



DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA
CÁTEDRA PROTECCIÓN DE MATERIALES
PRÁCTICA DE LABORATORIO N° 1

DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE OXÍGENO LÍMITE

Objeto de la Experiencia:

Medir la facilidad de combustión de sustratos desnudos o protegidos por sistemas de pintura.

Fundamento:

El ensayo de determinación del Índice de Oxígeno Límite (LOI), objeto de la norma ASTM D 2863, determina la mínima concentración de oxígeno en una mezcla con nitrógeno, que puede mantener la combustión de un material en condiciones de equilibrio, como la combustión de una vela.

El índice de oxígeno es la mínima concentración de oxígeno, expresada como por ciento en volumen, en una mezcla de oxígeno y nitrógeno que logra la combustión de un material a temperatura ambiente y bajo las condiciones de este método.

$$n, \% = (100 \times O_2) / (O_2 + N_2)$$

$$O_2 = \text{Flujo volumétrico de oxígeno (cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}\text{)}$$

$$N_2 = \text{Flujo volumétrico de nitrógeno (cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}\text{)}$$

La importancia de la determinación del LOI, no sólo radica en medir la facilidad de combustión de los sustratos para comparar resultados, sino que un LOI mayor a 28 permite clasificar al sustrato como **incombustible**.

Es importante mencionar que este método no es representativo del comportamiento real de un material en contacto con el fuego pero es uno de los métodos preferidos en el desarrollo de tratamientos retardantes del fuego debido a que permite la obtención de valores numéricos reproducibles.

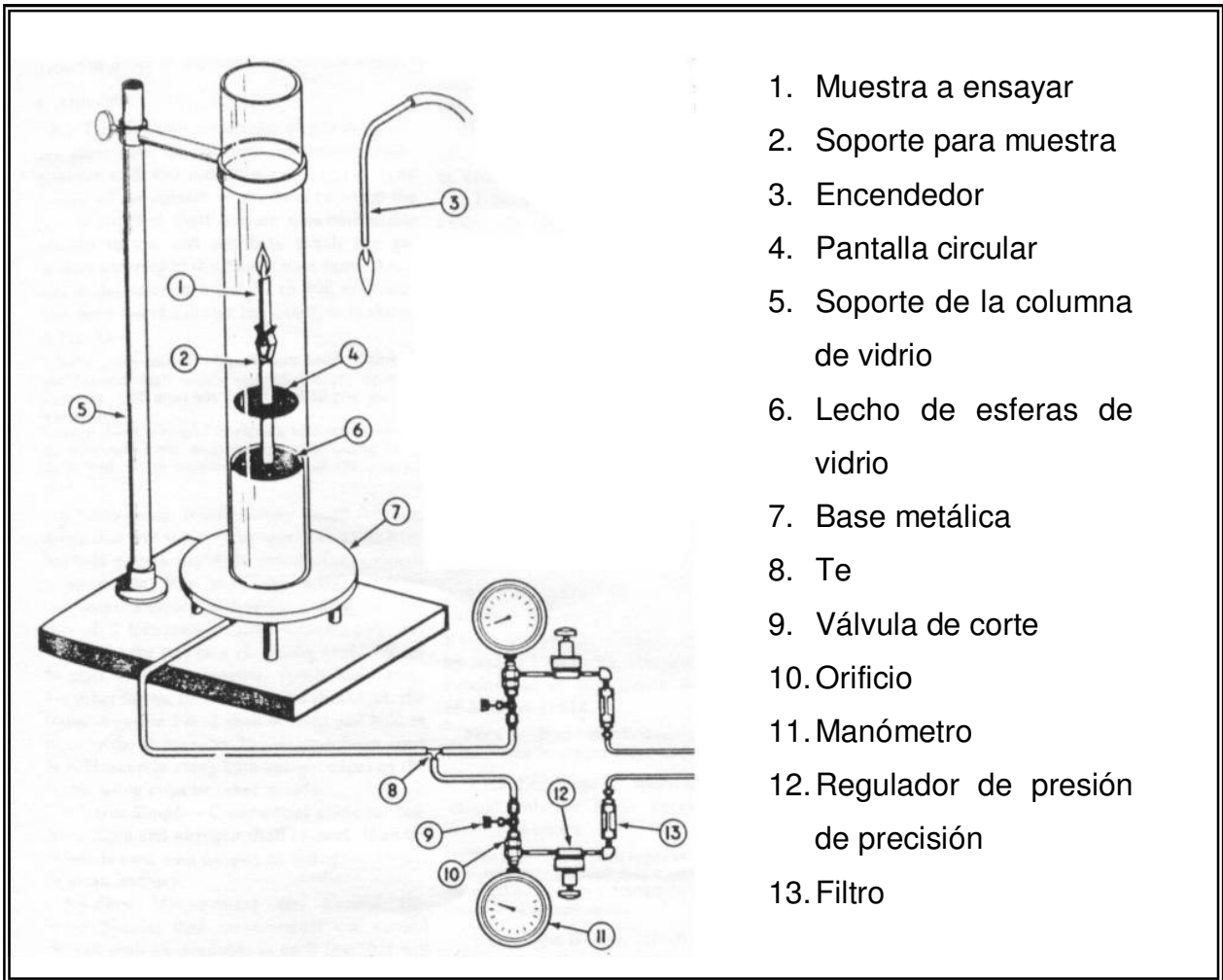
Descripción del Equipo:

El equipo está compuesto, como se muestra en las figuras 1 y 2, por:

- a- Un tubo de vidrio, resistente al calor, de unos 75 mm de diámetro interior y 450 mm de altura, estando la base inferior fijada a un soporte metálico que contiene esferas de cristal de 3 a 5 mm de diámetro, en una altura de 80 a 100 mm, destinadas a facilitar la mezcla de los gases.
- b- Un soporte tipo pinza para sostener la probeta.
- c- Una pantalla circular por debajo del soporte de manera de evitar la caída de gotas y restos de probeta al fondo del tubo.
- d- Un equipo de control y medida de los gases utilizados, (filtros, manómetros, microválvulas, flotámetros, etc).
- e- Un sistema de inflamación constituido por una llama de gas, natural o propano, de 6 a 12 mm de longitud.



Figura 1: Equipo para la determinación del Índice Límite de Oxígeno



1. Muestra a ensayar
2. Soporte para muestra
3. Encendedor
4. Pantalla circular
5. Soporte de la columna de vidrio
6. Lecho de esferas de vidrio
7. Base metálica
8. Te
9. Válvula de corte
10. Orificio
11. Manómetro
12. Regulador de presión de precisión
13. Filtro

Figura 2: Partes constitutivas del equipo para la determinación del Índice límite de oxígeno

Descripción de las Probetas:

Las probetas a ensayar pueden ser de diferentes sustratos, tanto desnudas como protegidas. Sus dimensiones deben ser de 70 a 150 mm de longitud por 6,5 mm de ancho y 3 mm de espesor. En nuestra experiencia, contaremos con probetas desnudas de madera (pino y álamo), y de plástico; y con probetas de madera protegidas con Pintura Intumescente y Pintura Retardante de Llama, cuyas formulaciones, a modo de ejemplo son las siguientes:

Ejemplo de formulación de Pintura Intumescente:

	% en Volumen			
	1	2	3	4
P 30	40	40	40	40
Dipentaeritritol	11,5	11,5	11,5	11,5
Melamina	14,4	14,4	14,4	14,4
TiO₂	4,4	3,3	3,3	3,3
Silicato de Circonio	---	1,1	---	---
Sílice Hidratada	---	---	1,1	---
Al (OH)₃	---	---	---	1,1
Acrílica Pura, solución 60%	50	50	50	50
Solvesso 100/Tolueno	13,41	13,41	13,41	13,41
Gel Bentone 34	20,6	20,6	20,6	20,6

Método Operativo:

Para operar el equipo se dispone la probeta en el soporte de tal manera que el borde superior de la misma esté a 100 mm de la parte superior del tubo. Se selecciona la concentración de oxígeno basada en la experiencia, si ésta es desconocida se debe determinar de la siguiente manera: encender la muestra en el aire, si se quema inmediatamente seleccionar una concentración de oxígeno menor a 22%. Si se enciende con dificultad, o se enciende pero se apaga, seleccionar una concentración de oxígeno entre 22% y 27%. Si la muestra no quema en el aire, la concentración inicial deben ser de 28% o más alta.

Una vez determinada la velocidad de flujo de gas, calculada como el flujo total de gas en $\text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$, dividido el área de la columna en cm^2 , se deja purgar el sistema y se procede a provocar la combustión de la probeta con ayuda del sistema de encendido. Cuando enciende se mide el tiempo con el cronómetro.

No se debe ajustar la concentración de oxígeno cuando la muestra está encendida.

Se comprueba que la concentración de oxígeno es la correcta si la muestra combustiona al menos por 3 minutos de tiempo o alcanza los 50 mm de longitud medidos desde la parte superior de la misma.

En el caso de fallar en la elección de la concentración de oxígeno, repetir la experiencia cambiando la misma y con otra muestra.

Determinaciones Experimentales:

1- Determinar el Índice Límite de Oxígeno (LOI), para las siguientes muestras:

- a- Madera de pino y álamo
- b- Plástico
- c- Sustrato protegido con Pintura Intumescente
- d- Sustrato protegido con Pintura Retardante de llama.

Realizar la experiencia para baja, media y alta velocidad de flujo.

FORMULACIÓN IMPREGNANTE RETARDANTE DEL FUEGO

1. Se preparó la siguiente formulación, expresada en por ciento en peso:

ZnCl ₂	65,2
Na ₂ Cr ₂ O ₇ · 2H ₂ O.....	14,8
(NH ₄) ₂ SO ₄	10,0
H ₃ BO ₃	10,0

2. La solución en base acuosa se elaboró con una concentración del 20,0 % en peso

3. Los sustratos seleccionados (papel, tela acrílica, cartón corrugado y alfombra) fueron impregnados con dos aplicaciones con pincel; posteriormente, se dispusieron en ambiente de laboratorio durante 7 días y finalmente se secaron en estufa a 45/48 ° C hasta peso constante.

Planilla para la determinación del Índice Límite de Oxígeno:

		21 DEGREES C								21 DEGREES C							
		FLOWMETER SETTING GUIDE															
		OXYGEN FLOWMETER S/N 0791-01								NITROGEN FLOWMETER S/N 0591-07							
D P X E Y R G C E E N N	T	LOW VELOCITY (3.2 cm/sec)				NORM VELOCITY (4.0 cm/sec)				HIGH VELOCITY (4.8 cm/sec)				D P X E Y R G C E E N N	T		
		OXYGEN FLOWMETER		NITROGEN FLOWMETER		OXYGEN FLOWMETER		NITROGEN FLOWMETER		OXYGEN FLOWMETER		NITROGEN FLOWMETER					
		cc/min	SET	cc/min	SET	cc/min	SET	cc/min	SET	cc/min	SET	cc/min	SET				
10	1368	30.0	12312	104.0	1710	35.5	15390	129.0	2052		18468		10				
11	1505	32.5	12175	102.5	1881	38.5	15219	127.5	2257		18263		11				
12	1642	34.5	12038	101.5	2052	41.0	15048	126.5	2462		18058		12				
13	1778	36.5	11902	100.5	2223	43.5	14877	125.0	2668	51.0	17852	149.5	13				
14	1915	39.0	11765	99.5	2394	46.5	14706	123.5	2873	54.0	17647	147.5	14				
15	2052	41.0	11628	98.5	2565	49.5	14535	122.5	3078	57.5	17442	145.5	15				
16	2189	43.0	11491	97.0	2736	52.0	14364	121.0	3283	61.0	17237	144.0	16				
17	2326	45.5	11354	96.0	2907	55.0	14193	119.5	3488	64.5	17032	142.0	17				
18	2462	47.5	11218	95.0	3078	57.5	14022	118.0	3694	67.5	16826	140.5	18				
19	2599	50.0	11081	94.0	3249	60.5	13851	116.5	3899	71.0	16621	138.5	19				
20	2736	52.0	10944	92.5	3420	63.0	13680	115.0	4104	74.5	16416	137.0	20				
21	2873	54.0	10807	91.5	3591	66.0	13509	113.5	4309	77.5	16211	135.5	21				
22	3010	56.5	10670	90.5	3762	69.0	13338	112.0	4514	81.0	16006	134.0	22				
23	3146	58.5	10534	89.5	3933	71.5	13167	110.5	4720	84.0	15800	132.0	23				
24	3283	61.0	10397	88.5	4104	74.5	12996	109.0	4925	87.5	15595	130.5	24				
25	3420	63.0	10260	87.0	4275	77.0	12825	108.0	5130	91.0	15390	129.0	25				
26	3557	65.5	10123	86.0	4446	80.0	12654	106.5	5335	94.0	15185	127.5	26				
27	3694	67.5	9986	85.0	4617	82.5	12483	105.0	5540	97.0	14980	126.0	27				
28	3830	70.0	9850	84.0	4788	85.5	12312	104.0	5746	100.0	14774	124.0	28				
29	3967	72.0	9713	83.0	4959	88.0	12141	102.5	5951	103.5	14569	122.5	29				
30	4104	74.5	9576	81.5	5130	91.0	11970	101.0	6156	106.5	14364	121.0	30				
31	4241	76.5	9439	80.5	5301	93.5	11799	99.5	6361	110.0	14159	119.5	31				
32	4378	78.5	9302	79.5	5472	96.0	11628	98.5	6566	113.5	13954	117.5	32				
33	4514	81.0	9166	78.5	5643	98.5	11457	97.0	6772	117.0	13748	116.0	33				
34	4651	83.0	9029	77.0	5814	101.0	11286	95.5	6977	120.5	13543	114.0	34				
35	4788	85.5	8892	76.0	5985	104.0	11115	94.0	7182	124.0	13338	112.0	35				
36	4925	87.5	8755	75.0	6156	106.5	10944	92.5	7387	127.0	13133	110.5	36				
37	5062	89.5	8618	74.0	6327	109.5	10773	91.5	7592	130.5	12928	108.5	37				
38	5198	92.0	8482	72.5	6498	112.5	10602	90.0	7798	134.0	12722	107.0	38				
39	5335	94.0	8345	71.5	6669	115.5	10431	88.5	8003	138.0	12517	105.5	39				
40	5472	96.0	8208	70.5	6840	118.5	10260	87.0	8208	141.5	12312	104.0	40				
41	5609	98.0	8071	69.0	7011	121.0	10089	86.0	8413	145.0	12107	102.0	41				
42	5746	100.0	7934	68.0	7182	124.0	9918	84.5	8618	148.5	11902	100.5	42				
43	5882	102.5	7798	67.0	7353	126.5	9747	83.0	8824		11696		43				
44	6019	104.5	7661	66.0	7524	129.5	9576	81.5	9029		11491		44				
45	6156	106.5	7524	65.0	7695	132.5	9405	80.5	9234		11286		45				
46	6293	109.0	7387	63.5	7866	135.5	9234	79.0	9439		11081		46				
47	6430	111.0	7250	62.5	8037	138.5	9063	77.5	9644		10876		47				
48	6566	113.5	7114	61.5	8208	141.5	8892	76.0	9850		10670		48				
49	6703	116.0	6977	60.5	8379	144.5	8721	74.5	10055		10465		49				
50	6840	118.5	6840	59.5	8550	147.0	8550	73.0	10260		10260		50				
51	6977	120.5	6703	58.5	8721		8379		10465		10055		51				
52	7114	123.0	6566	57.0	8892		8208		10670		9850		52				
53	7250	125.0	6430	56.0	9063		8037		10876		9644		53				
54	7387	127.0	6293	55.0	9234		7866		11081		9439		54				
55	7524	129.5	6156	54.0	9405		7695		11286		9234		55				