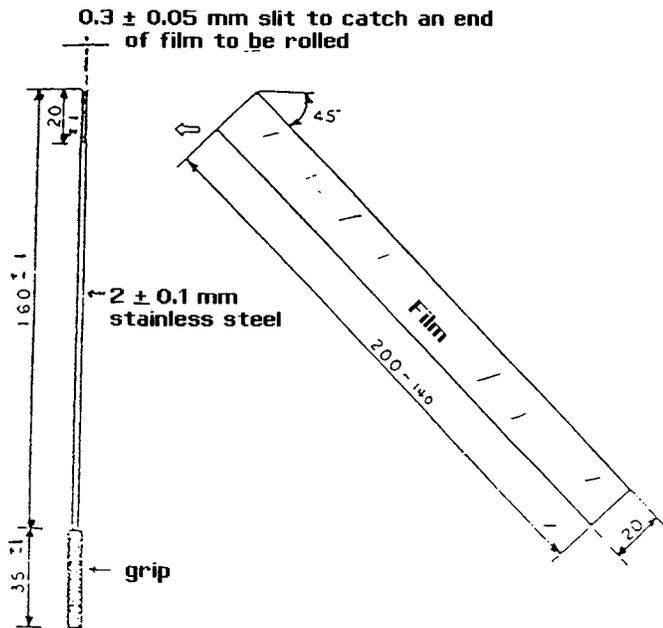


FIG. 3 Wire With a Slit

TABLE 3 Test Specimen Dimensions

Test Specimen Type <sup>A</sup>	Dimensions			Material Form
	Length, mm	Width, mm	Thickness, mm	
I	80 to 150	10 ± 0.5	4 ± 0.25	for molding materials
II	80 to 150	10 ± 0.5	10 ± 0.5	for cellular materials
III <sup>B</sup>	80 to 150	10 ± 0.5	≤ 10.5	for sheet materials
IV <sup>C</sup>	70 to 150	6.5 ± 0.5	3 ± 0.25	alternative size for self-supporting molding or sheet materials
V <sup>B</sup>	140 ± 5	52 ± 0.5	≤ 10.5	for flexible film or sheet
VI <sup>B,D</sup>	140 to 200	20	0.02 to 0.10	for thin film; limited to film that can be rolled by the wire specified in 6.8

<sup>A</sup> Test specimens of Types I, II, III, and IV are suitable for materials that are self-supporting at these dimensions. Test specimens of Form V and VI are suitable for materials that require support during testing.

<sup>B</sup> Results obtained using Type III, V, and VI test specimens may only be comparable for specimens of the same form and thickness. It is assumed that the amount of variation in thickness for such materials will be controlled by other standards.

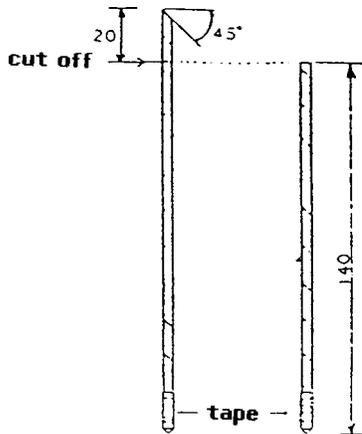
<sup>C</sup> The Type IV (ASTM) specimen will eventually be discontinued in favor of the Type 1 (ISO) specimen.

<sup>D</sup> The test specimen of Type VI is suitable for thin film that is self-supporting when it is rolled. Dimensions in the table are of the specimen size from which the rolled form is made. If the film is very thin, it is possible that proper results will only be obtained if two or more layers are combined in the preparation of the roll to obtain proper results.

7.5 For cellular materials, the density shall be determined in accordance with Test Method D 1622.

NOTE 12—It is possible that the oxygen index samples of cellular

materials that contain volatile flammable blowing agents that diffuse from the sample will change with time.



**FIG. 4 Rolled Film**

## 8. Procedure A

8.1 Calibrate the flow-measuring system using a water-sealed rotating drum meter (wet test meter) in accordance with Test Method D 1071 or by equivalent calibration devices. The maximum interval between recalibration shall be six months. A cast PMMA specimen shall be used as a verification material at least once a month. See Annex A1 for calibration method.

8.2 Maintain the ambient temperature for the test apparatus at  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ . If necessary, keep the test specimens in an enclosure at  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  and  $50 \pm 5\%$  RH and take the test specimens out of the enclosure just before testing.

8.3 Recalibrate equipment components, more frequently if necessary (see 8.1 and Annex A1).

8.4 Select an initial concentration of oxygen to be used. Whenever possible, base the initial concentration on experience of results for similar materials. Alternatively, try to ignite a test specimen in air, and note the burning behavior. If the specimen burns rapidly, select an initial concentration of about 18 % oxygen; if the test specimen burns gently or unsteadily, select an initial oxygen concentration of about 21 %; if the specimen does not continue to burn in air, select an initial concentration of at least 25 %, depending upon the difficulty of ignition or the period of burning before extinguishing in air.

8.5 Ensure that the test chimney is vertical (see Fig. 1). Mount a specimen vertically in the center of the chimney so that the top of the specimen is at least 100 mm below the open top of the chimney and the lowest exposed part of the specimen is at least 100 mm above the top of the gas distribution device at the base of the chimney (see Fig. 1 or Fig. 2 as appropriate).

8.6 Set the gas mixing and flow controls so that an oxygen/nitrogen mixture at  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ , containing the desired concentration of oxygen, is flowing through the chimney at a rate  $40 \pm 2$  mm/s. Let the gas flow purge the chimney for at least 30 s prior to ignition of each specimen, and maintain the flow without change during ignition and combustion of each specimen.

8.7 Verify the temperature at the lower end of the chimney to be  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  and record the oxygen concentration used as the volume percent calculated according to the equations given in Annex A2.

8.8 Select one of two alternative ignition procedures which are dependent upon the specimen form as follows:

8.8.1 For specimen Types I, II, III, IV and VI use Method A, top surface ignition, as described in 8.9.

8.8.2 For specimen Type V, use Method B, propagating ignition, as described in 8.10.

NOTE 13—For tests on materials that exhibit steady burning and spread of combustion in oxygen concentrations at, or close to, their oxygen index value, or for structurally self-supporting specimens of  $\leq 3$  mm thickness, Procedure B (with specimens marked in accordance with 7.3.2) may be found to give more consistent results than Test Method A. Test Method B may then be used for specimens of Type I, II, III, IV or VI.

NOTE 14—Some materials exhibit a non-flaming type of combustion (for example, glowing combustion) instead of, or at a lower oxygen concentration than that required for, flaming combustion. When testing such materials, it is necessary to identify the type of combustion for which the oxygen index is required or measured.

### 8.9 Test Method A—Top Surface Ignition:

8.9.1 For top surface ignition, the igniter is used to initiate burning only on the top surface of the upper end of the specimen.

8.9.2 Apply the lowest visible part of the flame to the top of the specimen using a sweeping motion, if necessary, to cover the whole surface, but taking care not to maintain the flame against the vertical faces or edges of the specimen. Apply the flame for up to 30 s, removing it every 5 s, just briefly, to observe whether or not the entire top surface of the specimen is burning.

8.9.3 Consider the specimen to be ignited, and commence measurement of the period and distance of burning, as soon as removal of the igniter, after a contact period increment of 5 s, reveals, burning supported by the whole of the top end of the specimen.

### 8.10 Test Method B—Propagating Ignition:

8.10.1 For propagating ignition, the igniter is used to produce burning across the top and partially down the vertical faces of the specimen.

8.10.2 Lower and move the igniter sufficiently to apply the visible flame to the end face of the specimen and also, to a depth of approximately 6 mm, to its vertical faces. Continue to apply the igniter for up to 30 s, with interruptions for inspection of the specimen every 5 s, until its vertical faces are burning steadily or until the visibly burning portion first reaches the level of the upper reference mark on the support frame or, if used for specimens of Type I, II, III, IV or VI on the specimen.

8.10.3 Consider the specimen to be ignited, for the purpose of measuring the period and extent of burning, as soon as any part of the visibly burning portion reaches the level of the upper reference mark.

NOTE 15—The burning portion includes any burning drips that run down the surface of the specimen.

### 8.11 Assessing the Burning Behavior of Individual Test Specimens:

8.11.1 Commence measurement of the period of burning as soon as the specimen has been ignited in accordance with 8.9 or 8.10 as applicable, and observe its burning behavior. If burning ceases but spontaneous re-ignition occurs within 1 s, continue the observation and measurements.

8.11.2 If neither the period or extent of burning exceeds the relevant limit specified in Table 1 for the applicable specimen, note the duration and extent of burning. This is recorded as an “O” response. (See Appendix X1.)

8.11.3 Alternatively, if either the period or extent of burning exceeds the relevant limit specified in Table 1 note the burning behavior accordingly, and extinguish the flame. This is recorded as “X” response. (See Appendix X1.)

8.11.4 Note also the burning characteristics of the material, for example, dripping, charring, erratic burning, glowing combustion or after-glow.

8.11.5 Remove the specimen and clean, as necessary, any surfaces within the chimney or on the igniter that have become contaminated with soot, etc. Allow the chimney to regain a temperature of  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ , or replace it with another so conditioned. Install the next specimen.

NOTE 16—For screening purposes, it is acceptable to invert sufficiently long specimens or trim them to remove the burnt end, and re-use them. Results from such specimens can save material when establishing an approximate value for the minimum oxygen concentration required for combustion, but cannot be included among those used for estimation of the oxygen index, unless the specimen is reconditioned at the temperature and humidity appropriate for the material involved.

#### 8.12 *Selecting Successive Oxygen Concentrations:*

8.12.1 The procedure described in 8.13 and 8.14 is based upon the “up-and-down method for small samples,” using the specific case where  $N_T - N_L = 5$  (see 8.14.2 and 8.14.4), with an arbitrary step size for certain changes to be made in the oxygen concentration used.

8.12.2 During the testing, select the oxygen concentration to be used for testing the next test specimen as follows:

8.12.2.1 Decrease the oxygen concentration if the burning behavior of the preceding specimen gave an “X” response, otherwise

8.12.2.2 Increase the oxygen concentration if the preceding specimen gave an “O” response.

8.12.3 Choose the size of the change in oxygen concentration in accordance with 8.13 and 8.14, as appropriate.

#### 8.13 *Determining the Preliminary Oxygen Concentration:*

8.13.1 Repeat the procedures specified in 8.5 to 8.6 inclusive, using oxygen concentration changes of any convenient step size, until the oxygen concentrations, in percent volume, have been found that differ by  $\leq 1.0\%$  and of which one gave an “O” response and the other an “X” response. From this pair of oxygen concentrations, note that which gave the “O” response as the preliminary oxygen concentration level and then proceed in accordance with 8.14.

NOTE 17—The two results, at oxygen concentrations  $\leq 1.0\%$  apart, which give opposite responses, do not have to be from successive specimens.

NOTE 18—At times, the concentration that gave the “O” response will not be lower than that which gave the “X” response. Such apparent inconsistencies, that are likely to be caused by the variability of the test, the equipment, or the material, are not uncommon.

NOTE 19—A format convenient for recording the information required by this and subsequent clauses is illustrated in Appendix X1.

#### 8.14 *Oxygen Concentration Changes:*

8.14.1 Using, again, the preliminary oxygen concentration 8.13, test one specimen by repeating 8.5 to 8.11 inclusive.

Record both the oxygen concentration ( $C_o$ ) used and the response, “X” or “O”, as the first of the  $N_L$  and of the  $N_T$  series of results.

8.14.2 Change the oxygen concentration, in accordance with 8.12 using concentration changes ( $d$ ) of  $0.2\%$  (see Note 20) of the total gas mixture to test further specimens in accordance with 8.4-8.12 inclusive, noting the values of  $C_o$  and corresponding responses, until a different response to that obtained in 8.14.1 is recorded.

8.14.3 The result from 8.14.1 plus those of like response from 8.14.2 constitute the  $N_L$  series of results. (See example in Appendix X1, Part 2).

NOTE 20—Where experience has shown that the requirements of 8.14.6 are usually satisfied by a value of  $d$  other than  $0.2\%$ , that value may be selected as the initial value of  $d$ .

8.14.4 Test four more specimens, in accordance with 8.4-8.12 inclusive, maintaining  $d = 0.2\%$ , and note the  $C_o$  used for, and response of, each specimen. Designate the oxygen concentration used for the last specimen as  $C_F$ .

8.14.5 These four results together with the last result from 8.14.2 (that is, that which differed in response from that of 8.14.1) constitute the remainder of the  $N_T$  series, so that:

$$N_T = N_L + 5$$

See example in Appendix X1, Part 2.

8.14.6 Calculate the estimated standard deviation,  $\sigma^*$ , of the oxygen concentration measurements from the last six responses in the  $N_T$  series (including  $C_F$ ), in accordance with 9.3. If the condition is satisfied, calculate the oxygen index in accordance with 9.1, otherwise:

$$\frac{2\sigma^*}{3} < d < 1.5\sigma^*$$

8.14.6.1 If  $d < 2\sigma^*/3$ , repeat 8.14.2-8.14.6 using increased values for  $d$ , until the condition is satisfied, or

8.14.6.2 If  $d > 1.5\sigma^*$ , repeat 8.14.2-8.14.6 using decreased values for  $d$ , until the condition is satisfied, except that  $d$  shall not be reduced below  $0.2\%$  unless so required by the relevant material specification.

## 9. Calculation

### 9.1 *Oxygen Index:*

9.1.1 Calculate the oxygen index ( $OI$ ), expressed as a percentage by volume, from the following relationship:

$$OI = C_F + kd$$

where:

$C_F$  = the final value of oxygen concentration, in percent volume to one decimal place, used in the series of  $N_T$  measurements performed in accordance with 8.14 and noted in accordance with 8.14.4,

$d$  = the interval, in percent volume to at least one decimal place, between oxygen concentration levels used and controlled in accordance with 8.14, and

$k$  = a factor to be obtained from Table 2 as described in 9.2.

9.1.2 For the purpose of calculation of  $\sigma^*$ , as required by 8.14.6 and 9.3, the  $OI$  shall be calculated to two decimal places.

9.1.3 For the purpose of reporting *OI* results, express *OI* values to the nearest  $\pm 0.1\%$ , with exact intermediate results being rounded downwards.

### 9.2 Determination of *k*:

9.2.1 The value and sign of *k* are dependent upon the pattern of the responses of specimens tested in accordance with 8.14. Determine them from Table 2 as follows:

9.2.1.1 If the response of the specimen tested according to 8.14.1 was “O”, so that the first contrary response (see 8.14.2) was an “X”, refer to Column 1 of Table 2 to select the row for which the last four response symbols correspond to those found when testing in accordance with 8.14.4. The value and sign of *k* will be that shown in Column 2, 3, 4 or 5 for which the number of “O”s shown in row (a) of the table corresponds to the number of “O” responses found for the  $N_L$  series, in accordance with 8.14.1 and 8.14.2, or

9.2.1.2 If the responses of the specimen tested according to 8.14.1 was “X”, so that the first contrary response was an “O”, refer to the sixth column of Table 2 to select the row for which the last four response symbols correspond to those found when testing in accordance with 8.14.4. The value of *k* will be that shown in Column 2, 3, 4, or 5 for which the number of “X”s shown in row (b) of the table corresponds to the number of “X” responses found for the  $N_L$  series, in accordance with 8.14.1 and 8.14.2 but the sign of *k* must be reversed, so that negative values shown in Table 2 for *k* become positive, and vice versa.

NOTE 21—An example of the determination of the calculation of an *OI* is given in Annex A2.

### 9.3 Standard Deviation of Oxygen Concentration Measurements:

9.3.1 For the purposes of 8.14.6 calculate the estimated standard deviation,  $\sigma^*$ , of oxygen concentration measurements from the relationship:

$$\sigma^* = \left[ \frac{\sum(C_i - OI)^2}{n - 1} \right]^{1/2}$$

where:

- $C_i$  = in turn, each of the percent oxygen concentrations used during measurement of the last six responses in the  $N_T$  series of measurements;
- OI* = the oxygen index value, calculated in accordance with 9.1; and
- n* = the number of measurements of oxygen concentration contributing to  $\sum(C_i - OI)^2$ .

NOTE 22—For this test method,  $n = 6$ , in accordance with 8.14.6. For  $n < 6$ , the test method loses precision. For  $n > 6$ , alternative statistical criteria would apply.

Table 2 values of *k* for calculating oxygen index concentration from determinations made by Dixon’s “Up-and-Down” method.

## 10. Procedure B—Comparison With a Specified Minimum Value for Oxygen Index (Short Procedure)

10.1 If the actual oxygen index of a material is needed or in case of a dispute, Procedure A shall be used.

10.2 Set up the apparatus and test specimen in accordance with 8.1-8.7 except that the specified minimum concentration of oxygen shall be selected for the purposes of 8.4.

10.3 Ignite the test piece in accordance with 8.8.

10.4 Using up to three specimens, assess the burning behavior of each specimen in accordance with 8.11.

10.4.1 If for at least two out of the three specimens thus tested the flame is extinguished before the relevant criteria from Table 1 are exceeded, that is, an “O” response is recorded, then record that the oxygen index of the material is not less than the specified value. Otherwise, record that the oxygen index of the material is less than the specified value or determine the oxygen index in accordance with Section 8, as appropriate.

## 11. Report

11.1 Report the following information:

11.1.1 A reference to this test method;

11.1.2 Date of testing;

11.1.3 A statement that test results relate only to the behavior of the test specimens under the conditions of this test method and that these results must not be used to infer the fire hazards of the material in other forms or under other fire conditions;

11.1.4 Identification of the material tested, including, where relevant, the type of material, density, previous history, the specimen orientation with respect to any anisotropy in the material or sample, and the date of manufacture with lot number;

11.1.5 The oxygen index (*OI*) as determined in 9.1;

11.1.6 The test specimen type or dimensions;

11.1.7 The gas measurement and control device accuracy (Type A or B);

11.1.8 The ignition procedure used (Test Method A or B);

11.1.9 When Procedure B is used, indicate the relevant specified minimum oxygen index (*OI*) of the material and report if the material tested had a lower or higher oxygen index (*OI*);

11.1.10 If applicable, the estimated standard deviation and the oxygen concentration increment used, if other than 0.5 %;

11.1.11 A description of any relevant characteristics or behavior, such as charring, dripping, severe shrinkage, erratic burning, after-glow; and

11.1.12 Any variations from the requirements of this test method.

## 12. Precision and Bias

12.1 Table 4 is based on a round robin<sup>9</sup> conducted in 1999 in accordance with Practice E 691, involving 8 materials tested by 12 laboratories. For each material, the samples were prepared by the supplier of the material and conditioned at the laboratories that tested them. Each laboratory obtained 2 test results for each material. All laboratories utilized gas measurement and control devices in accordance with 6.4.1 (Type A) for accuracy and precision.

12.2 Table 4 does not include three laboratories that participated in the round robin and utilized measurement and control devices in accordance with 6.4.2 (Type B) for accuracy and precision. The results from these laboratories could not be

<sup>9</sup> Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-1031.

**TABLE 4 Oxygen Index (OI), %**

Material	Specimen Type	Procedure	Average	S <sub>r</sub> <sup>A</sup>	S <sub>R</sub> <sup>B</sup>	r <sup>C</sup>	R <sup>D</sup>
PMMA-1	III	A	17.7	0.10	0.23	0.28	0.65
PMMA-2	III	A	17.8	0.13	0.25	0.37	0.70
PVC, plasticized	I	A	38.4	0.60	2.03	1.67	5.68
ABS, FR	I	A	26.8	0.58	1.09	1.61	3.07
PF, thermoset	I	A	49.7	0.36	1.74	1.01	4.87
PS, foam	II	A	20.9	0.44	0.97	1.22	2.71
PC, sheet	V	B	26.1	0.31	1.42	0.88	3.97
PET, film	VI	A	21.9	0.64	1.48	1.79	4.15

<sup>A</sup>S<sub>r</sub> is the within-laboratory standard deviation for the indicated material. It is obtained by pooling the within-laboratory standard deviations of the test results from all of the participating laboratories:

$$S_r = [[(S_1)^2 + (S_n)^2]/n]^{1/2}$$

<sup>B</sup>S<sub>R</sub> is the between-laboratories reproducibility, expressed as standard deviation:

$$S_r = [S_1^2 + S_L^2]^{1/2}$$

where S<sub>L</sub> is the standard deviation of laboratory means.

<sup>C</sup>r is the within-laboratory critical interval between two test results = 2.8 × S<sub>r</sub>.

<sup>D</sup>R is the between-laboratories critical interval between two test results = 2.8 × S<sub>R</sub>.

incorporated into this precision statement, due to the limited number of participants to comply with Practice E 691 guidelines. Therefore, the resulting precision is provided in Annex A3.

NOTE 23—Two statistically designed interlaboratory round robins for precision evaluation were conducted earlier, one with 18 laboratories and 5 materials (supporting data are available from ASTM Headquarters, request RR: D20-0102) and one with 29 laboratories and 12 materials.<sup>9</sup> The first study indicated a higher standard deviation for specimens with higher oxygen index, while the second study indicated a dependence of precision with the type of specimen used.

NOTE 24—**Caution:** The explanation of “r” and “R” (12.3-12.3.3) are only intended to present a meaningful way of considering the approximate precision of this test method. The test results and precision in Table 4

should not be applied to acceptance or rejection of materials, as these data apply only to the materials tested in the round robin and are unlikely to be rigorously representative of other lots, formulations, conditions, materials, or laboratories. Users of this test method should apply the principles outlined in Practice E 691 to generate data specific to their materials and laboratory (or between specific laboratories). The principles of 12.3-12.3.3 would then be valid for such data.

12.3 *Concept of “r” and “R” in Table 4*—If S<sub>r</sub> and S<sub>R</sub> have been calculated from a large enough body of data, and for test results that were averages from testing 2 specimens for each test result, then:

12.3.1 *Repeatability*—Two test results obtained within one laboratory shall be judged not equivalent if they differ by more than the “r” value for that material. The concept of “r” is the interval representing the critical difference between two test results for the same material, obtained by the same operator using the same equipment in the same laboratory.

12.3.2 *Reproducibility*—Two test results obtained by different laboratories shall be judged not equivalent if they differ by more than the “R” value for that material. The concept of “R” is the interval representing the critical difference between two test results for the same material, obtained by different operators using different equipment in different laboratories.

12.3.3 Any judgement in accordance with 12.3.1 or 12.3.2 would have an approximate 95 % (0.95) probability of being correct.

12.4 *Bias*—There are no recognized standards on which to base an estimate of bias for this test method.

## 13. Keywords

13.1 candle-like combustion; minimum oxygen concentration; oxygen; oxygen concentration; oxygen index

## ANNEXES

### (Mandatory Information)

#### A1. CALIBRATION OF EQUIPMENT

A1.1 *Leak Tests*—Leak tests shall be carried out thoroughly on all joints where leaks could change the oxygen concentration levels in the chimney from the concentration levels set or indicated.

##### A1.2 Gas-Flow Rates:

A1.2.1 The system for indicating the gas-flow rate through the chimney, to satisfy 6.4 and 8.6 shall be checked using a calibrated flow meter, or an equivalent device, with an accuracy equivalent to ±0.2 mm/s flow rate through the chimney.

A1.2.2 The flow rate shall be estimated by dividing the total gas-flow rate through the chimney by the cross sectional area of the bore of the chimney, for example, by using the following equation:

$$F = 1.27 \times 10^6 \frac{q_v}{D^2}$$

where:

F = flow rate through the chimney, mm/s,

q<sub>v</sub> = total gas-flow at 23 ± 2°C through the chimney, L/s,

D = diameter of the bore of the chimney, mm.

##### A1.3 Oxygen Concentration:

A1.3.1 The concentration of oxygen in the mixture of gases flowing into the chimney shall be checked to an accuracy of 0.1 % of mixture, either by sampling the chimney atmosphere for analysis or by using an independently calibrated analyzer in situ. If an oxygen analyzer is incorporated in the equipment, this shall be calibrated using the following gases, each of which shall conform with 6.3 for purity and moisture content:

A1.3.1.1 Any two gases selected from the following: nitrogen; oxygen; or clean air; and

A1.3.1.2 A mixture of any two of the preceding gases having an oxygen concentration within the range of concentrations to be used for most test specimens.

A1.4 *Verification of Complete Equipment*—For monthly verification, in accordance with 8.1, use Type III specimens of the PMMA. The PMMA shall be a non-modified transparent cast sheet based on a homopolymer of methylmethacrylate in

accordance with Specifications D 4802, Category A-1 (ISO7823-1 for Cast Sheets). The PMMA shall have an oxygen index (OI) between 17.0 and 18.5.

NOTE A1.1—Other PMMA sheets such as cast sheets based on copolymer of methylmethacrylate, extruded or melt calendared PMMA sheets may give a different burning behavior depending on the comonomer used, its contents or molecular weight which effects melt behavior when being burned.

## A2. CALCULATION OF OXYGEN CONCENTRATION

A2.1 Oxygen concentrations required for the purposes of Section 8 shall be calculated according to the equation:

$$C_o = \frac{100 V_o}{V_o + V_N} \quad (\text{A2.1})$$

where:

- $C_o$  = oxygen concentration, in percent by volume,
- $V_o$  = volume of oxygen per volume of mixture, at 23°C,  
and
- $V_N$  = volume of nitrogen per volume of mixture, at 23°C.

NOTE A2.1—If an oxygen analyzer is used, the oxygen concentration should be determined using the readout from the particular instrument used.

NOTE A2.2—If the result is calculated from flow or pressure data for individual gas streams contributing to the mixture, it is necessary to allow for the proportion of oxygen present in streams other than a pure oxygen supply. For example, for mixtures made using air mixed with oxygen of

98.5 % purity or with nitrogen containing 0.5 % of oxygen, the oxygen concentration, in percent by volume, should be calculated using the relationship:

$$C_o = \frac{98.5 V'_o + 20.9 V'_A + 0.5 V'_N}{V'_o + V'_A + V'_N} \quad (\text{A2.2})$$

where:

- $V'_o$  = volume of oxygen stream used, per volume of mixture,
- $V'_A$  = volume of air stream used, per volume of mixture,  
and
- $V'_N$  = volume of nitrogen stream used, per volume of mixture; assuming that the streams are at the same pressure at 23°C.

For mixtures based on two gas streams,  $V'_o$ ,  $V'_A$ , or  $V'_N$  becomes zero, as appropriate.

### A3. PRECISION AND BIAS USING TYPE B CONTROL DEVICE ACCURACY AND PRECISION

A3.1 Table A3.1 is based on a limited round robin<sup>9</sup> conducted in 1999, along with the round robin in Section 14. This limited round robin does not comply with Practice E 691 because only 3 laboratories participated on a limited number of materials using the Type B control devices for accuracy and precision. For each material, the samples were prepared by the supplier of the material and conditioned at the laboratories that tested them. Each laboratory obtained either 1 or 2 test results for each material. All laboratories utilized gas measurement and control devices in accordance with 6.4.2 (Type B) for accuracy and precision.

A3.2 **Caution**—The explanations of “r” and “R” (A3.3-

**TABLE A3.1 Oxygen Index (OI), %<sup>A</sup>**

Material	Specimen Type	Procedure	Average	S <sub>r</sub> <sup>B</sup>	S <sub>R</sub> <sup>C</sup>	r <sup>D</sup>	R <sup>E</sup>
PMMA-1	III	A	17.1	0.20	0.43	0.57	1.21
PMMA-2	III	A	17.4	0.00	0.61	0.00	1.72
PVC, plasticized	I	A	48.0	0.27	7.84	0.77	22.0
ABS, FR	I	A	26.5	0.27	11.1	0.95	31.1
PF, thermoset	I	A	52.2	0.15	0.82	0.42	2.30
PS, foam	II	A	23.3	0.00	3.04	0.00	8.50

<sup>A</sup>Based on data from only two laboratories.

<sup>B</sup>S<sub>r</sub> is the within-laboratory standard deviation for the indicated material. It is obtained by pooling the within-laboratory standard deviations of the test results from all of the participating laboratories:

$$S_r = [[(S_i)^2 - + (S_n)^2]/n]^{1/2}$$

<sup>C</sup>S<sub>R</sub> is the between-laboratories reproducibility, expressed as standard deviation:

$$S_r = [S_i^2 + S_L^2]^{1/2}$$

where S<sub>L</sub> is the standard deviation of laboratory means.

<sup>D</sup>r is the within-laboratory critical interval between two test results = 2.8 × S<sub>r</sub>.

<sup>E</sup>R is the between-laboratories critical interval between two test results = 2.8 × S<sub>R</sub>.

A3.3.3) are only intended to present a meaningful way of considering the approximate precision of this test method. The test results and precision in Table A3.1 should not be applied to acceptance or rejection of materials, as these data apply only to the materials tested in the round robin and are unlikely to be rigorously representative of other lots, formulations, conditions, materials, or laboratories. Users of this test method should apply the principles in Practice E 691 to generate data specific to their materials and laboratory (or between specific laboratories). The principles of A3.3-A3.3.3 would then be valid for such data.

A3.3 *Concept of “r” and “R” in Table 4*—If S<sub>r</sub> and S<sub>R</sub> have been calculated from a large enough body of data, and for test results that were averages from testing 2 specimens for each test result, then:

A3.3.1 *Repeatability*—Two test results obtained within one laboratory shall be judged not equivalent if they differ by more than the “r” value for that material. The concept of “r” is the interval representing the critical difference between two test results for the same material, obtained by the same operator using the same equipment in the same laboratory.

A3.3.2 *Reproducibility*—Two test results obtained by different laboratories shall be judged not equivalent if they differ by more than the “R” value for that material. The concept of “R” is the interval representing the critical difference between two test results for the same material, obtained by different operators using different equipment in different laboratories.

A3.3.3 Any judgement in accordance with A3.3.1 or A3.3.2 would have an approximate 95 % (0.95) probability of being correct.

## APPENDIX

### (Nonmandatory Information)

#### X1. TYPICAL TEST RESULTS SHEET

Material: Phenolic laminate  
 Specimen Type: I (4 mm thick)  
 Ignition procedure: A  
 Conditioning procedure: 23/50  
 Oxygen concentration increment (d): 0.2

Oxygen Index (concentration, %): 29.5 (rounded to 0.1 %)  
 $\sigma^*$ : 0.152  
 Date of test: 13/10/80  
 Laboratory No. 19 Test No. 1

Determination of oxygen concentration for one pair of "X" and "O" response at  $\leq 1\%$  O<sub>2</sub> concentration interval (in accordance with 8.13)

Oxygen concentration, %  
 Burning period, s  
 Length burnt, mm  
 Response, "X" or "O"

25.0	35.0	30.0	32.0	31.0				
10	>180	140	>180	>180				
O	X	O	X	X				

Oxygen concentration of the "O" response for the pair = 30.0 (being the concentration to be used again for the first measurement in Part 2)

Determination of oxygen index value (in accordance with 8.4)

Step size to be used for successive changes in oxygen concentration of d % = 0.2 % (initially to be 0.2 %, unless otherwise instructed):

Oxygen concentration, %  
 Burning period, s  
 Length burnt, mm  
 Response, "X" or "O"

N <sub>i</sub> series measurements										
N <sub>i</sub> series measurements (8.6.1 + 8.6.2)						(8.6.3)			C <sub>F</sub>	
30.0	29.8	29.6	29.4			29.4	29.6	29.4	29.6	29.8
>180	>180	>180	150			150	>180	110	185	>180
X	X	X	-----	-----	-----	----->	O	X	O	X
Column (2, 3, 4 or 5): 4						Row (1 to 16): 7				
k value from table 4: 1.25						Hence k = - 1.25				

$OI = C_F + kd = 29.8 + (-1.25 \times 0.2)$   
 = 29.5 % (to one decimal place, for reporting OI)  
 = 29.55 % (to two decimal places, for calculation of and verification of d as required in Part 3)

**Part 3: Verification of Step size d % oxygen concentration (in accordance with 8.14.6 and 9.3)–**

Last six result	Oxygen Concentration, %			
	C <sub>i</sub> <sup>A</sup>	OI	C <sub>i</sub> - OI	(C <sub>i</sub> - OI) <sup>2</sup>
C <sub>F</sub> 1	29.8	29.55	0.25	0.0625
2	29.6	29.55	0.05	0.0025
3	29.4	29.55	-0.15	0.0225
4	29.6	29.55	0.05	0.0025
5	29.4	29.55	-0.15	0.0225
n 6	29.6	29.55	0.05	0.0025
	Total $\Sigma(C_i - OI)^2$			0.115
	Column C <sub>i</sub> contains the oxygen concentrations used for the measurements of C <sub>F</sub> and for each of the 5 preceding measurements, for n = 6			

Estimation of Standard deviation:

$$\sigma^* = \left[ \frac{\Sigma(C_i - OI)^2}{n - 1} \right]^{1/2} = \left[ \frac{0.115}{5} \right]^{1/2} = 0.152$$

$$\frac{2\sigma^*}{3} = 0.101 \quad d = 0.2 \quad \frac{3\sigma^*}{2} = 0.227$$

If  $2 \frac{\sigma^*}{3} < d < \frac{3\sigma^*}{2}$  or if  $0.2 = d > \frac{3\sigma^*}{2}$ ; OI is valid

Otherwise

if  $2 \frac{\sigma^*}{3} > d$ , repeat Part 2 using a larger value for d; or

if  $\frac{3\sigma^*}{2} < d$ , repeat Part 2 using a smaller value for d.

## SUMMARY OF CHANGES

This section identifies the location of selected changes to this test method. For the convenience of the user, Committee D20 has highlighted those changes that may impact the use of this test method. This section may also include descriptions of the changes or reasons for the changes, or both.

### *D 2863 – 00:*

(1) A round robin was conducted in 1999 and Section 12 (Precision and Bias) was replaced with the precision results for the Type A measurement and control device.

(2) The 1999 round robin also included limited data using the precision results for the Type B measurement and control

device, which was added as Annex A3.

(3) Added requirements for the PMMA verification material in A1.4.

(4) Deleted Appendix X2, which cited a previous round robin, and added Note 23 to indicate that this old round robin data is available from ASTM Headquarters.

*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 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 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website ([www.astm.org](http://www.astm.org)).*



## Standard Test Method of Small-Scale Evaluation of Fire-Retardant Paints (2-Foot Tunnel Method)<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 3806; 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 epsilon (ε) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

### 1. Scope

1.1 This test method determines the protection a coating affords its substrate, and the comparative burning characteristics of coatings by evaluating the flame spread over the surface when ignited under controlled conditions in a small tunnel. This establishes a basis for comparing surface-burning characteristics of different coatings without specific consideration of all the end-use parameters that might affect surface-burning characteristics under actual fire conditions.

1.2 In addition to the experimental flamespread rate, the weight of panel consumed, time of afterflaming and afterglow, char dimensions and index, and height of intumescence may be measured in this test. However, a relationship should not be presumed among these measurements.

1.3 This standard should be used to measure and describe the properties of materials, products, or assemblies in response to heat and flame under controlled laboratory conditions, and should not be used to describe or appraise the fire hazard or fire risk of materials, products, or assemblies under actual fire conditions. However, results of this test may be used as elements of a fire risk assessment which takes into account all of the factors which are pertinent to an assessment of the fire hazard of a particular end use.

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

1.5 *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.*

<sup>1</sup> 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 D01.22 on Health and Safety.

Current edition approved June 1, 2004. Published June 2004. Originally approved in 1979. Last previous edition approved in 1998 as D 3806 – 98.

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 *ASTM Standards:*<sup>2</sup>

C 220 Specification for Flat Asbestos-Cement Sheets

D 344 Test Method for Relative Hiding Power of Paints by the Visual Evaluation of Brushouts

D 1475 Test Method for Density of Liquid Coatings, Inks, and Related Products

D 2196 Test Methods for Rheological Properties of Non-Newtonian Materials by Rotational (Brookfield) Viscometer

E 84 Test Method for Surface Burning Characteristics of Building Materials

#### 2.2 *Federal Standard:*

Fed. Spec. TT-V-119 Varnish, Spar, Phenolic Resin<sup>3</sup>

### 3. Significance and Use

3.1 A number of laboratory procedures are used to evaluate the effectiveness of fire-retardant and fire-resistant treatments and coatings. In general, these methods measure the three stages of fire development: (1) ignition; (2) flame spread (rate of growth of the fire); and (3) conflagration extent. While all three are of extreme importance, flame spread has been recognized as the main factor associated with testing fire-retardant coatings.

3.2 Flame spread ratings based upon Test Method E 84 have acquired common acceptance by regulatory agencies, but such large-scale tests are seldom practical during the development or modification of a fire-retardant coating.

3.3 This test method provides the relative flame spread of experimental coatings using small test specimens. By calibrating the 2-foot tunnel with Test Method E 84-rated fire-retardant

<sup>2</sup> For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, [www.astm.org](http://www.astm.org), or contact ASTM Customer Service at [service@astm.org](mailto:service@astm.org). For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

<sup>3</sup> Available from Standardization Documents Order Desk, DODSSP, Bldg. 4, Section D, 700 Robbins Ave., Philadelphia, PA 19111-5098.

paint, results obtained by this test method should be indicative of those obtained with a large specimen in the Test Method E 84 tunnel.

#### 4. Apparatus

4.1 *Flame Tunnel*<sup>4</sup> (see Fig. 1A)—610-mm (two-foot) flame tunnel consisting of asbestos-cement board mounted on an iron framework and supplied with natural gas fuel of uniform quality.

4.1.1 The framework is constructed of 3 by 25 by 25-mm ( $\frac{1}{8}$  by 1 by 1-in.) angle iron, the top of which provides a 610 by 100-mm (24 by 4-in.) specimen holder inclined at 28° to the horizontal. The framework is mounted on a 250 by 610 by 13-mm (10 by 24 by  $\frac{1}{2}$ -in.) steel base. The specimen holder is elevated 185 mm ( $7\frac{3}{8}$  in.) above the base at the lower (fire) end and 480 mm ( $18\frac{7}{8}$  in.) at the upper (flue) end.

4.1.2 The fire end and sides of the tunnel are covered to the extent shown in Fig. 1, with 6-mm ( $\frac{1}{4}$ -in.) asbestos-cement board<sup>5</sup> or 6-mm ( $\frac{1}{4}$ -in.) inorganic reinforced-cement board<sup>6</sup> attached to the inside of the angle iron framework. The open flue end and the cut-out sides allow a natural draft through the tunnel. Additional air access is provided by a 25-mm (1-in.) hole drilled in the cover at the fire end, centered and 115 mm ( $4\frac{1}{2}$  in.) above the base.

4.1.3 An observation window made of a 50-mm (2-in.) wide strip of 3-mm ( $\frac{1}{8}$ -in.) polished heat-resistant sheet glass<sup>7</sup> is located just below the specimen holder, extending the full length of the tunnel, 610 mm (24 in.). This glass is marked by any appropriate method at 1-in. intervals from 4 to 22 in. A 560 by 55 by 2-mm (22 by  $2\frac{1}{4}$  by  $\frac{1}{16}$ -in.) sheet metal shield is attached above the window, slanting downwards at an angle of 60° to shield the observation window. The angle iron panel holder is notched along the bottom or supporting lip of the angle at 25-mm (1-in.) intervals to assist in the measurements of the flame advance.

NOTE 1—A rule may also be mounted outside the observation window to help measure the flame advancement.

4.1.4 A 2.5-mm ( $\frac{3}{32}$ -in.) hole is drilled in the side of the specimen holder immediately above the center of the burner to allow insertion of a thermocouple.

<sup>4</sup> The sole source of supply of a suitable cabinet and assembly known to the committee at this time is Dek-Tron Scientific, 244 East 3rd St., Plainfield, NJ 07060. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee,<sup>1</sup> which you may attend.

<sup>5</sup> The sole source of supply of an asbestos-cement board, transite, known to the committee at this time is Manville Corp., Denver CO 80217. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee,<sup>1</sup> which you may attend.

<sup>6</sup> The sole source of supply of inorganic reinforced-cement board, #100S and 100H, nominal 1600 to 1760 kg/m<sup>3</sup> (100 to 110 lb/ft<sup>3</sup>), known to the committee at this time is Shameful Corp., 100 Spence Lane, Nashville, TN 37210. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee,<sup>1</sup> which you may attend.

<sup>7</sup> Quartz or high-silica glass has been found satisfactory for this purpose.

4.1.5 The tunnel should be placed in an area as free from drafts as possible with facilities for removal or escape of combustion products. (Standard laboratory hood with forced draft off during test.)

4.2 *Burner*,<sup>8</sup> 215 mm (8.5 in.) high with 40-mm diameter, 10-mm thick grid for use with natural gas. The burner is placed 57 mm ( $2\frac{1}{4}$  in.) in from the fire end of the tunnel and 25 mm (1 in.) below the bottom side of the sample holder, that is, 30 mm ( $1\frac{1}{8}$  in.) from the bottom of the specimen. See Fig. 1.

NOTE 2—Artificial gas or liquid petroleum (LP) gas may be used, but burners designed for these types of gases must be used.

4.3 *Ignition Transformer*, or other suitable ignition source, to generate a spark through a 2-mm ( $\frac{1}{16}$ -in.) Nichrome wire to the burner barrel. The transformer is activated by a push-button type spark switch.

4.4 *Gas Supply*, of uniform quality controlled by a positive-flow pressure regulatory valve (0 to 152 mm (0 to 6 in.) water) and a gas flowmeter (0.6 to 5.0 SCFH).

4.5 *Insulating and Fire Resistant Backing for Test Panels*, consisting of 100 by 605-mm ( $3\frac{7}{8}$  by  $23\frac{7}{8}$ -in.) pieces of 13-mm ( $\frac{1}{2}$ -in.) asbestos-cement board or inorganic reinforced cement board and  $\frac{1}{2}$ -in. steel plate applied one above the other with asbestos cement or the inorganic reinforced cement board placed directly on top of the test panel.

4.6 *Thermocouple*<sup>9</sup> totally shielded (see Note 3), installed through the hole in the side of the specimen holder so that its tip rests on the back, cool side, of the test panel.

NOTE 3—Some commercial tunnels are supplied with more than one thermocouple.

4.7 *Recording Potentiometer*, 0 to 300°C range.

4.8 *Audible Timer*, set to sound at 15-s intervals to indicate the time for flame-front measurements.

4.9 *Constant Temperature and Humidity Room or Cabinet*, maintained at  $50 \pm 5\%$  relative humidity and  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  ( $73.5 \pm 3.5^\circ\text{F}$ ).

#### 5. Test Panels

5.1 *Test Panels*—See Table 1 for a list of various woods and their densities. Wood, 6 by 100 by 605-mm ( $\frac{1}{4}$  by  $3\frac{7}{8}$  by  $23\frac{7}{8}$ -in.) close grained, as nearly edge grain as possible and free from knots and imperfections. The panels should be solid wood with surfaces planed and sanded (see Note 4). Kiln-dry test panels to contain not more than 10 weight % of moisture on an oven dry basis.

NOTE 4—Douglas fir, 6.3-mm ( $\frac{1}{4}$  -in.) 3-ply, marine-grade plywood

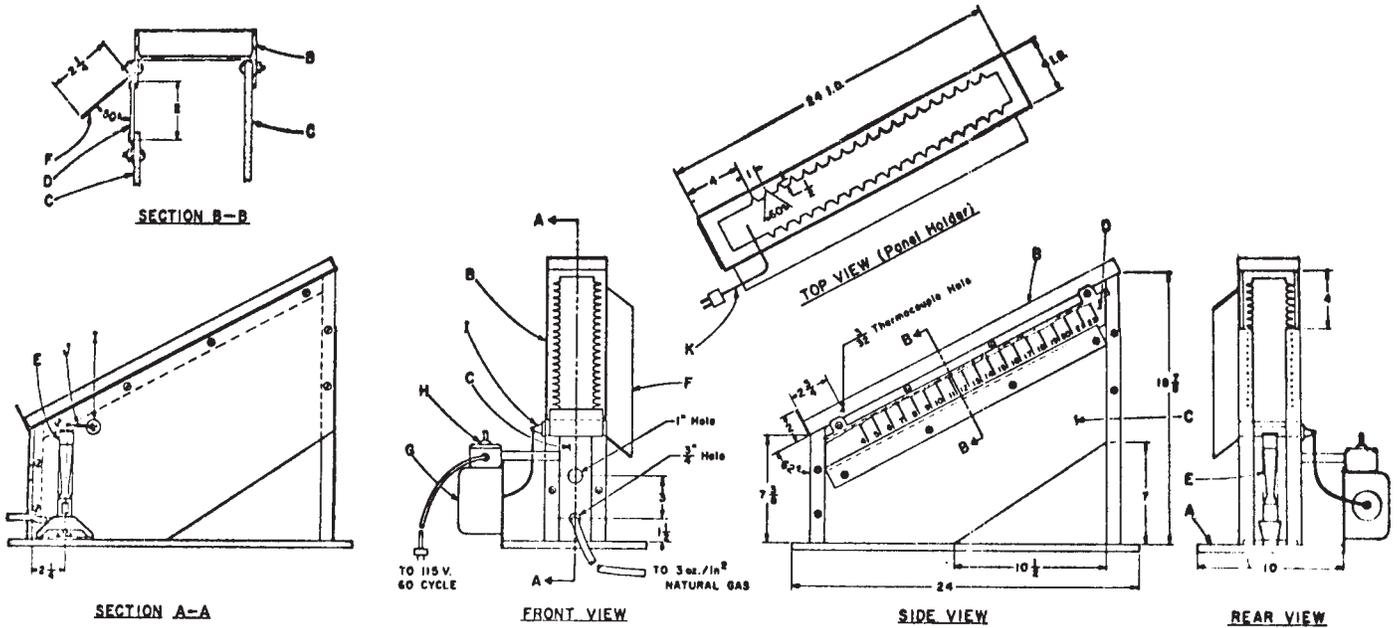
<sup>8</sup> The sole source of supply of a burner, Catalog No. 3-902 for artificial gas, or Catalog No. 3-900 and 3-902 for natural gas and LP gas, respectively, known to the committee at this time is Fisher Scientific Co. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee,<sup>1</sup> which you may attend.

<sup>9</sup> The sole source of supply of a thermocouple, Megopak Type J, known to the committee at this time is Megopak Co. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee,<sup>1</sup> which you may attend.

Materials of Construction and Equipment List

Item No	Item	Description	Item No	Item	Description
A	Base Plate	1/2 x 10 x 24 Steel plate	F	Glare Shield	1/16 x 2 1/4 x 22 Metal sheeting
B	Framework	1/8 x 1 x Angle iron throughout	G	Ignition Transformer	115 V, 60 Hz, 5000 V, 20 A secondary
C	Side and Front Panels	1/4 Transite or Chem-Fil 100S or 100 H <sup>9</sup> cut to specifications	H	Spark Switch	Push button type
D	Side Glass	1/8 x 2 x 24 Polished Vycor cut as shown	I	Ceramic Insulator	
E	Burner	Artificial Gas Model	J	Spark Wire	1/16 OD Nichrome
	Gas Control Valve (not shown)	1/8 Orifice, 1" Pipe size, outlet 3 oz/in <sup>2</sup>	K	Thermocouple	Megopak Type J, totally shielded
	Gage, Gas (not shown)	0-30 oz/in <sup>2</sup> Dial		Recording Potentiometer	115 V, 60 Hz, 0-300°C, Type J cond

Note: All Dimensions Expressed in Inches Unless Otherwise Noted.



METRIC EQUIVALENTS

in.	mm	in.	mm
1/16	1.6	3	76
3/32	2.4	4	102
1/8	3.2	7	178
1/4	6.4	7 3/8	187
1/2	12.7	10	254
1	25.4	10 1/2	267
1 1/2	38	18 3/8	480
2 1/4	57	22	560
2 3/4	70	24	610

FIG. 1 Flame Tunnel

**TABLE 1 Densities and Panel Weights of Various Woods (Conditioned at Relative Humidity 50 ± 5 % and 23 ± 2°C (73.5 ± 3.5°F) for 14 days)**

Type of Wood	Density (9 to 10 % Moisture), kg/m <sup>3</sup> (lb/ft <sup>3</sup> )	Weight of 3 <sup>7</sup> / <sub>8</sub> by 23 <sup>7</sup> / <sub>8</sub> by ¼ in. Panel, g
Red cedar	345 to 360 (21.4 to 22.4)	130 to 140
Douglas fir	465 to 560 (29 to 35)	180 to 215
White pine-Ponderosa pine	360 to 420 (22.4 to 26.4)	140 to 160
Southern yellow pine	495 to 590 (31 to 37)	190 to 225
Redwood	435 to 450 (27.2 to 28.2)	165 to 175

may be used upon agreement between manufacturer and user. Asbestos-cement board, steel, or concrete may be used upon agreement between manufacturer and user.

5.1.1 Prior to coating, condition test panels for 14 days in the controlled atmosphere of 50 ± 5 % relative humidity and 23 ± 2°C (73.5 ± 3.5°F) to a 9 to 10 % moisture content. Refer to Table 1 for the density and weight per panel of each listed wood.

5.1.2 Seal the ends of the panels with two coats of varnish conforming to Fed. Spec. TT-V-119 after conditioning. Allow each coat of varnish to air-dry 18 to 24 h.

## 6. Calibration Standards

6.1 *Zero-Flame Spread*—Asbestos-cement board, Type F conforming to Specification C 220, 13 by 100 by 605 mm (½ by 3<sup>7</sup>/<sub>8</sub> by 23<sup>7</sup>/<sub>8</sub> in.), conditioned as in 5.1.1.

NOTE 5—Inorganic reinforced cement board, 6.3-mm (¼-in.) thick may be substituted for asbestos cement.

6.2 *Fire-Rated Standard*—A test panel, similar to that used with test coatings, coated with Test Method E 84 rated paint at the manufacturer’s recommended spreading rate and conditioned as in Section 7.

NOTE 6—Do not use paint beyond manufacturer’s stated shelf life.

## 7. Preparation of Test Panels

7.1 Thoroughly mix the coating under test by a suitable means until it is uniform in composition and consistency. Test Methods D 2196 describes a suitable preparation procedure.

7.2 Determine the density of the coating in accordance with Test Method D 1475 in grams per millilitre (or pounds per gallon) for calculating the weight of the coating to be applied to the panel to comply with the specified spreading rate.

7.3 Brush apply the coating to conditioned test panels in as uniform a manner as possible to obtain the specified spreading rate. A suitable procedure appears in Test Method D 344. Application may be by other conventional means and in as many coats as required to obtain the necessary weight of coating, or desired wet- or dry-film thickness.

7.4 Calculate the weight of coating to be applied using the following equation:

$$W = \frac{\left(3\frac{7}{8} \times 23\frac{7}{8}\right)D}{144 S_R} \times 454 \quad (1)$$

where:

- $W$  = weight of applied wet coating, g,
- $D$  = coating density, lb/gal, and
- $S_R$  = spreading rate, ft<sup>2</sup>/gal.

7.4.1 Use the following equation when metric units are employed:

$$W = \frac{60.5 D}{S_R} \quad (2)$$

where:

- $W$  = weight of applied wet coating, g,
- $D$  = coating density, g/mL, and
- $S_R$  = spreading rate in m<sup>2</sup>/L.

7.5 Dry the coated panels under standard conditions (4.9) until equilibrium weight is obtained, allowing sufficient time for the complete evaporation of solvents, any curing that might be required by the material, and for the attainment of equilibrium moisture content. Forty-eight hours are normally sufficient except for certain coatings that may require longer periods because they trap solvent or contain solvents that evaporate very slowly.

7.6 Apply and cure non-air-drying coatings as recommended by the supplier and condition as specified in 7.5.

## 8. Calibration of the Tunnel

8.1 Calibrate the tunnel prior to each day’s operation with the calibration standards described in Section 6.

8.1.1 Place the zero flame-spread standard in the holder, smooth side down, and back it with the backing plate (4.5).

8.1.2 Open the gas valve and adjust to a pressure of 1.3 kPa (3 oz/in.<sup>2</sup>) and a constant flow of 38 mL/s (4.8 ft<sup>3</sup>/h), and actuate the interval timer.

NOTE 7—These conditions are specified for a natural gas supply providing 40 MJ/m<sup>3</sup>(1055 BTU/ft<sup>3</sup>). For any other gas supply, adjust flow to provide 1490 J/s (5085 BTU/h).

8.1.2.1 When the timer sounds, ignite the burner using the ignition transformer. Observe the flame front, measure in inches and record at 15-s intervals the flame position by aligning the notches in the bottom of the specimen holder with the markings on the observation window.

8.1.3 Record the extreme tip of the flame advance (flame front) on the panel surface, disregarding flame extending up the tunnel but completely on the angle iron support. After a total test period of 4 min, extinguish the burner.

8.1.4 Calculate the mean of the three highest consecutive readings of the flame advance of the zero-flame spread standard  $L_a$ .

8.2 Repeat the calibration procedure using a fire-rated standard (6.2). Designate the mean of the three highest consecutive readings of the flame advanced as  $L_R$ . The difference between the mean readings for the zero flame-spread

standard and the fire-rated standard ( $L_R - L_a$ ) is directly related to the Test Method E 84 flame-spread rating of the rated standard ( $F_{SR}$ ).

### 9. Procedure for Determination of Flame-Spread Rating

9.1 Remove a test panel (Section 7) from the controlled atmosphere, weigh immediately, and then mount in the specimen holder, coated-side down. Insert the thermocouple through the hole in the holder (4.6) so that its tip is directly above the center of the burner and resting on the back, or uncoated side, of the test panel. Back the panel with the asbestos-cement board and steel backing.

9.2 Apply the flame and determine the advance of the flame front in the same manner as the calibration procedure (Section 8), except allow the burner to operate for an additional 60 s after making the last of the 15-s readings before extinguishing the burner. Designate the mean of the three highest consecutive readings of the flame advance of the specimen during the 4-min test period as  $L_s$ .

9.3 Repeat the determination with at least five panels.

### 10. Calculation

10.1 Calculate the experimental flame-spread rating using the following equation:

$$F_{SE} = \frac{(L_s - L_a)}{L_R - L_a} \times F_{SR} \quad (3)$$

where:

- $F_{SE}$  = flame spread of specimen,
- $L_s$  = mean of three flame advance readings of specimen, in. (mm),
- $L_a$  = mean of three flame advance readings of zero flame-spread standard, in. (mm),
- $L_R$  = mean of three flame advance readings of rated standard, in. (mm), and
- $F_{SR}$  = flame-spread rating of rated standard.

10.2 Calculate the mean of the replicate panels, rounding off to the nearest five units.

### 11. Optional Measurements

11.1 *Afterflaming Time*—Observe and record the time in seconds that flaming continues on the face of the test specimen after the burner has been extinguished. Report as afterflaming time.

11.2 *Afterglow Time*—Observe in subdued light and record the additional time in seconds that the surface of the test specimen continues to emit light (glows) after the flame has gone out. Report as afterglow time.

11.3 *Panel Consumption*—After the completion of the flame-spread test (Section 9), replace the specimen in the constant atmosphere (see 5.1.1) for not less than 72 h. Reweigh the panel and determine the weight loss in grams. Report loss as panel consumption.

11.4 *Degree of Intumescence*—Measure the height of intumescence (foam formation) in millimetres at the point on the specimen that was directly above the burner. Report the height as intumescence.

11.5 *Insulation Value*—Measure the initial panel temperature in degrees Celsius or Fahrenheit and subtract it from the

maximum temperature observed during the flame-spread test (Section 9). Report the difference as  $\Delta T$ .

11.6 *Char Dimensions and Index*—Cut the panel into four rectangular pieces using a fine-toothed saw so that the cuts intersect at the point of flame impingement (directly over the burner). Measure in centimetres the maximum width of charring of the wood found below the paint film on the lateral cut. Likewise, measure the maximum length of charring found on the longitudinal cut. Measure the maximum depth to which charring has penetrated as evidenced on either cut. Determine the char index by multiplying the maximum char width, length, and depth.

### 12. Report

12.1 *Experimental Flame Spread*—Report the following information:

- 12.1.1 The calibration values of  $L_R$  and  $L_a$  (Section 8),
- 12.1.2 Type of substrate used,
- 12.1.3 Number of test panels,
- 12.1.4 Mean spreading rate,
- 12.1.5 Pressure, flow rate, and type of gas fuel,
- 12.1.6 Mean  $L_s$  value for each panel (Section 9), and
- 12.1.7 Mean flame-spread value ( $F_{SE}$ ) for each material under test (Section 9).

12.2 *Optional Measurements*—Report may contain the following information:

- 12.2.1 *Panel Consumption*—Mean initial and final weight of coated specimens and mean weight loss in grams (11.3),
- 12.2.2 Afterflaming time in seconds (11.1),
- 12.2.3 Afterglow time in seconds (11.2),
- 12.2.4 Height of intumescence in millimetres (11.4),
- 12.2.5 *Insulation Value*—Initial and maximum temperatures, and temperature difference ( $\Delta T$ ) (11.5), and
- 12.2.6 *Char Depth and Volume*—Maximum width, length, and depth of charring of wood in centimetres and the char index in cubic centimetres (11.6).

### 13. Precision and Bias

13.1 *Precision*:

13.1.1 Nonuniformity of test panels (both in the wood and in the coating), variations in fuel supply and rate, and operator error are the chief sources of error in operation of the 610-mm (2-foot) tunnel.

13.1.2 The degree of repeatability is dependent on the level of flame-spread ratings. Table 2 shows that while the standard deviation of duplicate results increases with an increase in ratings, the coefficient of variation decreases by a factor of more than 2.0.

13.1.3 The standard deviation in Table 2 relates to the maximum difference that would be expected between duplicate

**TABLE 2 Repeatability<sup>A</sup>**

Flame-Spread Ratings	Standard Deviation	Coefficient of Variation
0 to 25	1.2	9.6
25 to 75	3.1	6.2
75 to 135	3.65	3.5
0 to 135	2.85	4.6

<sup>A</sup>This information was derived from *Journal of Paint Technology*, Vol. 39, No. 511, 1967, p. 495.

panels; that is, a second result in the flame-spread range from 0 to 25 should fall within 4.8 units ( $\pm 2.8 \times 1.2$ ) at the 95 % confidence level.

13.2 *Bias*—The procedure in this test method for measuring flame spread has no bias because the value of flame spread can be defined only in terms of a test method.

#### **14. Keywords**

14.1 fire-retardant; flame spread; paints; tunnel method

*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 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 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).*