

Octubre 2008

### TÍTULO

**Plásticos**

**Determinación de la absorción de agua**

(ISO 62:2008)

*Plastics. Determination of water absorption. (ISO 62:2008).*

*Plastiques. Détermination de l'absorption d'eau. (ISO 62:2008).*

### CORRESPONDENCIA

Esta norma es la versión oficial, en español, de la Norma Europea EN ISO 62:2008, que a su vez adopta la Norma Internacional ISO 62:2008.

### OBSERVACIONES

Esta norma anula y sustituye a la Norma UNE-EN ISO 62:2000.

### ANTECEDENTES

Esta norma ha sido elaborada por el comité técnico AEN/CTN 53 *Plásticos y caucho* cuya Secretaría desempeña ANAIP-COFACO.

Editada e impresa por AENOR  
Depósito legal: M 49466:2008

© AENOR 2008  
Reproducción prohibida

LAS OBSERVACIONES A ESTE DOCUMENTO HAN DE DIRIGIRSE A:

**AENOR**

Asociación Española de  
Normalización y Certificación

Génova, 6  
28004 MADRID-España

info@aenor.es  
www.aenor.es

Tel.: 902 102 201  
Fax: 913 104 032

21 Páginas

**Grupo 15**



Versión en español

**Plásticos**  
**Determinación de la absorción de agua**  
**(ISO 62:2008)**

**Plastics.**  
**Determination of water absorption.**  
**(ISO 62:2008).**

**Plastiques.**  
**Détermination de l'absorption d'eau.**  
**(ISO 62:2008).**

**Kunststoffe.**  
**Bestimmung der Wasseraufnahme.**  
**(ISO 62:2008).**

Esta norma europea ha sido aprobada por CEN el 2008-01-28.

Los miembros de CEN están sometidos al Reglamento Interior de CEN/CENELEC que define las condiciones dentro de las cuales debe adoptarse, sin modificación, la norma europea como norma nacional. Las correspondientes listas actualizadas y las referencias bibliográficas relativas a estas normas nacionales pueden obtenerse en el Centro de Gestión de CEN, o a través de sus miembros.

Esta norma europea existe en tres versiones oficiales (alemán, francés e inglés). Una versión en otra lengua realizada bajo la responsabilidad de un miembro de CEN en su idioma nacional, y notificada al Centro de Gestión, tiene el mismo rango que aquéllas.

Los miembros de CEN son los organismos nacionales de normalización de los países siguientes: Alemania, Austria, Bélgica, Bulgaria, Chipre, Dinamarca, Eslovaquia, Eslovenia, España, Estonia, Finlandia, Francia, Grecia, Hungría, Irlanda, Islandia, Italia, Letonia, Lituania, Luxemburgo, Malta, Noruega, Países Bajos, Polonia, Portugal, Reino Unido, República Checa, Rumanía, Suecia y Suiza.

**CEN**  
**COMITÉ EUROPEO DE NORMALIZACIÓN**  
European Committee for Standardization  
Comité Européen de Normalisation  
Europäisches Komitee für Normung  
**CENTRO DE GESTIÓN: Rue de Stassart, 36 B-1050 Bruxelles**

© 2008 Derechos de reproducción reservados a los Miembros de CEN.

## PRÓLOGO

Esta Norma EN ISO 62:2008 ha sido elaborada por el Comité Técnico ISO/TC 61 *Plásticos* en colaboración con el Comité Técnico CEN/TC 249 *Plásticos*, cuya Secretaría desempeña NBN.

Esta norma europea debe recibir el rango de norma nacional mediante la publicación de un texto idéntico a ella o mediante ratificación antes de finales de agosto de 2008, y todas las normas nacionales técnicamente divergentes deben anularse antes de finales de agosto de 2008.

Se llama la atención sobre la posibilidad de que algunos de los elementos de este documento estén sujetos a derechos de patente. CEN y/o CENELEC no es(son) responsable(s) de la identificación de dichos derechos de patente.

Esta norma anula y sustituye a la Norma EN ISO 62:1999.

De acuerdo con el Reglamento Interior de CEN/CENELEC, están obligados a adoptar esta norma europea los organismos de normalización de los siguientes países: Alemania, Austria, Bélgica, Bulgaria, Chipre, Dinamarca, Eslovaquia, Eslovenia, España, Estonia, Finlandia, Francia, Grecia, Hungría, Irlanda, Islandia, Italia, Letonia, Lituania, Luxemburgo, Malta, Noruega, Países Bajos, Polonia, Portugal, Reino Unido, República Checa, Rumanía, Suecia y Suiza.

## DECLARACIÓN

El texto de la Norma ISO 62:2008 ha sido aprobado por CEN como Norma EN ISO 62:2008 sin ninguna modificación.

## ÍNDICE

	Página
<b>PRÓLOGO .....</b>	<b>6</b>
<b>INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>7</b>
<b>1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN .....</b>	<b>7</b>
<b>2 NORMAS PARA CONSULTA.....</b>	<b>8</b>
<b>3 PRINCIPIO DEL MÉTODO .....</b>	<b>8</b>
<b>4 APARATOS.....</b>	<b>8</b>
<b>5 PROBETAS .....</b>	<b>8</b>
5.1 Generalidades .....	8
5.2 Probetas de forma cuadrada para plásticos homogéneos.....	9
5.3 Probetas de materiales plásticos reforzados afectados por efectos de difusión anisótropa	9
5.4 Probetas tubulares .....	10
5.5 Probetas con forma de barra.....	10
5.6 Probetas cortadas a partir de productos acabados, compuestos extruidos, láminas o laminados .....	10
<b>6 CONDICIONES DE ENSAYO Y PROCEDIMIENTO OPERATORIO .....</b>	<b>10</b>
6.1 Generalidades .....	10
6.2 Condiciones generales .....	11
6.3 Método 1: Determinación del contenido de agua absorbido después de la inmersión en agua a 23 °C .....	11
6.4 Método 2: Determinación del contenido de agua absorbido después de la inmersión en agua en ebullición.....	12
6.5 Método 3: Determinación de las pérdidas de materia soluble en agua durante la inmersión .....	12
6.6 Método 4: Determinación del contenido de agua absorbido después de la exposición al 50% de humedad relativa.....	12
<b>7 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS .....</b>	<b>12</b>
7.1 Porcentaje en masa de agua absorbida .....	12
7.2 Determinación del contenido de agua en el punto de saturación y del coeficiente de difusión empleando las leyes de Fick .....	13
<b>8 PRECISIÓN .....</b>	<b>15</b>
<b>9 INFORME DEL ENSAYO.....</b>	<b>15</b>
<b>ANEXO A (Informativo) CORRELACIÓN ENTRE LA ABSORCIÓN DE AGUA DE LAS PROBETAS Y LAS LEYES DE DIFUSIÓN DE FICK .....</b>	<b>16</b>
<b>ANEXO B (Informativo) DECLARACIÓN DE PRECISIÓN.....</b>	<b>18</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>21</b>

## PRÓLOGO

ISO (la Organización Internacional de Normalización) es una federación mundial de organismos nacionales de normalización (organismos miembros de ISO). El trabajo de preparación de las normas internacionales normalmente se realiza a través de los comités técnicos de ISO. Cada organismo miembro interesado en una materia para la cual se haya establecido un comité técnico, tiene el derecho de estar representado en dicho comité. Las organizaciones internacionales, públicas y privadas, en coordinación con ISO, también participan en el trabajo. ISO colabora estrechamente con la Comisión Electrotécnica Internacional (IEC) en todas las materias de normalización electrotécnica.

Las normas internacionales se redactan de acuerdo con las reglas establecidas en la Parte 2 de las Directivas ISO/IEC.

La tarea principal de los comités técnicos es preparar normas internacionales. Los proyectos de normas internacionales adoptados por los comités técnicos se envían a los organismos miembros para su votación. La publicación como norma internacional requiere la aprobación por al menos el 75% de los organismos miembros con derecho a voto.

Se llama la atención sobre la posibilidad de que algunos de los elementos de esta norma internacional puedan estar sujetos a derechos de patente. ISO no asume la responsabilidad por la identificación de cualquiera o todos los derechos de patente.

La Norma ISO 62 fue preparada por el Comité Técnico ISO/TC 61 *Plásticos*, Subcomité SC 6, *Plásticos. Envejecimiento y resistencia a los agentes químicos y ambientales*.

Esta tercera edición anula y sustituye a la segunda edición (ISO 62:1999), que ha sido revisada técnicamente.

## INTRODUCCIÓN

Los plásticos, expuestos a la acción del agua, se hayan sometidos a diferentes efectos:

- a) cambios dimensionales (por ejemplo, hinchamiento) motivados por la absorción de agua;
- b) extracción de los constituyentes solubles en agua;
- c) cambios en otras propiedades.

Sin embargo, la exposición a la humedad, la inmersión o la exposición a agua en ebullición puede dar lugar a respuestas de los materiales claramente distintas. El contenido de humedad en el equilibrio puede utilizarse para comparar la cantidad de agua absorbida por diferentes tipos de plásticos cuando se exponen a la humedad. El contenido de humedad determinado en condiciones de no equilibrio puede utilizarse para comparar diferentes lotes del mismo material y para determinar la constante de difusión del material cuando se determina, cuidadosamente, en condiciones de no equilibrio de exposición a la humedad y cuando se utilizan probetas de materiales plásticos de dimensiones definidas.

## 1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

**1.1** Esta norma internacional describe un procedimiento para la determinación de las propiedades de absorción de humedad en la dirección “a través del espesor” de materiales plásticos sólidos de forma plana o curvada. Esta norma internacional también describe los procedimientos para determinar la cantidad de agua absorbida por una probeta de plástico de dimensiones definidas, cuando se sumerge en agua en condiciones de humedad del aire controladas. El coeficiente de difusión de la humedad “a través del espesor” se puede determinar en un material de una única fase asumiendo un comportamiento de difusión conforme a la ley de Fick con unas propiedades de absorción de humedad constantes en todo el espesor de la probeta. Este modelo es válido para materiales homogéneos y para materiales compuestos reforzados con matriz polimérica ensayados a una temperatura por debajo de su temperatura de transición vítrea. Sin embargo, algunas matrices bifásicas, tales como endurecedores de resinas epoxídicas pueden requerir un modelo de absorción multifásico que no se trata en esta norma internacional.

**1.2** Idealmente, la mejor comparación entre las propiedades de absorción de agua y/o los coeficientes de difusión de distintos materiales debería llevarse a cabo únicamente empleando el contenido de humedad en el equilibrio de materiales plásticos expuestos a las mismas condiciones. La comparación de materiales empleando las propiedades de humedad en el equilibrio no supone que, y, por tanto no está limitado a, un comportamiento de difusión conforme a la ley de Fick en una única fase.

**1.3** Alternativamente, la absorción de agua de las probetas de materiales plásticos de dimensiones especificadas expuestas en condiciones controladas de inmersión y humedad, pero durante un período de tiempo arbitrario, puede utilizarse para comparar lotes diferentes del mismo material o con fines de ensayo de control de calidad para un material dado. Para este tipo de comparaciones, es esencial que todas las probetas de ensayo posean idénticas dimensiones y, en la medida de lo posible, los mismos atributos físicos, por ejemplo, lisura superficial, tensiones internas, etc. Sin embargo, la humedad de equilibrio no se alcanza en estas condiciones. Por lo tanto, los resultados obtenidos en este tipo de ensayo, no pueden utilizarse para comparar las propiedades de absorción de agua de diferentes tipos de materiales plásticos. Para obtener resultados de ensayo más fiables se recomienda realizar ensayos simultáneos.

**1.4** Los resultados obtenidos empleando los métodos descritos en esta norma internacional son aplicables a la mayoría de los plásticos, pero no son aplicables a los plásticos celulares, granulados o en polvo, que pueden mostrar efectos adicionales de absorción y capilaridad. Los plásticos expuestos a condiciones de humedad controladas durante periodos de tiempo definidos proporcionan una comparación relativa entre ellos. Los ensayos descritos para la determinación del coeficiente de difusión pueden no ser aplicables a todos los plásticos. Los plásticos que no mantienen su forma cuando se sumergen en agua en ebullición no deberían compararse empleando el método 2 (véase 6.4.).

## 2 NORMAS PARA CONSULTA

Las normas que a continuación se indican son indispensables para la aplicación de esta norma. Para las referencias con fecha, sólo se aplica la edición citada. Para las referencias sin fecha se aplica la última edición de la norma (incluyendo cualquier modificación de ésta).

ISO 175:1999 *Plásticos. Métodos de ensayo para la determinación de los efectos de la inmersión en productos químicos líquidos.*

ISO 294-3 *Plásticos. Moldeo por inyección de probetas de materiales termoplásticos. Parte 3: Placas de pequeño tamaño.*

ISO 2818 *Plásticos. Preparación de probetas por mecanizado.*

## 3 PRINCIPIO DEL MÉTODO

Las probetas se sumergen en agua destilada a 23 °C o en agua destilada en ebullición, o expuestas al 50% de humedad relativa, a las temperaturas definidas durante los periodos de tiempo especificados. La cantidad de agua absorbida por la probeta se determina mediante la medición de su cambio de masa, es decir, por la diferencia entre su masa inicial y la obtenida tras la exposición al agua, y se expresa como porcentaje de la masa inicial. Si se requiere, también puede determinarse la cantidad de agua perdida después del secado de las probetas.

En algunas aplicaciones, pueden ser necesarias unas condiciones del 70% al 90% de humedad relativa y temperaturas de 70 °C a 90 °C. Pueden utilizarse mediante acuerdo entre las partes interesadas condiciones de humedad y temperatura superiores a las recomendadas por esta norma internacional. Cuando se empleen unas condiciones de humedad relativa y temperatura que difieran de las recomendadas, debe incluirse en el informe del ensayo una descripción completa de estas condiciones (con las tolerancias apropiadas).

## 4 APARATOS

**4.1 Balanza**, con una exactitud de  $\pm 0,1$  mg (véase también 6.1.3).

**4.2 Estufa**, con circulación forzada de aire o de vacío, controlada a  $(50,0 \pm 2,0)$  °C, o a cualquier otra temperatura acordada (véase también 6.1.2).

**4.3 Recipientes**, de agua destilada o de pureza equivalente, provistos de un dispositivo para calentar y capaces de mantener la temperatura especificada.

**4.4 Desecador**, con un desecante (por ejemplo  $P_2O_5$ ).

**4.5 Aparatos para la medición de las dimensiones de las probetas**, con una exactitud de  $\pm 0,1$  mm, si fuesen necesarios.

## 5 PROBETAS

### 5.1 Generalidades

Para cada material evaluado, se ensayan, al menos, tres probetas. Las probetas de las dimensiones requeridas pueden obtenerse directamente por moldeo o extrusión. Deben anotarse en el informe del ensayo los métodos empleados en la preparación de las probetas.

NOTA Los resultados de este método pueden estar influenciados por los efectos superficiales. Para algunos materiales, pueden obtenerse resultados diferentes entre probetas moldeadas y probetas cortadas a partir de una lámina grande.



Debe eliminarse cualquier contaminante de la superficie de la probeta que pudiera influir en la absorción de agua mediante un agente de limpieza que no ataque el plástico, siendo determinado el grado de ataque de acuerdo con la Norma ISO 175 – véase, por ejemplo, en la tabla 1 de la Norma ISO 175:1999 la anotación “ninguno” (ningún cambio de aspecto). Debe dejarse que las probetas se sequen a 23 °C y al 50% de humedad relativa durante, al menos, 2 h después de la limpieza y antes del comienzo del ensayo. Cuando se manipulen las probetas, manualmente, se utilizan guantes de limpieza con el fin de prevenir la contaminación.

El agente de limpieza no debe ejercer ninguna influencia sobre la absorción de agua. Cuando se determina el contenido de humedad en el equilibrio de acuerdo con los apartados 6.3 (método 1) y 6.6 (método 4), pueden ignorarse los efectos del agente de limpieza.

## 5.2 Probetas de forma cuadrada para plásticos homogéneos

A menos que se especifique lo contrario o se haya acordado de otra manera entre las partes interesadas, las dimensiones y tolerancias de las probetas de forma cuadrada deben ser las mismas que las indicadas en la Norma ISO 294-3, con un espesor de  $(1,0 \pm 0,1)$  mm. Éstas pueden prepararse por moldeo de acuerdo con la Norma ISO 294-3, utilizando las condiciones dadas en las normas aplicables a los materiales que van a ensayarse (o empleando las condiciones recomendadas por el suministrador del material). Para algunos materiales, como poliamidas, policarbonatos y algunos plásticos reforzados, empleando una probeta de 1 mm de espesor pueden no obtenerse resultados significativos. Es más, algunas especificaciones de producto requieren del empleo de probetas de mayor espesor para la caracterización de la absorción de agua. En estos casos, pueden utilizarse probetas de  $(2,05 \pm 0,05)$  mm de espesor. Si se emplean probetas que difieran en 1 mm de espesor, debe indicarse en el informe del ensayo el espesor empleado. No se da ningún requisito con respecto al radio de los bordes y esquinas. Sin embargo, éstos deben ser lisos y estar limpios para prevenir que se pierda material de los bordes y esquinas durante el ensayo.

Algunos materiales pueden presentar contracción durante el moldeo. Si se han preparado probetas de estos materiales empleando un molde con unas dimensiones por debajo de los límites inferiores especificados en la Norma ISO 294-3, las dimensiones finales de las probetas pueden estar por encima de las tolerancias dadas en esta norma internacional y debe anotarse en el informe del ensayo.

## 5.3 Probetas de materiales plásticos reforzados afectados por efectos de difusión anisotrópica

Para algunos materiales plásticos reforzados, como las resinas epoxídicas reforzadas con fibra de carbono, los efectos de difusión anisotrópica provocados por el material de refuerzo pueden dar lugar a resultados erróneos cuando se utilizan probetas pequeñas. Cuando esto sea relevante, deben utilizarse probetas que cumplan uno de los siguientes requisitos y utilizarse las dimensiones especificadas y los métodos de preparación de la probeta deben incluirse en el informe del ensayo.

- a) Una placa de forma cuadrada o un panel curvado con dimensiones que satisfagan la relación:

$$w \leq 100 d$$

donde

$w$  es la longitud nominal de uno de los lados, en milímetros;

$d$  es el espesor nominal, en milímetros.

- b) Una placa cuadrada de 100 mm × 100 mm con una lámina de acero inoxidable o aluminio adherida a los bordes para cubrirlos de tal forma que se minimice la absorción de agua a través de los mismos. Cuando se prepara esta probeta, debe tenerse cuidado de pesar la probeta antes y después de cubrir los bordes con la lámina con el fin de obtener el incremento de masa debido a la lámina y al adhesivo. Se utiliza un adhesivo que tenga muy bajo poder de absorción para que no influya en los resultados.

#### 5.4 Probetas tubulares

A menos que se especifique lo contrario en otra norma internacional, las probetas tubulares deben tener las siguientes dimensiones:

- a) Para tubos que tengan un diámetro interno de 76 mm o inferior, se cortan secciones tubulares de  $(25 \pm 1)$  mm de longitud a partir de un tubo de mayor longitud del material a evaluar. El corte debe realizarse perpendicularmente al eje longitudinal del tubo. El corte puede efectuarse mediante mecanizado, con una sierra o por cizalla y deben obtenerse bordes lisos libres de fisuras.
- b) Para tubos con un diámetro interno mayor de 76 mm, se cortan probetas rectangulares de  $(76 \pm 1)$  mm de longitud (medida a lo largo de la superficie exterior del tubo) por  $(25 \pm 1)$  mm de anchura. Los bordes de corte deben ser lisos y estar libres de fisuras.

#### 5.5 Probetas con forma de barra

Las probetas con forma de barra deben tener las siguientes dimensiones.

- a) Para las barras con un diámetro de 26 mm o menor, se corta una sección de  $(25 \pm 1)$  mm de longitud. El corte debe realizarse perpendicularmente al eje longitudinal de la varilla. El diámetro de la probeta debe ser el diámetro de la varilla.
- b) Para barras con un diámetro superior a 26 mm, se corta una sección de  $(13 \pm 1)$  mm de longitud. El corte debe realizarse perpendicularmente al eje longitudinal de la varilla. El diámetro de la probeta debe ser el diámetro de la varilla.

#### 5.6 Probetas cortadas a partir de productos acabados, compuestos extruidos, láminas o laminados

A menos que se especifique lo contrario en otra norma internacional, se corta una pieza de un producto que:

- cumpla los requisitos de las probetas de forma cuadrada; o
- tenga una longitud y una anchura de  $(61 \pm 1)$  mm y la misma forma (espesor y curvatura) del material a ensayar.

Las condiciones de mecanizado empleadas para preparar las probetas deben acordarse entre las partes interesadas. Éstas también deben estar de acuerdo con la Norma ISO 2818 y deben incluirse en el informe del ensayo.

Si el espesor nominal es mayor de 1,1 mm, y en ausencia de especificaciones especiales en la aplicación correspondiente, el espesor de la probeta debe reducirse hasta 1,0 mm a 1,1 mm por mecanizado de una de las superficies únicamente.

Cuando se mecaniza la superficie de un laminado, las propiedades de absorción de agua influirán de tal manera que los resultados obtenidos no serán válidos. Por este motivo, las probetas deben ensayarse con su espesor original y sus dimensiones deben especificarse en el informe del ensayo.

### 6 CONDICIONES DE ENSAYO Y PROCEDIMIENTO OPERATORIO

#### 6.1 Generalidades

**6.1.1** Con determinados materiales puede ser necesario pesar las probetas en un pesasustancias (o recipiente adecuado).

**6.1.2** Pueden utilizarse otros procedimientos de secado diferentes a los descritos en los apartados de 6.3 a 6.6, mediante acuerdo entre las partes interesadas.

**6.1.3** Cuando la absorción de agua del material es mayor o igual al 1%, las probetas que se hayan pesado con una exactitud de  $\pm 1$  mg y aquéllas cuya masa sea constante en un intervalo de  $\pm 1$  mg son aceptables

## 6.2 Condiciones generales

**6.2.1** Las probetas se deben secar cuidadosamente antes de ser ensayadas. A una temperatura de 50 °C se necesita un periodo de tiempo de uno a diez días, la duración exacta dependerá del espesor de las probetas.

**6.2.2** El volumen de agua destilada utilizado debe ser, como mínimo, de 8 ml por centímetro cuadrado de superficie total de probeta, pero nunca inferior a 300 ml por probeta. Esto evitará que cualquier producto extraído se concentre excesivamente en el agua durante el ensayo.

**6.2.3** Se coloca cada juego de tres probetas en un recipiente separado (4.3) con las probetas completamente sumergidas en agua o expuestas a un 50% HR (método 4).

Cuando se ensayen varias probetas de la misma composición, se pueden colocar varios juegos de probetas en el mismo recipiente, con, al menos, 300 ml de agua por probeta. Sin embargo, en este caso, no es aceptable un contacto superficial significativo entre las probetas o con las paredes del recipiente y, por tanto, debe prevenirse.

NOTA Una rejilla de acero inoxidable puede ayudar a asegurar una distancia mínima de separación entre las probetas.

Para las probetas que tengan una densidad menor que el agua, se sumergen las probetas colocándolas en una cesta de rejilla fabricada con alambres de acero inoxidable unida a un lastre mediante un alambre de acero inoxidable. Se evita el contacto superficial del lastre con las probetas.

**6.2.4** Los tiempos de inmersión en agua se describen en los apartados 6.3 y 6.4. Sin embargo, pueden utilizarse tiempos más largos por acuerdo entre las partes interesadas. En estos casos, deben tomarse las siguientes precauciones:

- Si se ensaya en agua a 23 °C, debe agitarse una vez al día, como mínimo, por ejemplo, agitando el contenido del recipiente.
- Si se ensaya en agua en ebullición, se añade agua en ebullición, de vez en cuando, en cantidad suficiente para mantener el volumen.

**6.2.5** Durante el pesado, las probetas no deben absorber o ceder nada de agua. Por lo tanto se deben pesar inmediatamente después de ser tomadas del ambiente de exposición (y, si es necesario, se retira cualquier cantidad de agua de su superficie). Se debe tener especial cuidado en el caso de probetas finas y materiales con un coeficiente de difusión de agua elevado.

**6.2.6** En el caso de probetas de 1 mm de espesor y de materiales con un coeficiente de difusión de agua elevado, las primeras pesadas se deben llevar a cabo tras 2 h y 6 h.

## 6.3 Método 1: Determinación del contenido de agua absorbido después de la inmersión en agua a 23 °C

Se secan todas las probetas en una estufa (4.2), mantenida a  $(50 \pm 2)$  °C, durante al menos 24 h (véase 6.2.1) y se dejan enfriar hasta temperatura ambiente en el desecador (4.4) antes de pesar cada probeta con una aproximación de 0,1 mg. Este procedimiento se repite hasta que la masa de la probeta sea constante dentro de un intervalo de  $\pm 1$  mg (masa  $m_1$ ).

Se colocan las probetas en un recipiente (4.3) lleno de agua destilada, mantenida a  $23,0 \text{ °C} \pm 1,0 \text{ °C}$  o  $\pm 2,0 \text{ °C}$ , de acuerdo con la especificación pertinente. En ausencia de especificaciones, la tolerancia debe ser de  $\pm 1,0 \text{ °C}$ .

Tras la inmersión durante  $(24 \pm 1)$  h, se sacan las probetas del agua y se elimina cualquier resto superficial de agua con un paño limpio y seco ó con papel de filtro. Se pesan de nuevo las probetas aproximando al 0,1 mg dentro del 1 min siguiente a su extracción del agua (masa  $m_2$ ).

El contenido de agua en el punto de saturación se determina volviendo a sumergir las probetas y volviéndolas a pesar a intervalos de tiempo dados. Una escala de tiempos de inmersión típica es 24 h, 48 h, 96 h, 192 h, etc. A cada uno de estos intervalos ( $\pm 1$  h), se extraen las probetas del agua, se elimina el agua de toda la superficie y se pesa cada probeta con una aproximación de 0,1 mg dentro del 1 min siguiente a su extracción del agua (por ejemplo,  $m_{2/24 \text{ h}}$ ).

#### 6.4 Método 2: Determinación del contenido de agua absorbido después de la inmersión en agua en ebullición

Se secan todas las probetas en una estufa (4.2), mantenida a  $(50,0 \pm 2,0) ^\circ\text{C}$ , durante al menos 24 h (véase 6.2.1) y se dejan enfriar hasta temperatura ambiente en el desecador (4.4) antes de pesar cada probeta con una aproximación de 0,1 mg. Este procedimiento se repite hasta que la masa de la probeta sea constante dentro de un intervalo de  $\pm 0,1$  mg (masa  $m_1$ ).

Se colocan las probetas en un recipiente (4.3) lleno de agua destilada hirviendo, de tal forma que estén sujetas por uno de sus bordes y estén completamente sumergidas. Después de  $(30 \pm 2)$  min, se extraen las probetas del agua en ebullición y se dejan enfriar en agua destilada mantenida a temperatura ambiente. Después de que se hayan enfriado las probetas durante  $(15 \pm 1)$  min, se extraen del agua una por una. Se elimina el agua de toda la superficie con un paño seco, y se pesa cada probeta, inmediatamente, con una aproximación de 0,1 mg (masa  $m_2$ ). Si el espesor de las probetas es menor de 1,5 mm, aproximadamente, puede producirse la desorción de una cantidad de agua, pequeña, pero significativa durante la operación de pesada. En este caso, es preferible pesar las probetas en un pesasustancias.

El contenido de agua en el punto de saturación se determina volviendo a sumergir las probetas y volviéndolas a pesar a intervalos de tiempo dados de  $(30 \pm 2)$  min. Después de estos intervalos, se deben extraer las probetas del agua, se enfrían en agua destilada, se secan y se pesan como se ha descrito anteriormente.

Pueden formarse fisuras durante la repetición sucesiva de la inmersión y el secado. El número de ciclos a los cuales se han observado las fisuras debe anotarse en el informe del ensayo.

#### 6.5 Método 3: Determinación de las pérdidas de materia soluble en agua durante la inmersión

Cuando se conoce o se tiene la sospecha de que los materiales contienen cantidades apreciables de sustancias solubles en agua, es necesario corregir los resultados teniendo en cuenta la pérdida de materia soluble en agua durante el ensayo de inmersión. Para esto, después de la inmersión de acuerdo con los apartados 6.3 ó 6.4, se vuelven a acondicionar las probetas hasta conseguir una masa constante (masa  $m_3$ ) empleando los periodos de secado indicados en los apartados 6.3 y 6.4. Si tras este nuevo acondicionamiento, la masa  $m_3$  es inferior a la masa acondicionada  $m_1$ , la diferencia debe considerarse como las pérdidas de materia soluble en agua durante el ensayo de inmersión. Para estos materiales, el valor de la absorción de agua debe tomarse como la suma del aumento de masa siguiente a la inmersión y la masa de la materia soluble en agua.

#### 6.6 Método 4: Determinación del contenido de agua absorbida después de la exposición al 50% de humedad relativa

Se secan todas las probetas en una estufa (4.2), mantenida a  $(50,0 \pm 2,0) ^\circ\text{C}$ , durante al menos 24 h (véase 6.2.1), y se dejan enfriar hasta temperatura ambiente en el desecador (4.4) antes de pesar cada probeta con una aproximación de 0,1 mg. Este procedimiento se repite hasta que la masa de la probeta sea constante dentro de un intervalo de  $\pm 0,1$  mg (masa  $m_1$ ).

Se colocan las probetas en un recipiente o habitación que contenga aire con una humedad relativa del  $(50 \pm 5)\%$ , mantenida a  $23,0 ^\circ\text{C} \pm 1,0 ^\circ\text{C}$  o  $\pm 2,0 ^\circ\text{C}$ , de acuerdo con la especificación pertinente. En ausencia de especificaciones, la tolerancia debe ser de  $\pm 1,0 ^\circ\text{C}$ . Después de acondicionar las probetas durante  $(24 \pm 1)$  h, se vuelven a pesar aproximando hasta 0,1 mg (masa  $m_2$ ) dentro del 1 min posterior a su extracción del recipiente o de la habitación con aire a una humedad relativa de  $(50 \pm 5)\%$ .

El contenido de humedad en el equilibrio se mide por repetición de la exposición de las probetas al 50% de humedad relativa, seguido del mismo procedimiento de pesada y de los intervalos de tiempo dados en el método 1 (6.3).

### 7 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

#### 7.1 Porcentaje de masa de agua absorbida

Para cada probeta, se calcula el porcentaje de cambio en masa,  $c$ , relativa a la masa inicial empleando la fórmula

apropiada:

$$c = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100\%$$

o

$$c = \frac{m_2 - m_3}{m_1} \times 100\%$$

donde

$m_1$  es la masa de la probeta después de secado inicial y antes de la inmersión, en miligramos (mg);

$m_2$  es la masa de la probeta después de su inmersión, en miligramos (mg);

$m_3$  es la masa de la probeta después de la inmersión y el secado final, en miligramos (mg).

El resultado se expresa como media aritmética de los tres valores obtenidos en mismo tiempo de exposición.

NOTA En ciertas circunstancias, puede requerirse expresar el contenido de agua absorbida como porcentaje en masa con respecto a la probeta después del secado, empleando la siguiente fórmula:

$$c = \frac{m_2 - m_3}{m_3} \times 100\%$$

## 7.2 Determinación del contenido de agua en el punto de saturación y del coeficiente de difusión empleando las leyes de Fick

A temperaturas por debajo de la temperatura de transición vítrea del polímero húmedo, la absorción de agua de la mayoría de los polímeros (métodos 1, 3 y 4) se correlacionan bien por las leyes de Fick (véase el anexo A), y puede calcularse un coeficiente de difusión independiente del tiempo y de la concentración<sup>[1]</sup> tal como se describe en el siguiente ejemplo.

En este caso, el contenido de agua en el punto de saturación,  $c_s$ , así como el coeficiente de difusión,  $D$ , expresado en mililitros cuadrados por segundo ( $\text{mm}^2/\text{s}$ ), pueden determinarse mediante el ajuste de los datos experimentales a la ley de Fick para láminas<sup>[2,3]</sup> sin esperar que se alcance un valor de masa constante (véase el capítulo A.2).

El contenido de agua en el punto de saturación se expresa como  $c_s$  cuando las probetas se sumergen en agua de acuerdo con los métodos 1, 2 ó 3 y  $c_s$  (50%) cuando las probetas se exponen a aire con un contenido en humedad relativa del 50% (método 4). Los métodos gráficos pueden utilizarse para verificar el comportamiento de difusión conforme a la ley de Fick de las probetas, sustituyendo el valor de  $D$  calculado, por ejemplo, mediante un gráfico logarítmico que se ajuste a los datos teóricos o empleando un paquete informático comercialmente disponible que permita realizar este ajuste. Con el fin de verificar que la absorción de agua de un polímero presenta un comportamiento frente a la difusión conforme a la ley de Fick, los datos experimentales se tienen que tomar durante un periodo de tiempo mayor hasta que se alcance la concentración de equilibrio  $c_s$ .

La figura A.1 muestra una solución bastante exacta de la ley de Fick para láminas. Se ha encontrado un valor de la pendiente de 0,5 para

$$c \leq 0,51 c_s$$

o

$$c/c_s \leq 0,51$$

o

$$\frac{D \pi^2 t}{d^2} \leq 0,50$$

donde

$t$  es el tiempo de inmersión de la probeta en agua o en aire humidificado, en segundos;

$d$  es el espesor de la probeta, en milímetros.

En el caso en que se cumpla que

$$D \pi^2 t/d^2 \geq 5$$

se emplea el valor

$$c = c_s$$

En la tabla 1 se dan unos valores adicionales.

**Tabla 1 – Valores adimensionales teóricos de la ley de Fick para láminas**

$D \pi^2 t/d^2$	$c/c_s$
0	0
0,01	0,07
0,10	0,22
0,5	0,51
0,7	0,60
1,0	0,70
1,5	0,82
2,0	0,89
3,0	0,96
4,0	0,99
5,0	1,00

**EJEMPLO** Para el caso de un ensayo que se realiza hasta alcanzar la masa constante, después de realizar el ajuste de los datos experimentales al gráfico teórico, se toma la concentración experimental  $c_{70\%}$  a partir del cálculo  $c/c_s = 0,7$ , y se calcula:

$$c_s = \frac{c_{70\%}}{0,7}$$

donde  $c_s$  y  $c_{70\%}$  se expresan en miligramos por gramo o como porcentaje en masa.

El tiempo experimental  $t_{70}$  a  $c_{70\%}$  permite calcular el coeficiente de difusión,  $D$ , expresado en milímetros cuadrados por segundo ( $\text{mm}^2/\text{s}$ ), a partir de la siguiente fórmula

$$\frac{D \pi^2 t_{70}}{d^2} = 1$$

o

$$D = \frac{d^2}{\pi^2 t_{70}}$$

Si  $t_{70}$  viene dado en segundos,  $\pi^2$  tiene un valor aproximado de 10 y el espesor de una probeta plana es 1 mm, entonces:

$$D \approx \frac{1}{10 t_{70}}$$

NOTA Valores típicos de  $D$  para plásticos a 23 °C son  $10^{-6}$  mm<sup>2</sup>/s, que da un  $t_{70}$  de  $10^5$  s (o 1 día aproximadamente) con una probeta de 1 mm. Con este espesor, el tiempo de inmersión necesario para calcular  $c_s$  y  $D$  no excederá, normalmente, de una semana.

## 8 PRECISIÓN

Para los datos de precisión, véase el anexo B.

## 9 INFORME DEL ENSAYO

El informe del ensayo debe incluir la siguiente información:

- a) una referencia a esta norma internacional;
- b) todos los detalles necesarios para una identificación completa del material o del producto ensayado;
- c) el tipo de probeta empleado, su procedimiento de preparación, indicando si la probeta ha sido o no cortada, sus dimensiones, su masa inicial y, si es aplicable, su área superficial inicial y las condiciones de la superficie (por ejemplo, si está mecanizada o no);
- d) el método (1, 2, 3 ó 4) y el(los) periodo(s) de inmersión utilizado(s);
- e) la absorción de agua calculada mediante una o más de las maneras de expresar los resultados dadas en el capítulo 7, anotando la media y la desviación típica de los resultados (si los cálculos descritos en los apartados 7.1 y 7.2 dan un valor negativo para la absorción de agua, este hecho debe hacerse constar con claridad en el informe del ensayo);
- f) la absorción de agua en el punto de saturación,  $c_s$  o  $c_s$  (50%) a 23 °C, calculada de acuerdo con el apartado 7.2;
- g) el coeficiente de difusión a 23 °C, calculado de acuerdo con el apartado 7.2;
- h) cualquier incidente que pudiera haber afectado a los resultados;
- i) la(s) fecha(s) de ensayo.

## ANEXO A (Informativo)

CORRELACIÓN ENTRE LA ABSORCIÓN DE AGUA DE LAS PROBETAS  
Y LAS LEYES DE DIFUSIÓN DE FICK

## A.1 Generalidades

En aquellos casos donde la absorción de agua tiene correlación con las leyes de Fick, el contenido de agua en función del tiempo se puede expresar como una función del coeficiente de difusión  $D$  y la absorción de agua en el punto de saturación  $c_s$  de la siguiente forma:

$$c(t) = c_s - c_s \frac{8}{\pi^2} \sum_{k=1}^{20} \frac{1}{(2k-1)^2} \exp \left[ -\frac{(2k-1)^2 D \pi^2}{d^2} t \right] \quad (\text{A.1})$$

donde

$k = 1, 2, 3, \dots, 20$ ;

$d$  es el espesor de la probeta.

NOTA El uso de 20 sumandos se considera generalmente suficiente.

A.2 Determinación de  $D$  y  $c_s$  sin esperar a que se alcance la masa constante

Si se asume que hay correlación con las leyes de Fick, se puede suponer una dependencia lineal entre  $\lg(c(t)/c_s)$  y  $\lg(D \cdot t)$  aproximadamente cierta para el caso de valores pequeños (véase la figura A.1). Incluyendo los valores teóricos de la tabla 1, el coeficiente de difusión en el intervalo lineal se puede expresar como se indica a continuación:

$$\sqrt{D} \approx \frac{1}{c_s} \cdot \frac{d}{0,52 \pi} \cdot \frac{c(t)}{\sqrt{t}} \quad (\text{A.2})$$

donde

$c_s$  es la absorción de agua en el punto de saturación;

$d$  es el espesor de la probeta;

$t$  es el tiempo de exposición;

$c(t)$  es la absorción de agua medida en el tiempo  $t$ .

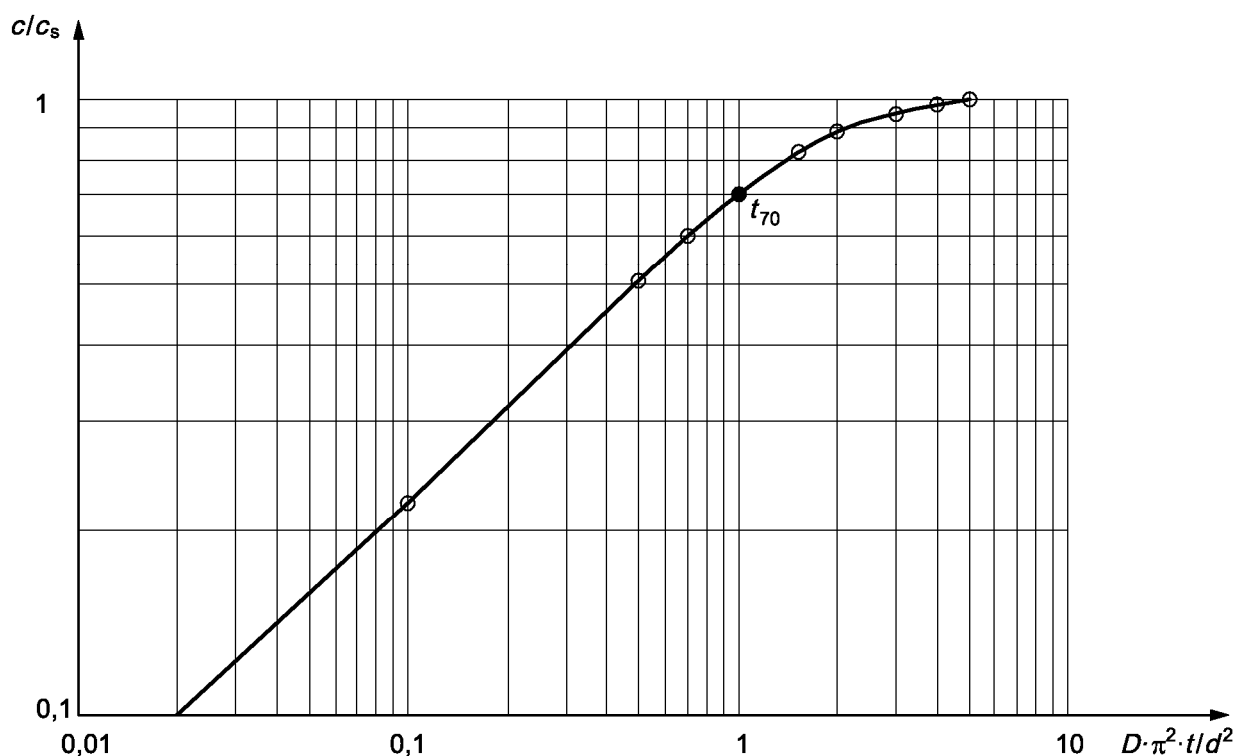
El valor  $c_s$  se puede estimar utilizando la ecuación (A.1) en combinación con herramientas gráficas o matemáticas<sup>1)</sup>.

1) Algunos métodos posibles son las curvas de ajuste, las herramientas numéricas y los programas informáticos comerciales.



### A.3 Verificación de la correlación con las leyes de difusión de Fick

Se observa un adecuado cumplimiento de la absorción de agua de una probeta de polímero con el comportamiento de difusión descrito por la ley de Fick si, después del punto de inflexión del gráfico  $c = f(t)$  a, aproximadamente,  $t_{70}$  (véase la figura A.1), los valores de  $c_s$  y  $D$  determinados mediante la ecuación de ajuste (A.1), los datos experimentales no cambian significativamente cuando aumenta el tiempo de inmersión hasta  $t_{\text{máx.}}$  ·  $t_{\text{máx.}}$  siendo el tiempo máximo experimental  $> t_{70}$ . Típicamente, la diferencia de  $c_s$  determinada a, aproximadamente,  $t_{70}$  frente a  $c_s$  determinada para  $t \rightarrow \infty$  es inferior al 10%. De forma análoga, la diferencia para  $D$  determinada a, aproximadamente,  $t_{70}$  frente a  $D$  determinado para  $t \rightarrow \infty$  es inferior al 20%.



**Figura A.1 – Absorción de agua  $c/c_s$  de láminas en función de la función adimensional  $D \pi^2 t/d^2$**   
**( $D$  = Coeficiente de difusión,  $t$  = tiempo de inmersión,  $d$  = espesor de la probeta)**

**ANEXO B (Informativo)****DECLARACIÓN DE PRECISIÓN****B.1 Ensayo inter-laboratorios (Round-robin test)**

Los datos de precisión están basados en un ensayo inter-laboratorios en el que han estado involucrados 16 laboratorios de cinco países distintos <sup>[4]</sup>. Se emplearon dos tipos de PMMA [PMMA normal y PMMA resistente a impacto (PMMA-IR)] y un tipo de PC. Las dimensiones de las probetas fueron 60 mm × 60 mm × 1 mm y 60 mm × 60 mm × 2 mm. Todos los materiales fueron preparados y distribuidos por un laboratorio.

**B.2 Secado de las probetas**

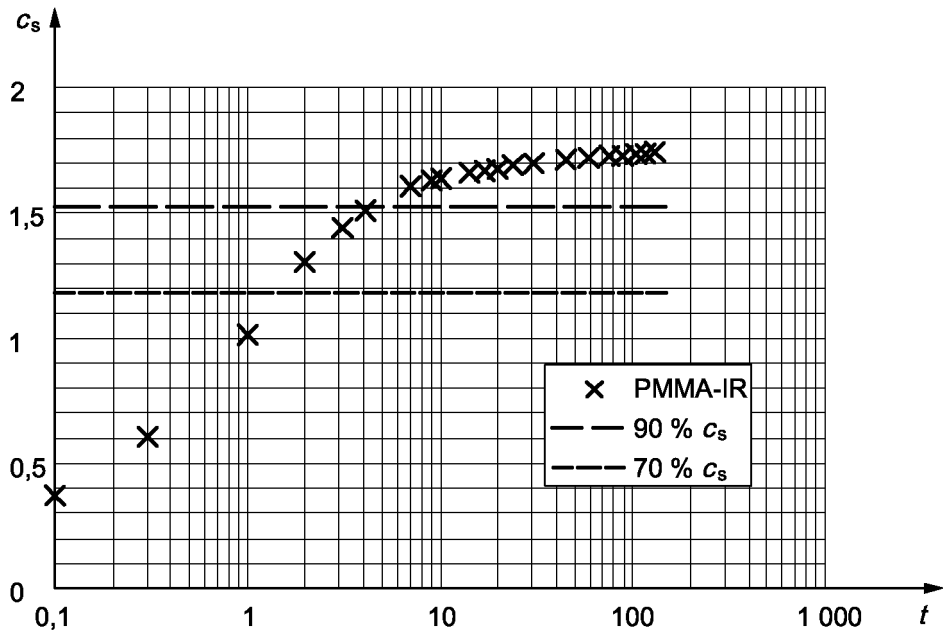
Para la mayoría de los materiales un periodo de acondicionamiento de  $t_{90}$ , correspondiente a la absorción o cesión de aproximadamente el 90% del contenido de agua que es capaz de alcanzar es una aproximación suficiente al equilibrio del contenido de humedad. Normalmente  $t_{90}$  es aproximadamente dos veces  $t_{70}$ . A 50 °C el periodo de secado es normalmente de uno a diez días, con una duración exacta que depende del coeficiente de difusión y del espesor de las probetas.

Para las probetas de PC de 1 mm de espesor, se utilizó un tiempo de secado de un día a 50 °C o dos o tres días a 23 °C en el ensayo inter-laboratorios. Para las probetas de PMMA de 2 mm de espesor se utilizaron tiempos de secado de 8 días a 50 °C o 30 días a 23 °C. En todos los casos las probetas fueron secadas hasta masa constante (con una aproximación de  $\pm 0,1$  mg).

**B.3 Determinación del contenido en agua absorbido tras la inmersión en agua a 23 °C (método 1)**

El contenido en agua se determinó tras diferentes tiempos de exposición. En la figura B.1 se muestran los datos experimentales de uno de los laboratorios.

Los datos de absorción de agua de 11 laboratorios se reunieron de acuerdo con lo indicado en el anexo A para determinar  $c_s$  y  $D$  para los tres materiales diferentes. En las tablas B.1 y B.2, respectivamente, se muestran los valores medios y las desviaciones estándar obtenidas.  $s_R$  indica la desviación estándar inter-laboratorios,  $R$  indica el 95% del límite de reproducibilidad. No se dispuso de los datos para determinar la desviación estándar intra-laboratorios (repetibilidad).



NOTA  $c_s$  es el contenido en agua expresado en % en masa.

Figura B.1 – Valores experimentales de contenido en agua de PMMA-IR (mostrando también el 70% y el 90% del valor  $c_s$ )

Tabla B.1 – Valor  $c_s$  ajustado a los valores experimentales de absorción de agua

Material	$c_s$ % en masa	$s_R$	$R$
PMMA	1,87	0,06	0,17
PMMA-IR	1,67	0,05	0,13
PC	0,340	0,009	0,025

Tabla B.2 – Valor  $D$  ajustado a los datos experimentales de absorción de agua

Material	$D$ $\text{mm}^2/\text{s}(\times 10^7)$	$s_R$	$R$
PMMA	5,2	1,0	2,7
PMMA-IR	7,7	0,6	1,6
PC	42	11	31

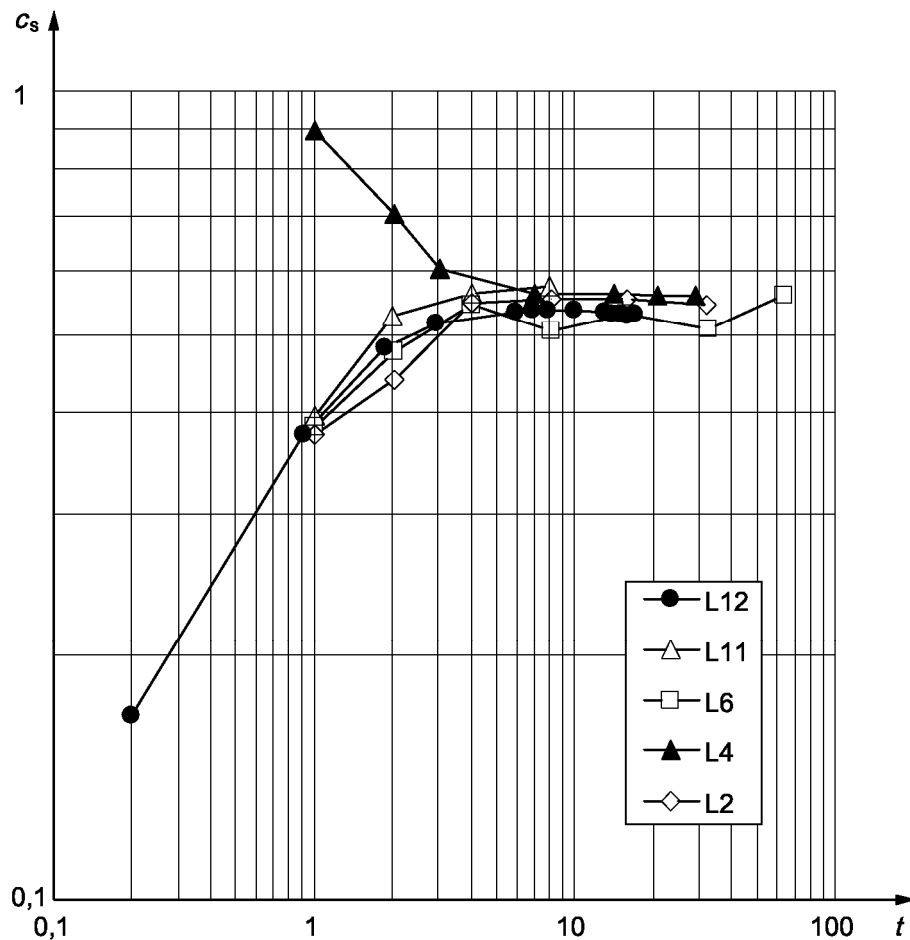
Se dispuso de datos aceptables tras 7 días, permitiendo una incertidumbre del 10% para  $c_s$  y del 30% para  $D$ . En general el ensayo se puede determinar tras  $t_{90}$ , a pesar de que en esa etapa el equilibrio aún no se habrá alcanzado.

Para el caso de probetas delgadas (1 mm) de materiales con valores  $D$  elevados, se necesita realizar varias pesadas en las primeras 24 h (por ejemplo, tras 2 h y tras 6 h).

#### B.4 Determinación de la cantidad de agua absorbida tras la exposición al 50% de humedad relativa (método 4)

El valor correcto de  $c_s$  para el PMMA normal a 50% HR parece estar dentro del intervalo de 0,5% en masa a 0,6% en masa. Este valor, así como los periodos de exposición que se requieren para alcanzar el equilibrio, es independiente del modo en que se alcanza la saturación, ya sea de seco a mojado como de mojado a seco.

Los datos para el PMMA-IR resistente al impacto se muestran en la figura B.2. Todos los participantes registraron un valor de  $c_s$  de 0,5% en masa a 0,6% en masa, de nuevo independiente del modo en el que se alcanzó la saturación.



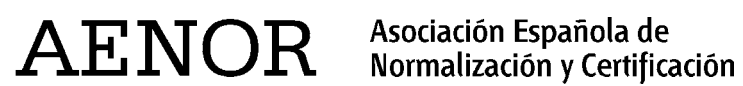
NOTA Contenido en agua  $c_s$  expresado en % en masa.

**Figura B.2 – Absorción de agua por probetas de 1 mm de espesor de PMMA-IR al 50% HR medida por cinco laboratorios diferentes (L2, L4, etc.)**

Para el caso del PC, las probetas de 1 mm de espesor alcanzaron muy rápidamente el punto de saturación de aproximadamente 0,15% en masa, de nuevo independientemente del modo en el que se alcanzó el punto de saturación.  $t_{70}$  fue de solo 5 a 8 h.

**BIBLIOGRAFÍA**

- [1] CRANK, J. and PARK, G.S., *Diffusion in Polymers*, 1968, Academic Press, London and New York.
- [2] KLOPFER, H., *Wassertransport durch Diffusion in Feststoffen*, 1974, Bau-Verlag, Wiesbaden and Berlin.
- [3] TAUTZ, H., *Wärmeleitung und Temperatenausgleich*, 1971, Akademie-Verlag, Berlin.
- [4] LEHMANN, J., Absorption of Water by PMMA and PC, *KU Kunststoffe plast Europe*, **91** (2001), 7.



Génova, 6  
28004 MADRID-España

[info@aenor.es](mailto:info@aenor.es)  
[www.aenor.es](http://www.aenor.es)

Tel.: 902 102 201  
Fax: 913 104 032