

ESTANDARIZACIÓN DE TÉCNICAS PARA LA CARACTERIZACIÓN QUÍMICA  
DE LOS PLASTIFICANTES USADOS EN LA PRODUCCIÓN DE BOTAS EN PVC  
PARA LA EMPRESA CROYDON COLOMBIA S.A.

LAURA BETANCOURT BETANCUR  
JUDY ALEJANDRA GARCÍA DUQUE

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ, D.C.  
2018

ESTANDARIZACIÓN DE TÉCNICAS PARA LA CARACTERIZACIÓN QUÍMICA  
DE LOS PLASTIFICANTES USADOS EN LA PRODUCCIÓN DE BOTAS EN PVC  
PARA LA EMPRESA CROYDON COLOMBIA S.A.

LAURA BETANCOURT BETANCUR  
JUDY ALEJANDRA GARCÍA

Proyecto integral de grado para optar por el título de  
INGENIERO QUÍMICO

Asesor  
FREDY RAMÍREZ  
Ingeniero Químico

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ, D.C.  
2018

Nota de aceptación

---

---

---

---

---

---

---

Firma del presidente del jurado

---

Firma del jurado

---

Firma del Jurado

Bogotá D.C., Junio de 2018

## **DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD**

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

**Dr. JAIME POSADA DÍAZ**

Vicerrector de Desarrollo y Recursos Humanos

**Dr. LUIS JAIME POSADA GARCÍA – PEÑA**

Vicerrectora Académica y de Posgrados

**Dra. ANA JOSEFA HERRERA VARGAS**

Secretario General

**Dr. JUAN CARLOS POSADA GARCÍA – PEÑA**

Decano Facultad de Ingeniería

**Dr. JULIO CÉSAR FUENTES ARISMENDI**

Director Programa Ingeniería Química

**DR. LEONARDO DE JESÚS HERRERA GUTIÉRREZ**

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

## **DEDICATORIA**

Dedicamos este trabajo a Dios que guía nuestro camino y llena nuestra vida, que su fortaleza y sus bendiciones sean con nosotras para poder alcanzar las metas y sueños que están en nuestro corazón. A nuestros padres por darnos amor y ser nuestro apoyo incondicional en cada etapa de este proceso que está próximo a culminar. A nuestra familia, la cual ha visto todo el esfuerzo y entrega que hemos desarrollado durante la realización de este proyecto. A nuestros compañeros y profesores que estuvieron con nosotras en cada momento de esta etapa universitaria, quienes nos brindaron sus enseñanzas y experiencias de vida.

## **AGRADECIMIENTOS**

Queremos agradecer al ingeniero químico de CROYDON COLOMBIA S. A, por brindarnos la oportunidad de realizar este proyecto y por la colaboración al momento de brindarnos la información necesaria para que este se llevara a cabo. A la Universidad de América, al Departamento de Ingeniería Química y a sus profesores por todo lo que aprendí, y en especial por la formación que nos brindaron, gracias a todo lo aprendido, podemos culminar esta etapa de la vida.

## CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	23
OBJETIVOS	23
1. MARCO TEÓRICO	25
1.1 RESEÑA HISTÓRICA DE CROYDON COLOMBIA S.A	25
1.2 RESINA PVC	26
1.2.1 Efecto de la plastificación.	27
1.3 PLASTIFICANTES POLIMÉRICOS	28
1.3.1 Teoría de la plastificación	29
1.3.1.1 Teoría del volumen libre	29
1.3.2 Plastificantes para PVC	30
1.3.2.1 Tipos de plastificantes	30
1.3.3 Dioctil ftalato (DOP)	31
1.3.4 Ftalatos	33
1.4 CARACTERIZACIÓN FISICOQUIMICA DE PLASTIFICANTES	35
1.4.1 Densidad Relativa	35
1.4.2 Viscosidad	37
1.4.3 Número Acido.	39
1.4.4 Contenido de éster	39
1.5 ESTANDARIZACIÓN: NTC 3305	39
1.5.1 Diagnóstico	39
1.5.1.1 Etapa preliminar a la estandarización	39
1.5.2 Muestreo y evaluación	40
1.5.3 Análisis Estadístico	40
1.5.3.1 Repetibilidad y reproducibilidad	40
1.5.4 Evaluación del desempeño de la técnica.	42
1.5.4.1 Metodología de la estandarización	42
1.5.5 Procedimientos Operativos Estándar	43
2. DIAGNÓSTICO	44
2.1 SITUACIÓN	44
2.1.1 Normatividad existente en CROYDON COLOMBIA S.A.	45
2.1.2 Condiciones del laboratorio.	46
2.1.3 Acciones correctivas a los requisitos incumplidos	52
2.1.4 Situación actual de los equipos	54
2.1.4.1 Densidad relativa	53
2.1.4.2 Viscosidad	55
2.1.5 Mantenimiento de los equipos	56
2.1.6 Metodología	57

2.1.6.1	Densidad Relativa	57
2.1.6.2	Viscosidad.	58
2.1.7	Vidriería	58
2.1.8	Listado de reactivos.	60
2.2	ALCANCE DE LAS TÉCNICAS	63
2.3	NORMATIVIDAD A IMPLEMENTAR	64
2.3.1	Determinación de normatividad	64
2.3.2	Alcance	64
2.3.3	Número ácido	64
2.3.4	Contenido de éster	65
2.3.5	Índice de refracción	65
2.3.6	Contenido de agua	65
2.3.7	Color.	66
2.3.8	Densidad Relativa	66
3.	ESTANDARIZACIÓN DE LAS TÉCNICAS QUÍMICAS SELECCIONADAS A PARTIR DE LA NORMA NTC3305	68
3.1	NÚMERO ÁCIDO	68
3.1.1	Estandarización de KOH mediante un patrón primario	68
3.1.1.1	Reactivos	68
3.1.1.2	Preparación patrón primario (ftalato de potasio)	68
3.1.1.3	Preparación disolución de KOH en etanol 0,01M	69
3.1.1.4	Aplicación de la estandarización.	70
3.1.1.5	Cálculo de Molaridad del KOH	72
3.1.2	Análisis del blanco (Etanol).	73
3.1.3	Análisis de DOP	75
3.1.3.1	Preparación de las muestras a titular	77
3.1.3.2	Resultados técnica número ácido	78
3.1.4	Cálculos estadísticos	82
3.1.4.1	Análisis de resultados.	86
3.2	CONTENIDO DE ÉSTER	87
3.2.1	Estandarización de KOH mediante un patrón primario	87
3.2.1.1	Reactivos	87
3.2.1.2	Preparación patrón primario (ftalato de potasio)	87
3.2.1.3	Preparación disolución de KOH en etanol 0,5M	88
3.2.1.4	Aplicación de la estandarización	89
3.2.1.5	Preparación disolución de HCL en agua destilada 0,5M	92
3.2.1.6	Determinación de la molaridad del HCL 37%	92
3.2.1.7	Cálculo del volumen a tomar de HCl 37% (12M)	92
3.2.1.8	Estandarización de HCl 0.5M	93
3.2.1.9	Cálculo de molaridad solución HCl	94
3.2.2	Análisis del blanco (solución de KOH en etanol)	96
3.2.3	Análisis del DOP, determinación del contenido de éster	96
3.2.4	Montaje	98
3.2.5	Resultados aplicación de la técnica.	98

3.2.6 Cálculos estadísticos.	103
3.2.6.1 Análisis de los resultados	106
4. ELABORACIÓN DE LOS PROCEDIMIENTOS OPERATIVOS	107
5. CONCLUSIONES	108
6. RECOMENDACIONES	¡Error! Marcador no definido.109
BIBLIOGRAFIA	110
ANEXOS	

## LISTA DE CUADROS

	pág.
<b>Cuadro 1:</b> Ftalatos comerciales	32
<b>Cuadro 2:</b> Repetibilidad y Reproducibilidad	41
<b>Cuadro 3.</b> Normatividad vigente en CROYDON COLOMBIA para plásticos	45
<b>Cuadro 4.</b> Normatividad interna de CROYDON COLOMBIA S.A. para plastificantes	46
<b>Cuadro 5.</b> Chequeo norma NTC 17025	46
<b>Cuadro 6:</b> Acciones correctivas a los requisitos incumplidos.	53
<b>Cuadro 7:</b> Equipos usados para determinar la densidad relativa.	54
<b>Cuadro 8:</b> Equipos usados para determinar la viscosidad	56
<b>Cuadro 9.</b> Mantenimiento de equipos Croydon Colombia S.A.	57
<b>Cuadro 10</b> Información de reactivos a usar en técnicas a implementar.	60
<b>Cuadro 11.</b> Alcance de las técnicas.	63
<b>Cuadro 12.</b> Evaluación de las técnicas.	66
<b>Cuadro 13.</b> Reactivos para la estandarización del KOH mediante el patrón primario.	68
<b>Cuadro 14.</b> Preparación de 3 ensayos del estándar primario con disolución KOH en etanol (0,01M)	70
<b>Cuadro 15.</b> Estándar primario neutralizado en los tres ensayos.	72
<b>Cuadro 16.</b> Reactivos análisis del blanco (etanol).	74
<b>Cuadro 17.</b> Preparación de las muestras a titular	77
<b>Cuadro 18.</b> Reactivos usados en la estandarización de disolución de KOH en etanol mediante patrón primario en la técnica contenido éster.	87
<b>Cuadro 19.</b> Preparación estándar primario para KOH	89
<b>Cuadro 20.</b> Estándar primario neutralizado.	90
<b>Cuadro 21.</b> Montaje para la titulación del patrón primario para HCl	93
<b>Cuadro 22:</b> Estándar primario neutralizado en contenido de éster	94
<b>Cuadro 23.</b> Reactivos análisis del blanco.	96
<b>Cuadro 24.</b> Resultados contenido éster.	99

## LISTA DE DIAGRAMAS

	<b>pág.</b>
<b>Diagrama 1.</b> Procedimiento técnica densidad relativa	35
<b>Diagrama 2.</b> Procedimiento técnico de viscosidad	37
<b>Diagrama 3.</b> Metodologías técnicas seleccionadas	43
<b>Diagrama 4.</b> Diagrama estándar primario ftalato de potasio	69
<b>Diagrama 5.</b> Preparación de la solución a estandarizar	70
<b>Diagrama 6.</b> Procedimiento de técnica número ácido	75
<b>Diagrama 7.</b> Procedimiento de técnica contenido éster	97

## LISTA DE ECUACIONES

	<b>pág.</b>
<b>Ecuación 1:</b> Ecuación para la desviación estándar muestral.	42
<b>Ecuación 2.</b> Determinación de la molaridad	72
<b>Ecuación 3.</b> Calculo de moles de KOH Titulación N° 1.	73
<b>Ecuación 4.</b> Calculo de moles de KOH Titulación N°2.	73
<b>Ecuación 5.</b> Calculo de moles de KOH Titulación N°3.	73
<b>Ecuación 6:</b> Número Ácido.	76
<b>Ecuación 7.</b> Determinación número ácido.	82
<b>Ecuación 8.</b> Rango de los datos.	84
<b>Ecuación 9.</b> Rango promedio.	84
<b>Ecuación 10.</b> Rango promedio de todos los rangos.	85
<b>Ecuación 11.</b> Determinación del porcentaje de repetibilidad.	85
<b>Ecuación 12.</b> Promedio de cada estudiante.	86
<b>Ecuación 13.</b> Determinación de la reproducibilidad de los datos.	86
<b>Ecuación 14.</b> Porcentaje de relación repetibilidad y reproducibilidad	86
<b>Ecuación 15.</b> Calculo de masa del KOH (KOH representan 85% de pureza)	88
<b>Ecuación 16.</b> Determinación de masa para asegurar el 100% de pureza de KOH.	88
<b>Ecuación 17:</b> Determinación de moles de KOH.	90
<b>Ecuación 18.</b> Determinación de la molaridad	90
<b>Ecuación 19.</b> Moles de KOH Titulación N°1.	91
<b>Ecuación 20.</b> Moles de KOH Titulación N°2.	91
<b>Ecuación 21.</b> Moles de KOH Titulación N°3.	91
<b>Ecuación 22.</b> Promedio de titulaciones.	91
<b>Ecuación 23.</b> Determinación de la molaridad del HCl 37%.	92
<b>Ecuación 24.</b> Determinación de concentraciones y volúmenes.	92
<b>Ecuación 25.</b> Cálculo de V1.	93
<b>Ecuación 26</b> Determinación de moles de HCl	95
<b>Ecuación 27.</b> Calculo de moles de HCl Titulación N°1.	95
<b>Ecuación 28.</b> Calculo de moles de HCl Titulación N°2.	95
<b>Ecuación 29.</b> Cálculo de moles de HCl Titulación N°3	95
<b>Ecuación 30.</b> Promedio de las molaridades obtenidas en las 3 titulaciones.	96
<b>Ecuación 31.</b> Índice de saponificación	97
<b>Ecuación 32.</b> Cálculo de contenido de éster.	102
<b>Ecuación 33.</b> Determinación de moles iniciales KOH	102
<b>Ecuación 34.</b> Determinación de moles de HCl necesarias titular	102
<b>Ecuación 35.</b> Determinación de moles de KOH usadas en la saponificación.	102
<b>Ecuación 36.</b> Determinación de rango de valores.	104

<b>Ecuación 37.</b> Cálculo del promedio.	105
<b>Ecuación 38.</b> Cálculo de porcentaje de reproducibilidad.	105
<b>Ecuación 39.</b> Relación porcentaje de repetibilidad y reproducibilidad	106

## LISTA DE GRÁFICAS

	<b>pág.</b>
<b>Gráfica 1.</b> Volumen del blanco de referencia (etanol) vs pH.	75
<b>Gráfica 2.</b> Volumen KOH Vs pH.	79
<b>Gráfica 3.</b> Curva de absorbancia para el plastificante DOP	80
<b>Gráfica 4.</b> Volumen de HCl Vs pH en contenido de éster.	100

## LISTA DE FIGURAS

	<b>pág.</b>
<b>Figura 1.</b> Estructura química del policloruro de vinilo.	27
<b>Figura 2.</b> Proceso de plastificación	29
<b>Figura 3.</b> Estructura química del DOP	32
<b>Figura 4:</b> Isómeros de Ftalatos	33
<b>Figura 5.</b> Longitud de onda de máxima absorbancia con su respectivo color absorbido y su color observado.	80
<b>Figura 6.</b> Esterificación del ácido 1,2 bencenodicarboxílico.	82
<b>Figura 7:</b> Montaje contenido de éster.	98
<b>Figura 8.</b> Reacción de Contenido de Ester.	101

## LISTA DE TABLAS

	<b>pág.</b>
<b>Tabla 1:</b> Propiedades físicas y químicas de los ftalatos.	34
<b>Tabla 2.</b> Material requerido para desarrollo de técnicas	67
<b>Tabla 3:</b> Preparación de disolución del KOH en etanol 0,01M.	69
<b>Tabla 4.</b> KOH consumido en cada una de las 3 titulaciones	71
<b>Tabla 5.</b> Relación volumen disolución KOH en etanol y pH.	74
<b>Tabla 6.</b> Resultados pruebas número acido.	78
<b>Tabla 7.</b> Volumen en ml vs la absorbancia de la solución.	81
<b>Tabla 8.</b> Análisis estadístico: repetibilidad y reproducibilidad.	83
<b>Tabla 9.</b> Constantes estadísticas.	85
<b>Tabla 10.</b> Preparación KOH en etanol	88
<b>Tabla 11.</b> Titulaciones contenido de éster.	89
<b>Tabla 12.</b> Titulaciones de la disolución 0,5M de KOH en etanol.	94
<b>Tabla 13.</b> Titulación del blanco KOH 0.5 M	96
<b>Tabla 14</b> Análisis cambio de pH para la primera repetición.	100
<b>Tabla 15.</b> Rango y rango medio de los datos.	104
<b>Tabla 16.</b> Constantes estadísticas.	104

## LISTA DE ANEXOS

	<b>pág.</b>
<b>ANEXO A.</b> Certificado de calidad Carboquímica	113
<b>ANEXO B.</b> Protocolos de estandarización	

## LISTA DE ABREVIATURAS

<b>CS:</b>	Carbonato de sodio
<b>DBM:</b>	Dibutilmaleato
<b>DOA:</b>	Diociladipato
<b>DOM:</b>	Dimetoxianfetamina
<b>DOP:</b>	Diocil ftalato
<b>FT:</b>	Ftalato de potasio.
<b>mL:</b>	Mililitros
<b>PVC:</b>	Policloruro de vinilo

## GLOSARIO

**ANALITO:** cantidad particular sometida a medición.

**CALIBRACIÓN:** es la medición que se genera para comparar los valores obtenidos por un instrumento de medición con base a un patrón de referencia.

**CONTROL DE CALIDAD DEL PLASTIFICANTE:** son los análisis organolépticos, físicos, químicos y microbiológicos realizados a los plastificantes en cualquier punto de la red de distribución.

**DOP (dioctil ftalato):** es un líquido aceitoso, comúnmente transparente. El cual es soluble en la mayoría de los solventes orgánicos comunes y es miscible en aceites minerales, como los del etanol, y los de éter, aunque es insoluble en agua.

**ESTANDARIZACIÓN:** confirmación mediante examen y provisión de evidencias objetivas que demuestra que un método analítico cumple los requisitos particulares para un uso específico, en el laboratorio. Sirve para demostrar que los procedimientos realizados son adecuados para el fin propuesto.

**EXACTITUD:** es la cualidad de un instrumento de medida por la que tiende a dar lecturas próximas al verdadero valor de la magnitud medida. En otras palabras, es el grado de confiabilidad de un valor indicado a un valor estándar o valor ideal, considerando este valor ideal como si fuera el verdadero.

**MUESTREO:** es una herramienta de la investigación científica, cuya función básica es determinar qué parte de una población debe examinarse, con la finalidad de hacer inferencias sobre dicha población.

**PATRÓN PRIMARIO:** también llamado estándar primario es una sustancia utilizada en química como referencia al momento de hacer una valoración o estandarización. Usualmente son sólidos que cumplen con las siguientes características: composición conocida, elevada pureza, estable a temperatura ambiente, No debe reaccionar con los componentes del aire, debe reaccionar rápida y estequiométricamente con el titulante y debe tener un peso equivalente grande.

**PLASTIFICANTE:** es una sustancia que se incorpora a un material plástico o elastómero para aumentar su flexibilidad y facilitar su transformación. Un plastificante puede reducir la viscosidad del fundido, rebajar la temperatura de transición vítrea o disminuir el módulo elástico del fundido. Esta definición pone de manifiesto las múltiples funciones que puede desarrollar un plastificante en un sistema polímero- plastificante.

**POLICLORURO DE VINILO (PVC):** es el producto de la polimerización del monómero de cloruro de vinilo. Es el derivado del plástico más versátil.

**PUREZA:** es el porcentaje efectivo de reactivo puro en la masa total. La mayoría de los reactivos tienen impurezas.

**REACTIVOS:** son aquellas sustancias que interactúan con otras en una reacción química y que dan lugar a otras sustancias de propiedades, características y conformación distinta, denominadas productos de reacción o simplemente productos.

**REPETIBILIDAD:** capacidad que se tiene de repetir de manera uniforme la misma medición en la misma pieza.

**REPRODUCIBILIDAD:** capacidad de un sistema de medición, para reproducir de manera uniforme la misma medición en la misma pieza.

**TITULACIÓN:** son empleadas para determinar concentraciones de sustancias químicas con precisión y exactitud. Se lleva a cabo gracias a la reacción que ocurre entre ácidos y bases, formando sales y agua. Intervienen tres agentes o medios: el titulante, el titulado (o analito) y el indicador.

## RESUMEN

La empresa CROYDON COLOMBIA S.A. utiliza plastificantes DOP para la fabricación de botas en PVC, y les realiza a éstos pruebas de carácter físico para tener un referente frente a lo que la ficha técnica del plastificante provee. Con el tiempo la empresa ha evidenciado la carencia de pruebas para la caracterización química de los plastificantes y una estandarización de las metodologías usadas en éstas, buscando con esta implementación un seguimiento más detallado en sus procesos productivos y reflejando éste un aumento en la calidad de sus productos.

Para la implementación de las metodologías fue necesario un estudio del laboratorio, de sus implementos, reactivos y de la normatividad que se iba a seguir para lograr la implementación. La estandarización de las técnicas químicas (número ácido y contenido de éster) complementó el control de calidad con el que ya contaba la empresa permitiendo que éste sea más exhaustivo y así se disminuyan las posibles fallas que se puedan generar en el producto final.

**PALABRAS CLAVE:** Estandarización, PVC, DOP, metodologías, Plastificante

## INTRODUCCIÓN

En el siguiente trabajo se desarrolla la estandarización de metodologías para caracterizar químicamente el plastificante DOP usado por la empresa CROYDON COLOMBIA S.A. con la finalidad de que se mejore el control de calidad en la misma. La implementación de las metodologías (número ácido y contenido de éster) surge debido a la carencia de pruebas químicas que permitan tener un comparativo con lo dado por el proveedor y de esta manera la empresa pueda hacer un control más exhaustivo de la materia prima usada.

Para el desarrollo de las metodologías se usó la norma NTC 3305 en donde se abordan los procedimientos que permitirán confirmar por medio de evidencias objetivas que demuestran que estas técnicas analíticas cumplen con todos los requisitos particulares para un uso específico en el laboratorio. Además, se usó la norma NTC 1964 la cual sirve para demostrar que los resultados obtenidos son adecuados para el fin propuesto.

Por otra parte, para poder evidenciar las diferencias existentes en los resultados obtenidos en las diferentes técnicas con respecto a las técnicas de referencia, se realizaron pruebas estadísticas, considerando una distribución normal de los datos a partir de un análisis de rango y promedio, determinando así la repetibilidad y reproducibilidad de las técnicas.

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL**

Estandarizar las metodologías químicas para el control de calidad del plastificante usado en la producción de botas en PVC para la empresa CROYDON COLOMBIA S.A.

### **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

1. Seleccionar la normatividad y metodología de caracterización química para cumplir con las condiciones operativas y el equipamiento de la empresa.
2. Establecer los métodos de las técnicas químicas con el fin de clarificar la metodología propuesta por la norma.
3. Evaluar la repetibilidad y reproducibilidad de las metodologías planteadas para establecer su desempeño.
4. Elaborar los procedimientos operativos estándar de cada metodología realizada.

## **1. MARCO TEÓRICO**

### **1.1 RESEÑA HISTÓRICA DE CROYDON COLOMBIA S.A.**

Croydon Colombia S.A. es una compañía con 65 años de antigüedad en el sector de fabricación y comercialización de zapatos. Actualmente cuenta con 3 marcas propias Discovery (zapatos para el público juvenil), gomosos (zapatos para el público infantil) y workman (zapatos para el sector industrial).

La historia de la empresa se inicia el primero de octubre de 1937, cuando los hermanos Ernesto y Max Leupin y, Eric y Antony Straessle, decidieron unir sus esfuerzos y formar una organización con el nombre de CROYDON COLOMBIA S.A. En vista que recibieron numerosos pedidos de América latina, especialmente, de Colombia Leupin- gerente general y presidente de la Empresa, viajaron a Colombia en 1936 y firma un acuerdo con el gobierno colombiano, para suministrar a las fuerzas armadas, abrigos y capotes para los miembros. A su regreso a Montreal los socios decidieron establecerse en nuestro país, ya que este les ofrecía un enorme potencial económico.

La compañía inicia labores en la ciudad de Cali (Valle del Cauca), dos años más tarde, logra ensanchar y adquirir maquinaria para el encauchado de telas. Hasta ese momento, los textiles encauchados eran importados a precios elevados.

En 1941, luego de recuperarse de un gran incendio, que arrasó con gran parte de las instalaciones y materias primas, los científicos de CROYDON, lograron producir con cauchos chocoanos el denominado CAMELBACK, banda de caucho para reencauchar llantas, lo que les permitió mantener a flote el transporte nacional en la crítica emergencia originada por la segunda conflagración mundial.

La producción de calzado solo se inició en 1942 y un año más tarde se adelantaron negociaciones con la firma americana RUBBER EXPORT Co, hoy conocida con el nombre de UNIROYAL INC., tercera compañía más grande en la industria mundial del caucho. El objetivo en ese momento fue utilizar la tecnología de UNIROYAL y la fuerte inversión de capital que ésta ofrecía, a fin de diversificar su producción. Por tal motivo, para 1945 se produjeron más de 100 artículos diferentes, incluyendo la amplia línea de calzado y repuestos industriales.

Durante 1954 se inicia la construcción en Cali de una moderna fábrica de llantas. En mayo del año siguiente se fabricó la primera llanta UNIROYAL en Colombia y en julio, del mismo año, se inauguró la fábrica.

Durante 1980, la UNIROYAL decidió vender la planta productora de llantas, ubicada en la ciudad de Cali, a la corporación financiera del valle. En esta década, se importó moderna tecnología, diversificó sus líneas de calzado deportivo especializado,

multiplicó la producción y los mercados nacionales y extranjeros; exportó calzado que alcanzó renombre en los Estados Unidos, Canadá, Europa, Japón, América Latina, entre otros.

A raíz de la gran apertura económica que se estaba viviendo en ese momento y al ingreso al país de productos manufacturados especialmente en el renglón de calzado y textiles; en ese momento CROYDON S.A. pierde competitividad con sus productos y entra en una disminución de sus producción y ventas, lo que la obliga a entrar en liquidación obligatoria; SYX FOOTWEAR S.A., empresa comercializadora, firma contratos de licencia de uso de marcas en 1996 con CROYDON con el fin de mantener la perpetuidad de las marcas, entre las cuales se destacan La Macha, Machita, Feminela, Argyll, Croydon y Discovery.

Las actividades comerciales y de fabricación se iniciaron en Canadá, cuando sus fundadores aun vivían allí, Ernesto Leupin poseía una empresa especializada en la importación de abrigos denominados “trincheras”, procedentes de Bélgica. Corriendo el año de 1992 adquiere una fábrica en Canadá y se dedica a la manufacturación de abrigos bajo el nombre de CROYDON MANUFACTURING COMPANY, es en esta época cuando Anthony Straessle se une a Ernesto Leupin. Con la segunda guerra mundial la importación de caucho natural, procedente del medio oriente, se hizo imposible; por lo tanto, Ernesto Leupin y Eric Straessle, decidieron internarse en las selvas colombianas, para encontrarlo. En asocio del gobierno nacional empezaron a proveer al país de artículos industriales, como tacones y suelas para las fuerzas armadas.

## **1.2 RESINA PVC**

El policloruro de vinilo (PVC), es un polímero obtenido de dos materias primas naturales cloruro de sodio o sal común (NaCl) (57%) y petróleo o gas natural (43%), por lo tanto, es menos dependiente de recursos no renovables que otros plásticos. El PVC se presenta en su forma original como un polvo blanco, amorfo y opaco<sup>1</sup>.

La resina que resulta de esta polimerización es la más versátil de la familia de los plásticos; pues además de ser termoplástica, a partir de ella se pueden obtener productos rígidos y flexibles. A partir de procesos de polimerización, se obtienen compuestos en forma de polvo o pellet, plastisoles, soluciones y emulsiones. Es uno de los polímeros más estudiados y utilizados por el hombre para su desarrollo y confort, dado que por su amplia versatilidad es utilizado en áreas tan diversas como la construcción, energía, salud, preservación de alimentos y artículos de uso diario, entre otros.

---

<sup>1</sup> POLVOLENO. Policloruro de Vinilo (PVC). [En línea]. 2017. [10 de Abril de 2017]. Disponible:<http://www.polvoleno.com/descargas/productos/polpvcop.pdf>. p. 7.

**Figura 1.** Estructura química del policloruro de vinilo.



**Fuente:** POLVOLENO. Policloruro de Vinilo (PVC). [En línea]. 2017. [10 de Abril de 2017]. Disponible en: <http://www.polvoleno.com/descargas/productos/polpvcop.pdf>. p. 2.

Además de su gran versatilidad, el PVC es la resina sintética más compleja y difícil de formular y procesar, pues requiere de un número importante de ingredientes y un balance adecuado de éstos para poder transformarlo al producto final deseado.

La clasificación de los plásticos por su estructura interna se divide en tres grupos: termoplásticos, termoestables y elastómeros.

- **Termoplásticos.** Son aquellos que, por su estructura interna, formada por cadenas lineales, se desarmen fácilmente con el calor y se reconstruyen al enfriarse, pueden fundirse y volver a fabricarse muchas veces. Tienen buena capacidad para el reciclado. Se ablandan con el calor, pudiéndose moldear con nuevas formas que se conservan al enfriarse. Es debido a que las macromoléculas están unidas por débiles fuerzas que se rompen con el calor.
- **Termoestables.** Son aquellos que, por su estructura interna, formada por cadenas entrecruzadas, se degradan con el calor antes de que el plástico se funda, solo pueden fundirse y fabricarse una vez. Poca capacidad de reciclado.
- **Elastómeros.** Son un tipo de termoestables, con lo cual solo pueden fundirse una vez, pero debido a su estructura interna con cadenas ramificadas, presentan un elevado grado de elasticidad. Plásticos que se caracterizan por su gran elasticidad, adherencia y baja dureza. Estructuralmente son intermedios entre los termoplásticos y los termoestables<sup>2</sup>.

**1.2.1 Efecto de la plastificación.** Según Polvoleno, el PVC tiene la ventaja de poder combinarse con plastificantes como ningún otro plástico. Para producir este versátil plástico el polímero de cloruro de vinilo se combina con plastificante,

<sup>2</sup> XUNTA DE GALICIA. UD: 5. Materiales plásticos. [En línea]. 2017. [10 de Abril de 2017]. Disponible: <http://www.edu.xunta.gal/centros/iessantomefreixeiro/system/files/plastico.pdf>.

estabilizador, relleno o carga y otros aditivos que dependen de las propiedades deseadas y del proceso que se utilice.

Las propiedades de los productos vinílicos flexibles dependen de los aditivos que contienen. Cuando estos se dispersan adecuadamente en la matriz polimérica del PVC, no alteran la estructura molecular de los productos pero sí modifican sus propiedades y su comportamiento en el proceso. Aproximadamente el 60 % de todos los aditivos para plásticos se usa en el PVC flexible.

Los efectos que produce un plastificante sobre una resina son los siguientes<sup>3</sup>.

- Hace más flexible el material.
- Incrementa la elongación y reduce la fuerza tensil.
- Reduce la viscosidad de las soluciones con polímeros, haciéndolas más manejables.
- Facilita la dispersión de otros aditivos.
- Afecta la conductividad eléctrica.
- Aumenta la velocidad de biodegradación.
- Mejora las propiedades ópticas del material haciéndolo más homogéneo.

### 1.3 PLASTIFICANTES POLIMÉRICOS

Los plastificantes son sustancias que cuando se incorporan a un material incrementan diferentes propiedades, como es el caso de la flexibilidad y la viscosidad de la resina a la temperatura del proceso.

Los plastificantes son sustancias orgánicas inertes, generalmente de alto peso molecular con bajas presiones de vapor, que comúnmente son ésteres de ácidos carboxílicos o del ácido fosfórico, los cuales interactúan físicamente con resinas poliméricas para formar una mezcla físicamente homogénea, procedimiento que se hace por disolución e hinchamiento, entre otros.

Para incorporar el plastificante a la resina y obtener las propiedades funcionales y deseadas se emplean dos métodos: la *plastificación interna*, y la *plastificación externa* en la que se adiciona un plastificante, que modifica las propiedades del polímero pero que no reacciona químicamente. Este método de plastificación es el más usado industrialmente debido a que da más libertad en cuanto a la obtención de productos, ya que para mejorar la flexibilidad del plástico sólo se debe buscar el plastificante y la proporción adecuados.

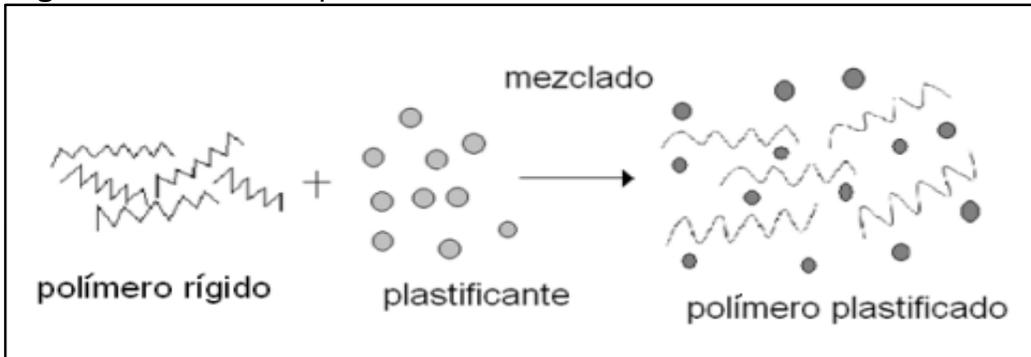
---

<sup>3</sup> JIMÉNEZ, Alejandra. Plastificantes. [En línea]. 2017. [10 de Abril de 2017]. Disponible en: <https://es.scribd.com/document/177054919/PLASTIFICANTES>.

Existen dos tipos de plastificantes externos: los primarios, que proporcionan un cambio en la plasticidad de la resina, y los secundarios que tienen efecto solo cuando se encuentran acompañado con un plastificante primario<sup>4</sup>.

**1.3.1 Teoría de la plastificación.** En general, el proceso de plastificación se da como lo muestra en la **Figura 2**.

**Figura 2.** Proceso de plastificación



**Fuente:** ROBLES, Luis Alberto. Di etilhexil ftalato como disruptor endócrino en mujeres embarazadas. Trabajo de grado. [En línea]. 2017. Disponible: <http://www.bidi.uson.mx/TesisIndice.aspx?tesis=21937>.p. 4.

Las primeras teorías sobre el fenómeno de plastificación se propusieron antes de la mitad del siglo pasado, y aún no hay una que explique los cambios de propiedades en todos los casos. Sin embargo, gracias a su simplicidad, las teorías “clásicas” se emplean para la comprensión de la plastificación.

**1.3.1.1 Teoría del volumen libre.** Fue el producto del análisis de diversas propiedades de los polímeros entre ellas la temperatura de transición vítrea (T<sub>g</sub>). A partir de esta temperatura el polímero deja de ser frágil, vidrioso y cristalino, para transformarse en un material cauchoso.

El fenómeno de plastificación puede explicarse por este aumento como resultado de los siguientes factores.

- El movimiento de las terminaciones de las cadenas.
- El movimiento de las cadenas laterales.
- El movimiento de la cadena principal.

Estos movimientos y en consecuencia el volumen libre de un polímero puede incrementarse debido a los siguientes factores.

---

<sup>4</sup> SUSLICK, Kennet S. Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology. Cuarta edición. Nueva York, Estados Unidos. University of Illinois at Urbana-Champaign. 1998.

- El aumento en el número de grupos finales lo que implica disminuir el peso molecular del polímero.
- El aumento en el número o longitud de las cadenas laterales que puede lograrse con plastificación interna.

Esta teoría fue postulada en 1950 y fue producto del análisis de diversas propiedades de los polímeros, entre ellas la temperatura de transición vítrea (A partir de esta temperatura el polímero deja de ser frágil, vidrioso y cristalino, para transformarse en un material cauchoso)<sup>5</sup>.

La transición vítrea es una transición que se manifiesta en los polímeros amorfos; es decir, polímeros cuyas cadenas no están dispuestas según un ordenamiento cristalino, sino que están esparcidas en cualquier ordenamiento, aún en estado sólido. Pero incluso los polímeros cristalinos tienen alguna porción amorfa<sup>6</sup>.

### 1.3.2 Plastificantes para PVC

**1.3.2.1 Tipos de plastificantes.** A continuación, se describen los tipos de plastificantes para los PVC.

- **Ftalato:** Son sustancias químicas que se usan para ablandar y aumentar la flexibilidad del plástico y del vinilo. Además, el cloruro de vinilo se suaviza y flexibiliza al agregarle ftalatos y también se usan en diferentes productos de uso masivo, es decir, que son de gran consumo. Estos contribuyen el segundo grupo en importancia de los plastificantes manométricos en el total del volumen producido. En general, este se caracteriza por su buena compatibilidad con la mayoría de las resinas. Otras características importantes de los fosfatos es su resistencia al calor y fuego, tienen una temperatura de fusión más baja que DOP, pero a su vez, aceleran la degradación térmica del PVC, lo que significa que no son buenos para bajas temperaturas, y aplicaciones para contacto con alimentos. Sus aplicaciones más comunes son como plastificantes resistentes al fuego en productos derivados del plastisol con nylon, sulfonamidas y otros compuestos y otros compuestos muy polares, PVC, poliacrilatos, derivados de la celulosa, caucho sintético.
- **Adipato:** Dioctil adipato o DOA es un plastificante, compuesto por un diéster de ácido adipico y dos equivalentes de n-octanol. Este se caracteriza por ser flexible a bajas temperaturas, buenas propiedades eléctricas, buena resistencia a la

---

<sup>5</sup> MENDEZ-BAUTISTA, Maria y COREÑO-ALONSO, Juan. Relación estructura-propiedades de polímeros. Universidad Nacional Autónoma de México. 2010.

<sup>6</sup> UNIVERSIDAD DEL SUR DE MISSISSIPPI. La transición vítrea. [En línea]. 2016. Disponible en: <http://pslc.ws/spanish/tg.htm>.

intemperie, y una buena estabilidad, protección contra la temperatura<sup>7</sup>. Los adipatos son usados principalmente como componentes de PVC, plastisoles, proporcionando características de flexibilidad a baja temperatura.

- **Maleatos:** Es utilizado como plastificante interior, puede copolimerizar con los monómeros como el cloruro de vinilo, el acetato del vinilo, el estireno, entre otros.
- Los DOM tienen como usos los plastificantes internos para resinas de polivinilacetato, base para adhesivos y pinturas.
- Los DBM son usados como plastificantes internos para resinas de polivinilacetato, base para adhesivos y pinturas.
- **Epoxiestarato de Octilo:** Plastificante secundario, el cual se encarga de mejorar la estabilidad a la luz y al calor, para obtener máxima flexibilidad al PVC a muy bajas temperaturas. También encontramos buena compatibilidad y baja volatilidad, buenas propiedades eléctricas y es tóxico.
- **Trimelitato:** Son obtenidos a partir de anhídrido trimelítico y alcoholes lineales o ramificados, los trimelitatos son aditivos diseñados especialmente para ofrecer prestaciones especiales a alta temperatura. Estas tienen baja volatilidad, son resistentes al agua, tienen buena estabilidad a altas temperaturas, además los trimelitatos son similares a los ftalatos en compatibilidad y efectividad como plastificantes, y por último tienen menos tendencia a la migración, y son extraídos por hidrocarburos y aceites tan alta como los ftalatos.

**1.3.3 Dioctil ftalato (DOP).** Es el plastificante con mayor uso para resinas vinílicas dando flexibilidad y alta estabilidad. Se utiliza en la fabricación de textiles y cortinas de regadera, recubrimientos para papel y tela impermeable y en la fabricación de aislamientos eléctricos.<sup>8</sup>

Los ésteres del ftalato son los ésteres dialquílicos o arílicos del ácido 1,2 bencenodicarboxílico; ftalato deriva de la nomenclatura tradicional de ácido ftálico. Su importancia radica, en que cuando se añade a los plásticos, los ftalatos permiten a las moléculas largas de polivinilo deslizarse unas sobre otras.

Los ftalatos presentan una baja solubilidad en agua y alta en aceites, así como una baja volatilidad. Además, el grupo carboxilo polar apenas contribuye a las

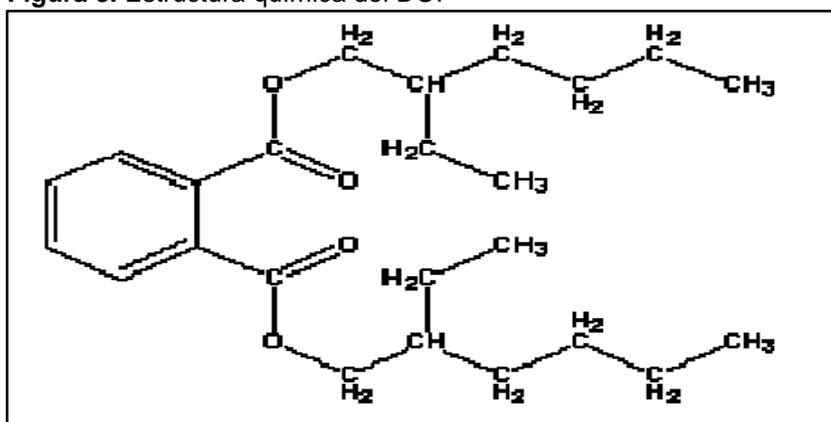
---

<sup>7</sup>CHQCTA, Jandi, ¿Qué es un plastificante?. [En línea]. 2018. Disponible en: <https://es.scribd.com/document/291863841/QUE-ES-UN-PLASTIFICANTE-docx>.

<sup>8</sup>QUIMICOMPUESTOS S.A. DE C.V. Aseguramiento de calidad: Especificación para DOP (Dioctil Ftalato). [En línea]. Disponible en: [http://www.quimicompuestos.com/pdfs/ESPECIFICACIONES%2008/DOP%20\(DIOCTIL%20FTALATO\)%20QCS-052%20REV%2008.pdf](http://www.quimicompuestos.com/pdfs/ESPECIFICACIONES%2008/DOP%20(DIOCTIL%20FTALATO)%20QCS-052%20REV%2008.pdf).

propiedades físicas de los ftalatos, excepto cuando los radicales R Y R´ son muy pequeños y son líquidos inodoros e incoloros producidos por reacción del anhídrido ftálico con un alcohol apropiado.

**Figura 3.** Estructura química del DOP



**Fuente:** CHEMICALAND21. Estructura química del DOP. [En línea]. 2018. Disponible en: <http://www.chemicaland21.com/>.

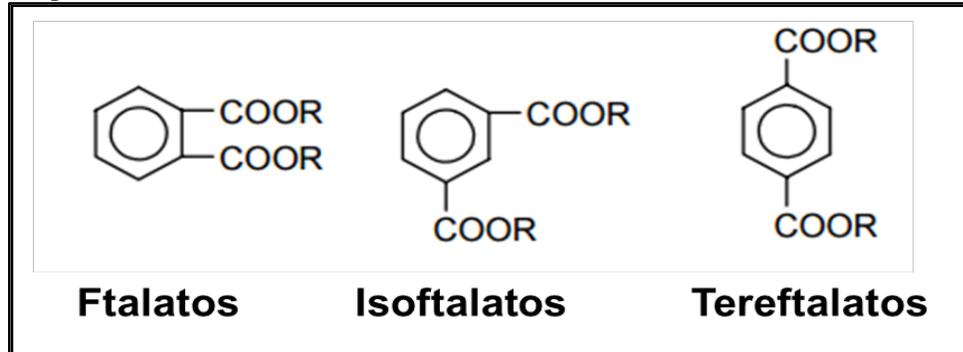
Los ftalatos que más se utilizan son el DOP (di-2-etilhexilftalato), el DIDP (disodecilftalato) y el DINP (disononilftalato). El primero es el plastificante más usado debido a su bajo costo. Tienen otros usos, como, por ejemplo, son usados en cosméticos y productos para el cuidado personal, lacas para el pelo, jabones, champú, esmaltes para uñas y cremas humectantes. Estos se usan en productos de consumo masivo como juguetes flexibles de plástico y de vinilo, cortinas para ducha, persianas de vinilo, entre otros.

**Cuadro 1:** Ftalatos comerciales

<b>CARBOFLEX ON</b>	<b>DOP</b>	USOS: propósito general en compuestos flexibles de PVC, plastificante de resinas de nitrocelulosa, polivinilacetato, polimetilmetacrilato y poliestireno.
<b>CARBOFLEX ON-E</b>	<b>DOP</b>	USOS: compuestos de pvc, no tóxicos. Empaque de alimentos y aplicaciones médicas.
<b>CARBOFLEX EN</b>	<b>DBP</b>	USOS: uso general en adhesivos de polivinilacetato, plastificante de resinas fenólicas y nitrocelulósicas.
<b>CARBOFLEX DEP</b>	<b>DEP</b>	USOS: desnaturalizante para alcohol etílico, compatible con acetato y nitrato de celulosa.
<b>CARBOFLEX</b>	<b>CH</b>	USOS: compuestos de pvc tipo plastisol.

**1.3.4 Ftalatos:** Estos son los principales isómeros de los ftalatos.

**Figura 4:** Isómeros de Ftalatos



**Fuente:** GEORGE WYPUCH, editor, Handbook of plasticizers. 2004. 694 p.  
ISBN 1-895198-29-1

Para generar la información completa para caracterizar el efecto del alcohol en el plastificante en su forma física, propiedades químicas y mecánicas, se genera una experiencia con el ftalato y diferentes números de plastificantes que tienen distintos pesos moleculares de su parte de alcohol.

**Tabla 1:** Propiedades físicas y químicas de los ftalatos.

PROPIEDADES	VALOR		
	mínimo	máximo	Medio
Principales alcoholes usados en productos comerciales.	Metil, etil, butil, isobutil, hexil, ciclohexil, heptil, octil, 2- etilhexil, 1- metilheptil, butoxycarbonilmetil, tridecil, benzol, mezcla de alcoholes, 2,2,4-trimetil- 1,3-pentanodiol- 1- isobutilo.		
peso molecular	194,2	530	390,6
altura NFPA	0	2	1
Flameabilidad NFPA		1	1
reactividad NFPA	0	0	0
Altamente recomendable para esos polímeros	PVC, CA, PVAc, PU, EC, EPDM, PMMA, PS, acrílicos, celofán, nitrocelulosa, madera natural y sintética, caucho clorinado y polisulfuro.		
Principal campo de aplicación	automotriz, cable y alambre, revestimientos, pisos, laminas, película, tubos, perfiles extruidos, selladores, adhesivos, tapas de botellas, guantes, tapicería, cuidado de uñas, artículos deportivos, medios, envoltorios de alimentos, productos electrónicos, juguetes, tintas, telas recubiertas, alfombras de respaldo, zapatos, juntas, espuma		
Propiedades sobresalientes	Compatibilidad, rentabilidad, buenas propiedades dialécticas, UV y estabilidad térmica, una amplia gama de propiedades, buen equilibrio de propiedades.		
Punto de congelamiento	0	-58	-50
Punto de ebullición	283	523	384
Punto de destello	146	254	216
Índice de refracción	1,481	1,515	1,486
Gravedad específica a 20°C	0,948	1,191	0,977
Densidad de vapor	6,69		13,5
Presión de vapor a 100°C, kPa	3,0x10-8	0,12	1,8x10-4
Contenido húmedo, %	0,02	0,2	0,1
Solubilidad en agua a 25°C, %	3,0x10-7	1,2x10-3	<1,0x10-3
Parámetro de solubilidad Hildebrand, (Mpa) <sup>0.5</sup>		22,1	16,83
Viscosidad a 20 °C, mPa s	11	320	78
Resistividad de volumen, Ohm cm	1,0x10 <sup>3</sup>	1,0x10 <sup>12</sup>	2,0x 10 <sup>10</sup>
Constante dieléctrica	4,06	8,49	4,9
Tensión superficial a 20 ° C, m N/m	32,1	43,2	33

**Fuente:** GEORGE WYPUCH, editor, Handbook of plasticizers. 2004. 694 p. ISBN 1-895198-29-1

## 1.4 CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DE PLASTIFICANTES

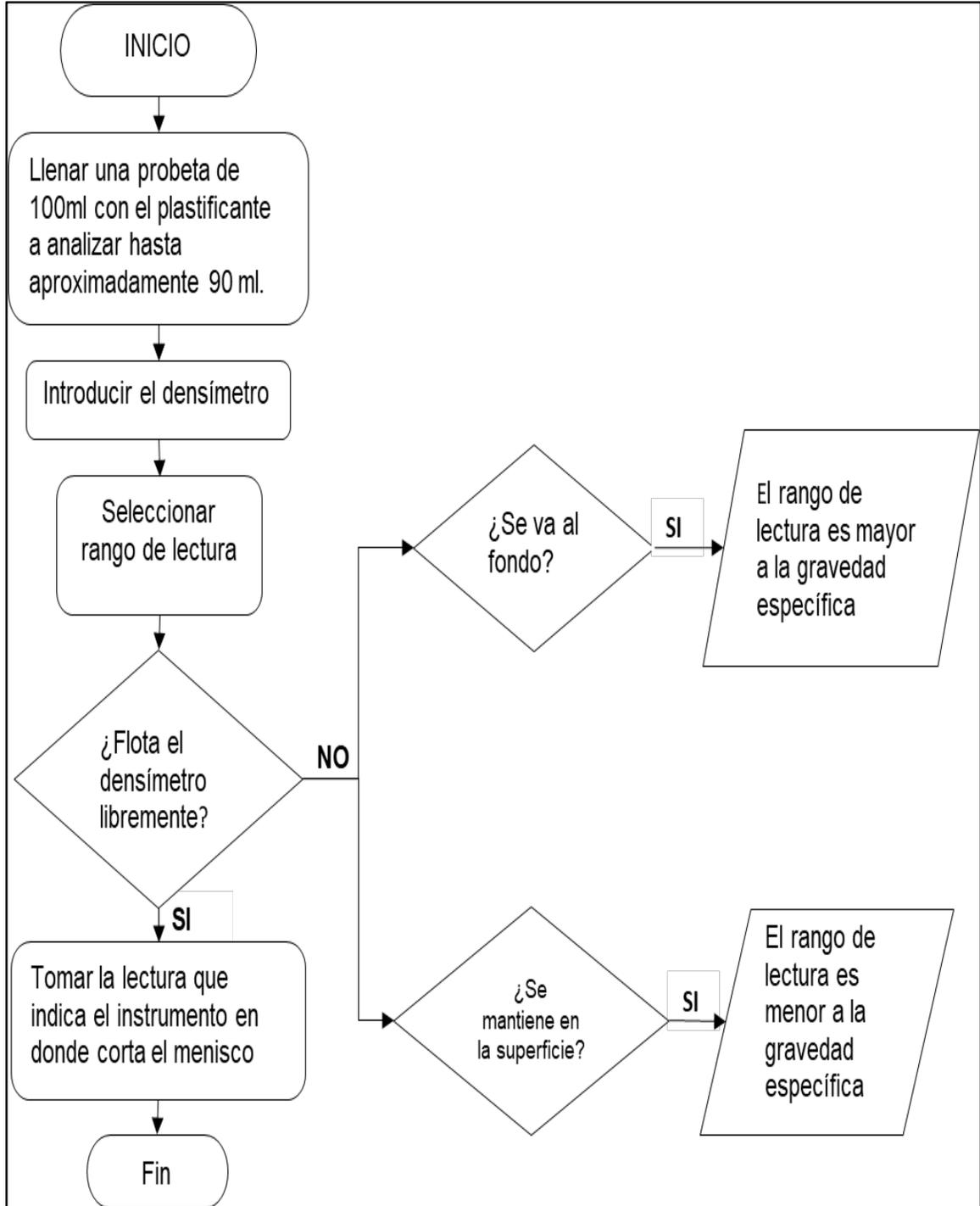
Para la caracterización físicoquímica de los plastificantes, se tienen en cuenta los siguientes métodos.

**1.4.1 Densidad Relativa.** La densidad relativa expresa la relación entre la densidad absoluta de una sustancia X y la de una sustancia patrón o de referencia, lo cual da como resultado una magnitud sin unidades. Es necesario conocer la densidad absoluta de la sustancia utilizada como patrón para las condiciones de temperatura y presión en las que fue realizada la determinación<sup>9</sup>.

---

<sup>9</sup> UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES. Fundamentos de densidad – Módulo 2. Buenos Aires, 2014.

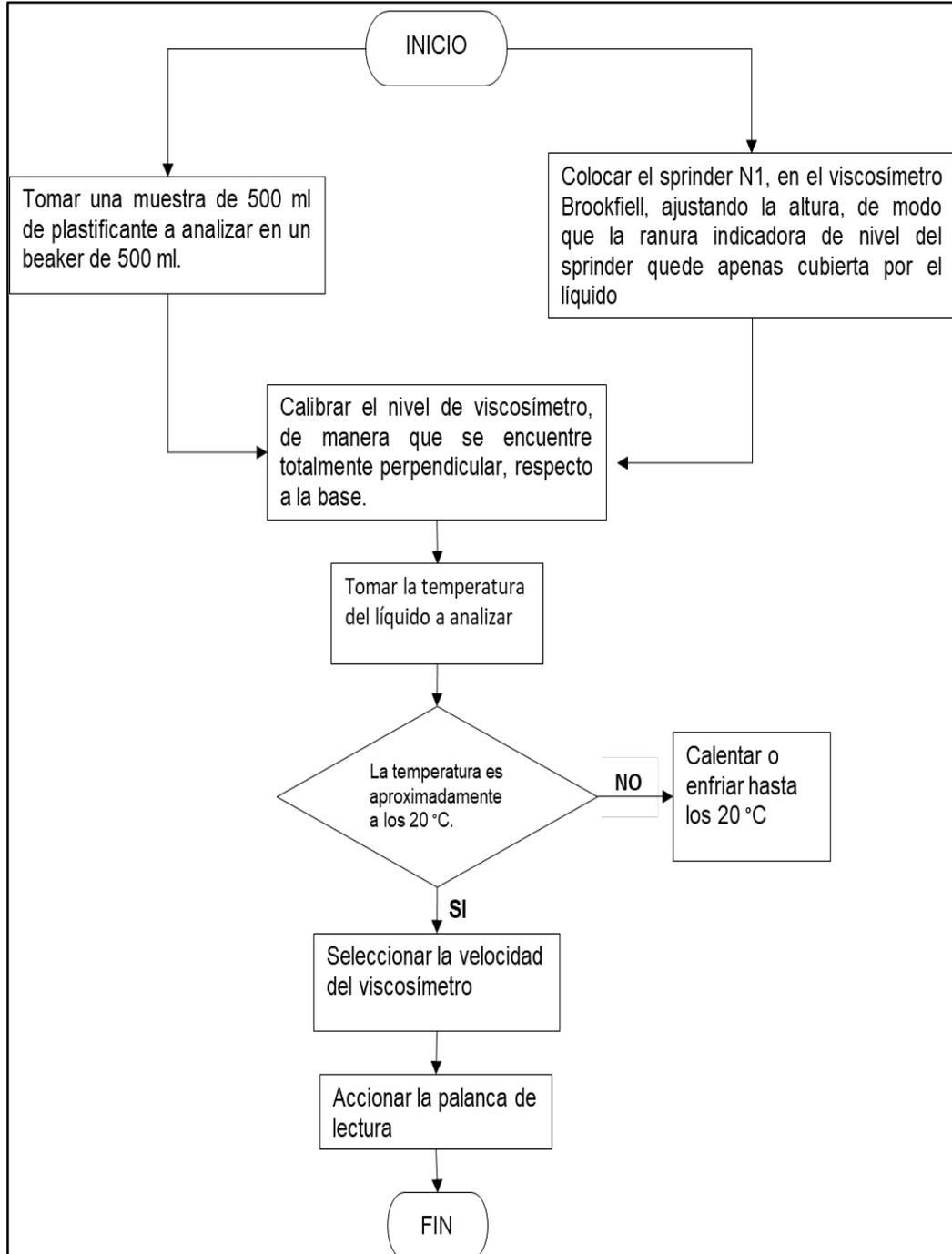
**Diagrama 1:** Procedimiento técnica densidad relativa.



**1.4.2 Viscosidad.** Es la propiedad termofísica de los fluidos ocasionada por sus fuerzas de cohesión molecular y resulta en la oposición que oponen a escurrir, por lo que requieren la aplicación de un esfuerzo o presión.

- La viscosidad expresa la facilidad que tiene un fluido para fluir cuando se le aplica una fuerza externa.
- El coeficiente de viscosidad absoluta o simplemente la viscosidad absoluta de un fluido es una medida de su resistencia al deslizamiento o a la deformación cortante o angular.
- Al aumentarse la temperatura, la viscosidad de todo líquido disminuye, mientras que la viscosidad de todo gas aumenta.

Diagrama 2. Procedimiento técnico de viscosidad.



**1.4.3 Número ácido.** Es un método que ayuda a determinar el grado de acidez de una sustancia, dentro de este análisis, se realizan diferentes titulaciones para hallar los diferentes volúmenes gastados y así determinar el número ácido. La importancia de este método radica en que si una sustancia es demasiado ácida, esto puede generar que el producto que se quiera obtener no contenga características óptimas para su uso, por ende, reducir la producción de algún tipo de producto terminado.

**1.4.4 Contenido de éster.** Es un método que permite determinar la cantidad de éster que contiene el plastificante DOP. En las reacciones de los ésteres, la cadena se rompe siempre en un enlace sencillo, ya sea entre el oxígeno y el alcohol o R, ya sea entre el oxígeno y el grupo R-CO, eliminando así el alcohol o uno de sus derivados. Además, se realiza una saponificación, llamada así por su analogía con la formación de jabones a partir de las grasas, es la reacción inversa a la esterificación<sup>10</sup>.

## **1.5 ESTANDARIZACIÓN: NTC 3305**

La estandarización es el proceso de ajustar o adaptar características en un producto, servicio o procedimiento con el objetivo de que éstos se asemejen a un tipo, modelo o norma en común<sup>11</sup>.

Podemos usar la estandarización para la creación de normas o estándares que establecen las características comunes con las que deben cumplir los productos y que deben ser respetados en todo el mundo. Además, la estandarización garantiza que los procesos que se desarrollan en una organización sean ejecutados de una manera uniforme por toda la empresa, en este caso, que la empresa realice las técnicas según el protocolo de estandarización.

### **1.5.1 Diagnóstico**

**1.5.1.1 Etapa preliminar a la estandarización.** Según el IDEAM<sup>12</sup> esta etapa consiste en diversos pasos que permiten obtener información relevante y orientar el proceso de la estandarización. La documentación y montaje de la metodología se detallan a continuación.

- Primero se debe seleccionar el analito y por cada matriz y debe contener los criterios de selección correspondientes.

---

<sup>10</sup> UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO. Laboratorio de Mecánica de Fluidos: Viscosidad. Ciudad de México, 2014.

<sup>11</sup> GOBIERNO MEXICANO. ¿Qué es la estandarización?. [En línea]. 2018. Disponible en: <https://www.gob.mx/se/articulos/que-es-la-estandarizacion>.

<sup>12</sup> INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES. Estandarización de Métodos Analíticos. p. 1-12.

- Se debe conocer el protocolo del método, disponiendo de una copia de trabajo con sus respectivas referencias.
- Tener el conocimiento del fundamento físico y químico del método y de la técnica a la cual pertenece éste.
- Tener el conocimiento exacto del funcionamiento del equipo de medición. En lo posible se debe tener el diagrama del flujo para el manejo del equipo o por lo menos los pasos que se deben seguir en orden cronológico.
- Realizar inventario de los reactivos que se necesitan para toda la estandarización, es decir, la cantidad, el grado de pureza, conservación del reactivo puro y en solución, calidad, precauciones, entre otras.
- Inventario de vidriería y otros materiales necesarios
- Establecer los procedimientos para la descontaminación y limpieza del material y para la disposición de los desechos.
- Verificación y optimización de las condiciones y de los parámetros instrumentales, incluyendo curva de calibración.
- Definir los intervalos de aplicación del método, teniendo como criterios: protocolo, ensayos preliminares en el laboratorio, diseñar el plan y procedimiento detallado para la preparación y análisis de reactivos, estándares, muestras y muestras adicionadas de acuerdo con el tiempo de vida útil de cada uno y la estabilidad del analito.

**1.5.2 Muestreo y evaluación.** El muestreo es una herramienta de investigación científica. Su función básica es determinar que parte de una realidad en estudio debe examinarse con la finalidad de hacer inferencias sobre dicha población. El error que se comete debido al hecho de que se obtienen conclusiones sobre cierta realidad a partir de la observación de solo una parte de ellas<sup>13</sup>.

En la toma de muestra para el desarrollo de las metodologías de las técnicas, se tiene un lote de 10 L aproximadamente, a partir de este volumen, se toma una muestra de 5 L, de esta manera, en los capítulos de la estandarización de las técnicas, se toma esta muestra para su respectiva determinación.

### **1.5.3 Análisis Estadístico**

**1.5.3.1 Reproducibilidad y repetibilidad.** Estos parámetros describen la capacidad del proceso de entregar el mismo valor al medirlo repetidamente, identificando si este está dentro de los criterios de aceptación, con el fin de conocer si existen variaciones entre los resultados tanto interlote (reproducibilidad) como intralote (repetibilidad).

---

<sup>13</sup> COMPLEJO HOSPITALARIO UNIVERSITARIO DE ALBACETE. Muestreo. [En línea]. 2007. Disponible en: <http://www.chospab.es/calidad/archivos/Metodos/Muestreo.pdf>.

**Cuadro 2:** Repetibilidad y Reproducibilidad

Análisis	Condiciones
Repetibilidad	<ul style="list-style-type: none"><li>• <i>Mismo observador</i></li><li>• <i>Mismo instrumento de medición bajo las mismas condiciones.</i></li><li>• <i>Mismo lugar</i></li><li>• <i>Repetición de la medición en un periodo de tiempo corto.</i></li></ul>
Reproducibilidad	<ul style="list-style-type: none"><li>• Principio de medición</li><li>• Método de medición</li><li>• Observador</li><li>• Patrón de referencia</li><li>• Lugar</li><li>• Instrumento de medición</li><li>• Condiciones de uso</li><li>• Tiempo</li></ul>

**Fuente:** HALLAK, Jesus. Estudio de Repetibilidad y Reproducibilidad. [En línea]. 2014. [10 de Abril de 2018]. Disponible en: <https://prezi.com/iftnek5dbu8r/estudio-de-repetibilidad-y-reproducibilidad/>. Modificado por el autor.

Se llevará a cabo el método de promedio y rangos, y a su vez, para determinar estos parámetros es necesario el uso de la estadística básica, la cual permite conocer si la media del proceso se está comportando dentro de los límites de especificación, por lo tanto, la media debe estar dentro del rango de los límites de especificación y preferiblemente corresponder al promedio de los mismos.

Los estudios R&R permiten evaluar simultáneamente la repetibilidad y la reproducibilidad, estos estudios se realizan de modo experimental y se evalúa que parte de la variabilidad total observada en el producto es atribuible al error de medición; además, permite cuantificar si este error es mucho o poco en comparación con la variabilidad del producto y con las tolerancias de la características de calidad que se mide<sup>14</sup>.

<sup>14</sup> CENTRO DE INGENIERÍA DE LA CALIDAD. Estudio de repetibilidad y reproducibilidad R&R. [En línea]. Cali, 2018. Disponible en: <http://www.cicalidad.com/articulos/PAPER%20R&R.pdf>.

- **Desviación estándar muestral.** Es una medida de dispersión, es decir, reporta lo que se apartan los datos de su media. Se calcula con la siguiente expresión.

**Ecuación 1:** Ecuación para la desviación estándar muestral.

$$s = \sqrt{\frac{n \sum_{i=1}^n X_i^2 - (\sum_{i=1}^n X_i)^2}{n(n-1)}}$$

**Fuente:** MINITAB. ¿Qué es la desviación estándar?. [En línea]. 2017. Disponible en: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/18/help-and-how-to/statistics/basic-statistics/supporting-topics/data-concepts/what-is-the-standard-deviation/>.

Dónde:

- **n** = Es el tamaño de la muestra.
- **x** = Es la media aritmética de la muestra.

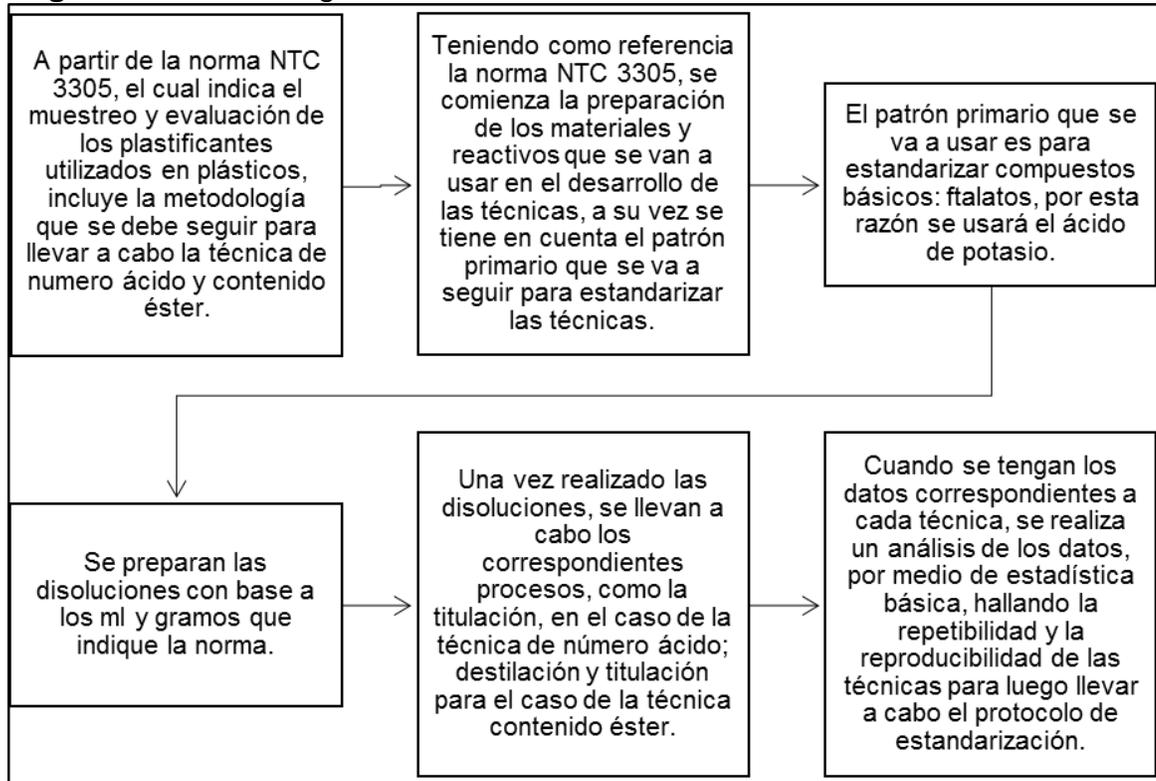
**1.5.4 Evaluación del desempeño de la técnica.** Se evaluará la metodología de estandarización para el desarrollo de los métodos.

**1.5.4.1 Metodología de la estandarización.** Es necesario que para la estandarización de las técnicas químicas que se cuente con la documentación de calificación de las instalaciones, sistemas de apoyo crítico y equipos, validación de las metodologías analíticas a utilizar en verificación de los parámetros preestablecidos, esto aplicará a todos los equipos.

Los resultados de la estandarización quedan en un protocolo que contiene el paso a paso de cómo se debe llevar a cabo el procedimiento de cada técnica. Una vez terminado las pruebas, el protocolo y los resultados sirven de base para documentar que el proceso funciona según lo esperado.

En las técnicas de contenido éster y número ácido, se debe tener una determinada aplicabilidad, teniendo en cuenta la precisión, sensibilidad y tamaño de la muestra, para obtener los resultados esperados según la norma.

**Diagrama 3.** Metodologías técnicas seleccionadas.



**1.5.5 Procedimientos Operativos Estándar.** Para cada técnica establecida se elabora un protocolo de estandarización que deben determinar como mínimo los siguientes ítems.

- Portada (título, código del protocolo, revisión).
- Una sección de revisión y aprobación.
- Objetivo, alcance y responsabilidades.
- Prerrequisitos para la validación (Calificación de equipos, calibración de instrumentos, revisión de certificados analíticos de materias primas, validación de técnicas analíticas, entrenamiento del personal).
- Estrategia de validación contiene los diferentes antecedentes del proyecto, información general del producto, reportes, entre otros.

## **2. DIAGNÓSTICO**

Para entender que pruebas se necesitan en la empresa CROYDON COLOMBIA S.A., es necesario comenzar a analizar la situación actual que vive la empresa, y de esta manera abrir el panorama de las cosas que necesitan y que ya se están utilizando en cuestión de control de calidad de los plastificantes usados para las botas de PVC.

Se debe realizar una evaluación del laboratorio y de los implementos con los que cuenta la empresa para tener claridad de qué instrumentos y reactivos posee para poder evaluar qué técnicas químicas serían posibles implementar, teniendo en cuenta que la empresa está dispuesta solo a comprar reactivos necesarios y no instrumentos de análisis.

El laboratorio de la empresa está equipado de tal manera que haya una clara identificación de los reactivos existentes y de los instrumentos con que cuenta la empresa, los reactivos están almacenados de tal manera que se pueda asegurar su preservación en estantes con vidriería y su respectiva ficha técnica de uso. Los instrumentos con los que cuenta la empresa están en buen estado puesto que son usados semanalmente y se les hace mantenimiento correctivo si llegase a ser necesario.

En este capítulo se definen las propiedades y componentes a determinar en los plastificantes DOP para comenzar el proceso de caracterización, de la misma forma, se plantean las técnicas existentes para cada ensayo realizado a los plastificantes se encuentran actualmente en la empresa, teniendo en cuenta los siguientes criterios: alcance y aplicabilidad del método, disponibilidad de recursos y equipos, facilidad de ejecución y la adaptación de las condiciones existentes en el laboratorio donde se realiza el control de calidad de las materias primas y el producto terminado.

### **2.1 SITUACIÓN**

Según los procedimientos de las técnicas establecidas por CROYDON COLOMBIA S.A. para realizar el control de calidad físico de los plastificantes de los que hace uso regularmente (EPOXI Y EXOL), se tienen en cuenta dos métodos y analiza éstos una vez llegan a la empresa; para analizarlos se toma una muestra del producto que llega; analizan su respectiva densidad relativa (gravedad específica) y viscosidad, luego éstos resultados se comparan con los que ellos ya han tomado como blanco de referencia.

Estos análisis los realizan una vez por semana como parte de su control de calidad rutinario, pero se han evidenciado muchos errores en el producto final, por esta razón la empresa quiere indagar más a fondo que factores o faltantes pueden estar

generando esta falla; partiendo de lo anterior, se analiza la situación desde el área de materias primas (plastificante), realizando un control más exhaustivo, estandarizando métodos analíticos que sean viables para su implementación en el laboratorio.

Para determinar qué tipos de técnicas son aptas para llevarse a cabo en la empresa, se debe tener en cuenta las diferentes condiciones e infraestructura en que se encuentra el laboratorio, las condiciones de bioseguridad bajo las cuales se realiza la técnica y la disponibilidad del personal para llevar a cabo el proceso de estandarización de las técnicas químicas<sup>15</sup>.

**2.1.1 Normatividad existente en CROYDON COLOMBIA S.A.** Las normativas con las que cuenta la empresa para el control de calidad de las botas de caucho y PVC, teniendo en cuenta la normatividad dada para plásticos como se encuentra en el **Cuadro 3**.

**Cuadro 3.** Normatividad vigente en CROYDON COLOMBIA para plásticos

plásticos		
DESIGNACIÓN	NOMBRE O DESCRIPCIÓN	ESTADO
NTC 1694	Plásticos, ftalatos plastificantes	VIGENTE
NTC 3305	Plásticos. Muestreo y evaluación de los plastificantes utilizados en plásticos.	VIGENTE
NTC 1924	Plásticos, ácido esteárico para la industria de plástico	VIGENTE
NTC 1768	Plásticos, materiales sólidos aislantes eléctricos. Determinación de la resistencia al arco eléctrico.	VIGENTE
NTC 1880	Plásticos, compuestos de pvc. Determinación de la estabilidad térmica.	VIGENTE

Estas normas son realizadas para el producto final que son las botas en caucho y PVC, lo que significa que para las materias primas (plastificantes) solo se llevan a cabo dos pruebas, las cuales son densidad relativa y viscosidad como se hablaba anteriormente. Para la realización de estas pruebas físicas, la empresa creó un procedimiento a partir de las fuentes bibliográficas.

<sup>15</sup>MINISTERIO DE SALUD. Lineamientos técnicos para la estandarización y validación de métodos de ensayo. [En línea]. 2015. Disponible en: <http://www.saludcapital.gov.co/CTDLab/Publicaciones/2015/Lineamiento%20montaje%20estandarizacion%20y%20validacion.pdf>.

**Cuadro 4.** Normatividad interna de CROYDON COLOMBIA S.A. para plastificantes

Designación	nombre	estado
Procedimientos de la empresa	Densidad relativa o gravedad específica	VIGENTE
Procedimientos de la empresa	Viscosidad	VIGENTE

**2.1.2 Condiciones del laboratorio.** En primer lugar, se realiza un listado de chequeo de las principales cosas que debe tener el laboratorio para un correcto funcionamiento y si la empresa cumple con lo requerido por la norma NTC 17025.

**Cuadro 5.** Chequeo norma NTC 17025

Ítem	Categoría	Requisito	Observaciones al diagnóstico	Cumple/ No Cumple
1	Almacenamiento	Se dispone de almacenamiento y transporte apropiado de los reactivos	Los reactivos están claramente ubicados y rotulados.	C
2	Documentación	Establece y mantiene procedimientos para el control de todos los documentos que forman parte de su sistema de gestión (generados internamente o de fuentes externas), tales como la reglamentación, las normas y otros documentos normativos, los métodos de ensayo y/o de calibración.	Se establecen los procedimientos de control de documentos	C
3		Se establece una lista maestra o un procedimiento equivalente de control de la documentación, identificado el estado de revisión vigente y la distribución de los documentos del sistema de gestión.	Se realiza la identificación del estado de revisión vigente de toda la documentación del sistema de gestión y son revisados periódicamente	C

**Cuadro 5. (Continuación)**

Ítem	Categoría	Requisitos	Observaciones al diagnóstico	Cumple/N o Cumple
4		Son examinados periódicamente	Los documentos son identificados y firmados en las fechas estipuladas	C
5		Son revisados y aprobados por la misma función que realizó la revisión original.		C
6		Las modificaciones deben estar claramente identificadas, firmadas y fechadas.		C
7		Los procedimientos se encuentran claramente definidos		C
8		Establecer procedimientos para describir como se realizan y controlan las modificaciones de los documentos		C
9	Revisión de contratos	Se selecciona el método de ensayo y/o de calibración apropiado	Los métodos que llevan a cabo en el laboratorio fueron seleccionados con base a la necesidad de un control de calidad de los productos que ingresan a la empresa, además el laboratorio incluye en sus revisiones el trabajo que subcontraten	C
10		Los requisitos, incluidos los métodos a utilizar, están adecuadamente definidos, documentados y entendidos		C
11		La revisión incluye cualquier trabajo que el laboratorio subcontrate		C

**Cuadro 5. (Continuación)**

Ítem	Categoría	Requisitos	Observaciones al diagnóstico	Cumple/No Cumple
12	Compras de servicios y suministros Registros técnicos Instalaciones y Condiciones Ambientales	Existen procedimientos para la compra, la recepción y el almacenamiento de los reactivos y materiales consumibles de laboratorio.	Están vigentes los procedimientos de compra, recepción y almacenamiento de los reactivos y materiales consumibles de laboratorio.	C
13		Evalúa a los proveedores de los productos consumibles, suministros y servicios críticos que afectan a la calidad de los ensayos y de las calibraciones	El laboratorio se encarga de evaluar a los proveedores de las materias primas y también de verificar que no se alteren los ensayos y las calibraciones por agentes externos	C
14		Mejoran continuamente la eficacia de su sistema de gestión mediante el uso de la política de la calidad	Actualmente tienen implementados políticas de calidad de la norma ISO 9000.	C
15		Conserva, por un periodo determinado, los registros de las observaciones originales.		C
16		Incluye la identidad del personal responsable del muestreo, de la realización de cada ensayo y/o calibración y de la verificación de los resultados	Se incluye el personal pertinente para la realización de muestreos y ensayos	C

**Cuadro 5.** (Continuación)

Ítem	Categoría	Requisitos	Observaciones al diagnóstico	Cumple/No Cumple
17		Las observaciones, los datos y los cálculos son registrados en el momento de hacerlos y son relacionados con la operación en cuestión	Se registran los datos en una planilla para llevar el control de sus registros técnicos	C
18		Cada error es tachado, no debe ser borrado, hecho ilegible ni eliminado, y el valor correcto debe ser escrito al margen.	Los errores que se puedan cometer en los registros técnicos, se tachan y no son borrados con corrector	C
19		Las instalaciones de ensayos y/o de calibraciones del laboratorio, incluidas, pero no en forma excluyente, las fuentes de energía y la iluminación. Las condiciones ambientales, deben facilitar la realización correcta de los ensayos y/o de las calibraciones.	El laboratorio está ubicado en un lugar donde entra mucha luz y está alejado del ruido de la planta, esto facilita el desarrollo de los ensayos	C
20		Existe una separación eficaz entre áreas vecinas en las que se realicen actividades incompatibles, evitando la contaminación cruzada.	Las oficinas están en cubículos apartados del área de laboratorio	C
21		Se deben controlar el acceso y el uso de las áreas que afectan a la calidad de los ensayos y/o de las calibraciones.	Se controla de manera diligente el ingreso al área de laboratorio, dejando ingresar a solo personal autorizado con bata de laboratorio	C

**Cuadro 5. (Continuación)**

Ítem	Categoría	Requisitos	Observaciones al diagnóstico	Cumple/No Cumple
22		Determina la extensión del control en función de sus circunstancias particulares.		C
23		Se toma medidas para asegurar el orden y la limpieza del laboratorio. Cuando sean necesarios se deben preparar procedimientos especiales.	El laboratorio se encuentra dividido en dos áreas: la primera es para realizar ensayos del producto terminado, y la segunda para realizar ensayos de calidad de la materia prima. Esto facilita que haya una buena limpieza y desinfección del laboratorio y de los materiales a utilizar	C
24	Validación De Los Métodos	El laboratorio debe aplicar métodos y procedimientos apropiados para todos los ensayos y/o las calibraciones dentro de su alcance.	El laboratorio aun no aplica métodos según las normatividades o estándares establecidos	NC
25		El laboratorio debe tener instrucciones para el uso y el funcionamiento de todo el equipamiento pertinente, y para la manipulación y la preparación de los ítems a ensayar o a calibrar.		NC

**Cuadro 5.** (Continuación)

Ítem	Categoría	Requisitos	Observaciones al diagnóstico	Cumple/No Cumple
26		Todas las instrucciones, normas, manuales y datos de referencia correspondientes al trabajo del laboratorio se deben mantener actualizados y deben estar fácilmente disponibles para el personal	El laboratorio cuenta con un área de biblioteca donde están recopilados toda la normatividad y documentación pertinente al alcance del personal	C
27	Selección de los métodos	El laboratorio debe asegurarse de que utiliza la última versión vigente de la norma.	El laboratorio planifica semanalmente los métodos de calibración de los equipos	C
28		La introducción de los métodos de ensayo y de calibración desarrollados por el laboratorio para su propio uso debe ser una actividad planificada y debe ser asignada a personal calificado, provisto de los recursos adecuados.		C
29		El laboratorio debe validar los métodos no normalizados, los métodos que diseña o desarrolla.		C
31	Validación	Debe ser tan amplia como sea necesario para satisfacer las necesidades del tipo de aplicación o del campo de aplicación dados.	El laboratorio aún no tiene validado los métodos que lleva a cabo	NC
32		El laboratorio debe registrar los resultados obtenidos, el procedimiento utilizado para la validación y una declaración sobre la aptitud del método para el uso previsto.		NC

**Cuadro 5.** (Continuación)

Ítem	Categoría	Requisitos	Observaciones al diagnóstico	Cumple/No Cumple
33		Se debe Tener y aplicar un procedimiento para estimar la incertidumbre de la medición para todas las calibraciones y todos los tipos de calibraciones.	El laboratorio aun no aplica procedimientos para estimar la incertidumbre de la medición	NC
34	Estimación de la incertidumbre de la medición	Cuando se estima la incertidumbre de la medición, se deben tener en cuenta todos los componentes de la incertidumbre que sean de importancia en la situación dada, utilizando métodos apropiados de análisis.	No cumple debido a que no hay un procedimiento establecido ni métodos apropiados para su determinación	NC

**Fuente:** INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Norma Técnica Colombiana 17025. Bogotá. ICONTEC.

Una vez identificado los diferentes requerimientos con los que cumple o no el laboratorio de la empresa, se realiza un listado de las actividades conforme a la norma de ensayo con la cual se rige la empresa para la realización de cada una de las técnicas que lleva a cabo actualmente. Según el listado anterior, la empresa no cumple con la estandarización y validación de las técnicas que realiza y aquellas que quiere implementar, y a su vez no cumple con la estimación de la incertidumbre de la medición, es decir, carece de métodos apropiados para el análisis de los mismos.

Las actividades con las que no cumple la empresa en las condiciones ambientales de ejecución de ensayos es en el establecimiento de normas y en los resultados, encontramos que no existe hoja de cálculo para la validación y además no se observan los registros fotográficos de cada ensayo, lo que genera que no haya un control de calidad tan exhaustivo, dejando de lado la validación de las técnicas que actualmente desarrollan y las técnicas químicas que quieren implementar.

**2.1.3 Acciones correctivas a los requisitos incumplidos.** Durante el desarrollo del diagnóstico de laboratorio, se encontraron con diferentes aspectos con los que aún no cuenta el laboratorio, por ende, el laboratorio tiene la necesidad de realizar procesos de estandarización y validación y así mejorar el control de calidad de las materias primas que ingresan a la empresa.

Para dar inicio al proceso de validación se deben desarrollar acciones que permitan el cumplimiento de los requisitos en los que se presentaron falencias, estas se encuentran en el siguiente cuadro.

**Cuadro 6:** Acciones correctivas a los requisitos incumplidos.

Ítem a corregir	Categoría	Requisito	No Cumple	Acción
24	Validación de los Métodos.	El laboratorio debe aplicar métodos y procedimientos apropiados para todos los ensayos y/o las calibraciones dentro de su alcance.	NC	Mejorar los procedimientos que se utilizan para realizar cada método y generar más métodos y procedimientos adecuados para los ensayos y calibraciones.
25		El laboratorio debe tener instrucciones para el uso y el funcionamiento de todo el equipamiento pertinente, y para la manipulación y la preparación de los ítems a ensayar o a calibrar.	NC	Crear instrucciones para el uso y funcionamiento del equipamiento faltante,
31	Validación	Debe ser tan amplia como sea necesario para satisfacer las necesidades del tipo de aplicación o del campo de aplicación dados.	NC	Realizar validaciones que satisfagan las necesidades del tipo de aplicación o de los campos.
32		El laboratorio debe registrar los resultados obtenidos, el procedimiento utilizado para la validación y una declaración sobre la aptitud del método para el uso previsto.	NC	Tener un formato adecuado para tomar los resultados obtenidos y el procedimiento utilizado en la validación.
33	Estimación de la incertidumbre de la medición	Se debe Tener y aplicar un procedimiento para estimar la incertidumbre	NC	Llevar a cabo procedimientos que permitan estimar la incertidumbre.

**Cuadro 6.** (Continuación)

Ítem a corregir	Categoría	Requisito	No Cumple	Acción
34		Cuando se estima la incertidumbre de la medición, se deben tener en cuenta todos los componentes de la incertidumbre que sean de importancia en la situación dada, utilizando métodos apropiados de análisis.	NC	Evaluar todos los componentes de la incertidumbre que sean de importancia en la situación dada.

**2.1.4 Situación actual de los equipos.** Para garantizar que los resultados puedan ser confiables en la estandarización de las técnicas químicas, el laboratorio debe disponer de equipos necesarios y de una capacidad adecuada para responder a las exigencias de las técnicas y sus diferentes ensayos. Por esta razón, también es necesario garantizar que los equipos se encuentren en óptimas condiciones metrológicas y que de acuerdo a la planeación, que su desempeño no vaya a afectar la calidad y confiabilidad de los resultados obtenidos.

Partiendo de lo anterior, se analiza que equipos se utilizan para llevar a cabo las técnicas de densidad relativa y de viscosidad para hacer un recuento de los equipos con los que cuenta la empresa.

**2.1.4.1 Densidad relativa.** En ocasiones la densidad de algunos materiales o sustancias se pueden expresar en función de la densidad de otra sustancia que se toma como referencia.

- Para sólidos y líquidos, suele tomarse como referencia la densidad absoluta del agua pura a 4 °C, que es 1000 kg/m<sup>3</sup>.
- Para los gases, la densidad de referencia habitual es la del aire en condiciones normales (1 atm de presión y 0° C), que es 1'3 kg/m<sup>3</sup>.

En el siguiente cuadro, encontramos dos tipos de densímetros que utiliza el laboratorio de la empresa para determinar la densidad relativa.

**Cuadro 7:** Equipos usados para determinar la densidad relativa.

Equipo	Parámetros	Imagen
Densímetro	Escala 0,7-1 Medida g ml	

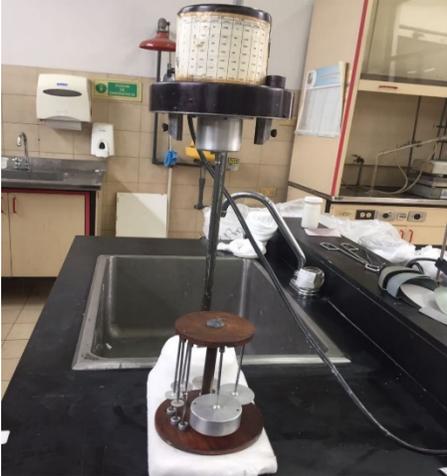
**Cuadro 7.** (Continuación)

Equipo	Parámetros	Imagen
	Densidades menores al agua	
Densímetro	Escala mayores a 1 Medida g ml Densidades mayores al agua	

**2.1.4.2 Viscosidad.** Es una medida de la resistencia de un fluido a ser deformado por un esfuerzo de cizallamiento. Es normalmente conocido como comportamiento de fluidez o resistencia a la caída.

De la misma forma, se realizó una recopilación de los equipos que la empresa actualmente utiliza para determinar la viscosidad de cada una de las materias primas:

**Cuadro 8:** Equipos usados para determinar la viscosidad

Equipo	Parámetros	Imagen
Viscosímetro de Brookfield	Velocidad: 0.6 – 100 rpm Intervalo de viscosidad: 100 – 1'333,000 cP (Depende de la aguja utilizada)	
Balanza analítica METTLER AJ 150	T: 21.2 °C HR: 48 % Intervalo: 0,1mg – 150 g Ubicación: Área de PVC	

**2.1.5 Mantenimiento de los equipos.** Hoy en día el mantenimiento ha cobrado un papel muy importante en el buen funcionamiento de los equipos con los cuales cuenta la empresa, partiendo de un aspecto que consiste en evitar que se produzca la avería, es decir, un mantenimiento preventivo, lo cual va a garantizar que los equipos puedan tener más vida útil y no sea necesario cambiarlos en un corto tiempo.

El laboratorio solo realiza el mantenimiento de las balanzas, de las cuales se habló anteriormente. Este mantenimiento se realiza teniendo en cuenta el punto de inicio

donde se verifica la limpieza del equipo y el punto final donde se registran los datos en un formato.

A continuación, se muestra el mantenimiento de las dos balanzas que usa la empresa.

**Cuadro 9.** Mantenimiento de equipos Croydon Colombia S.A.

<b>EQUIPO</b>	<b>MANTENIMIENTO</b>
<b>Balanza de precisión</b>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Se verifica la limpieza del equipo</li> <li>2. Se inspecciona el inicio del equipo.</li> <li>3. El equipo debe mantenerse encendido durante 10 a 20 min.</li> <li>4. Se debe emplear min 3 masas de carga diferente para la prueba de exactitud y para el caso de excentricidad se realiza con una sola masa.</li> <li>5. se realiza 3 de las cinco pruebas en cada verificación (exactitud, invariabilidad, excentricidad de carga, movilidad y constancia del punto cero).</li> <li>6. La verificación depende de las condiciones de uso del equipo.</li> <li>7. se registran los valores en un formato.</li> </ol>
<b>Balanza analítica mettler AJ 150</b>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. verificar si está limpio el equipo.</li> <li>2. realice la inspección de arranque del equipo.</li> <li>3. mantener encendido el equipo durante 10 a 20 min.</li> <li>4. para las pruebas de excentricidad y exactitud emplee la masa de 100 g, clasificación F1 suministrada por la casa mettler y de propiedad de Croydon Colombia, solo para realizar ajustes.</li> <li>5. se realizan las pruebas de exactitud y excentricidad de carga en cada verificación y de manera aleatoria se selecciona una de los tres restantes para completar tres pruebas en cada verificación.</li> <li>6. la verificación se hará en la bandeja de 2,5 cm.</li> <li>7. registrar los valores en el formato.</li> </ol>

Cabe aclarar que la empresa actualmente realiza solo estas dos pruebas y los resultados las comparan con los estándares para dichas pruebas, lo que significa que, la empresa tiene una necesidad de mejorar el control de calidad que esta realiza, por esta razón se quiere implementar las técnicas químicas.

## 2.1.6 Metodología.

**2.1.6.1 Densidad Relativa.** Debido a que el volumen de cualquier sustancia cambia con la temperatura, en el momento de tomar la densidad, es necesario reportar la temperatura.

La densidad relativa de una sustancia es definida como la relación de la masa de un volumen dado de la sustancia a la masa de un volumen igual de la sustancia

patrón a una temperatura determinada. Estas pruebas son el único soporte de control de calidad que la empresa realiza a los plastificantes DOP.

**2.1.6.2 Viscosidad.** Los procedimientos que realiza la empresa para llevar a cabo la viscosidad se basan en la temperatura, es decir, al momento de aumentar la temperatura, disminuye la viscosidad de un líquido.

Otro factor importante al momento de hallar la viscosidad, es la presión, generalmente, la viscosidad de la mayoría de los líquidos no son afectados por presiones moderadoras, pero hay grandes incrementos a presiones sumamente elevadas. Según lo anterior, a continuación, se muestra el procedimiento para llevar a cabo el análisis de viscosidad en el plastificantes DOP. Una vez identificado los respectivos procedimientos de cada técnica, se evalúa el mantenimiento que se realiza a los equipos.

**2.1.7 Vidriería.** Cada material a utilizar durante la estandarización, debe contar según aplique, con lineamientos de preparación, manipulación y almacenamiento, de igual manera el laboratorio debe garantizar la trazabilidad de la información con relación al almacenamiento de las soluciones que se estén realizando como la utilización de los mismos.

Según lo anterior, la vidriería es un punto importante a la hora de envasar los reactivos, es decir, se debe tener conocimiento de las principales funciones y usos que tiene cada una de la vidriería que se encuentra en el laboratorio para llevar a cabo las técnicas con un menor margen de error.

La vidriería con la que cuenta el laboratorio de la empresa se encuentra en el **Cuadro 10.**

La vidriería con la que cuenta la empresa está en buen estado como se observa en el cuadro anterior, esto se debe principalmente a los procesos de limpieza que se realiza para cada material, lo que permite observar, que una buena limpieza y desinfección puede mantener la vida útil de los materiales.

**Cuadro 10.** Vidriería usada en cada técnica.

<b>Vidriería</b>	<b>cantidad/ estado</b>
Probeta 100 ml	Existen 5/ en buen estado
Vaso de precipitado	Existen 5 / se encuentran en buen estado 250 mL
Pipeta graduada	Existen 3/ se encuentran en buen estado
Erlenmeyer	Existen 6/ se encuentran en buen estado

**Cuadro 10.** Vidriería usada en cada técnica.

<b>Vidriería</b>	<b>cantidad/ estado</b>
	125 mL
Erlenmeyer con boca esmerilada	Existen 4/ se encuentran en buen estado
Condensador de reflujo	Existen 3
Balón aforado fondo plano	Existen 3 50 mL

Teniendo en cuenta lo anterior, la limpieza se debe realizar antes y después de usado el material de vidrio; para esto se tiene en cuenta un procedimiento.

1. Iniciar desde las zonas menos sucias, progresando a las más sucias.
2. Iniciar desde zonas más altas progresando a las zonas más bajas.
3. Las superficies más altas deben limpiarse con un fregadero especial impregnado con un agente de limpieza evitando dispersar el polvo.

La desinfección es un proceso físico o químico que extermina o destruye la mayoría de los microorganismos patógenos y no patógenos, pero rara vez elimina las esporas.<sup>16</sup> Esto significa que la desinfección de los materiales de vidrio debe realizarse por medio de un detergente, dependiendo de los reactivos que se utilizan en el laboratorio, se debe utilizar un determinado detergente.

Para realizar la desinfección, se tiene en cuenta el siguiente procedimiento:

1. Limpiar en profundidad.
2. Utilizar la mínima cantidad de un producto desinfectante suave, pero efectivo.
3. Utilizar guantes y gafas dependiendo del reactivo que se esté utilizando.

Estos procedimientos de limpieza y desinfección garantizan que los reactivos que vayan a ser utilizados no estén contaminados, y que además las técnicas analíticas tengan buenos resultados, disminuyendo así el margen de error que se pueda generar.

---

<sup>16</sup> MEDINA DELGADO, Erika y DÍAZ ROA, Paola Andrea. Elaboración y documentación del programa de limpieza y desinfección de los laboratorios del departamento de microbiología de la pontificia universidad javeriana. [En línea]. 2006. [10 de Abril de 2018]. Disponible en. <http://www.javeriana.edu.co/biblos/tesis/ciencias/tesis281.pdf>.

**2.1.8 Listado de reactivos.** Los reactivos deben tener la calidad requerida por las técnicas a implementar y la preparación de los mismos. De igual forma, la calidad del agua utilizada en el desarrollo de la estandarización debe ser la mejor.

Para la realización de las pruebas físicas (densidad relativa y viscosidad), no se utilizan reactivos, pero al realizar el análisis de los reactivos con los que cuenta la empresa, para poder llevar a cabo las técnicas químicas, se pudo identificar el siguiente listado.

- Etanol ( $C_2H_5OH$ ) con un máximo de agua del 2%
- Solución de hidróxido de potasio (KOH)
- Solución indicadora azul de bromotimol
- Agua destilada
- Solución de ácido clorhídrico (HCl) con una concentración de 0,5 mol/L.
- Hidróxido de sodio
- Ácido nítrico
- Ftalato de potasio
- Sulfato de sodio
- Cloruro de potasio

A continuación, en el **cuadro 10**, se podrá observar las precauciones que se deben tener en cuenta al momento de manipular los reactivos en cada técnica con su respectiva cantidad y pureza.

**Cuadro 10** Información de reactivos a usar en técnicas a implementar.

ID	PRECAUCIÓN	CANTIDAD	GRADO DE PUREZA	CONSERVACIÓN (PURO/ EN SOLUCIÓN)
<b>Etanol</b>	-----	5 Litros	97%	En solución
<b>Hidróxido de potasio</b>	Muy tóxico por ingestión e inhalación. Con caretas.	1000g	98 %	En solución
<b>Azul de bromotimol</b>	Impida que se libere al medio ambiente. Evite que penetre en el alcantarillado y el medio ambiente conducciones de agua. Si el producto alcanza los desagües o las conducciones públicas	3 g	puro	Puro

	de agua, notifíquelo a las autoridades.			
<b>Ácido clorhídrico</b>	Asegúrese que todos los recipientes estén etiquetados. Use equipo de protección personal adecuado.	2 litros	37% (máxima concentración encontrada)	En solución
<b>Hidróxido de sodio</b>	Este compuesto no es inflamable, sin embargo, puede provocar fuego si se encuentra en contacto con materiales combustibles. Se debe utilizar guantes y bata.	500 g	Disolución al 50 %	En solución
<b>Ácido nítrico</b>	Puede generar óxidos de nitrógeno, muy tóxicos, cuando se calienta. Por ser un fuerte oxidante, su contacto con material combustible hace que se incremente el riesgo de fuego o incluso explosión.	2L	Disolución del 50%	En solución
<b>Ftalato de potasio</b>	Es irritante y tóxico, es decir que si se llega a ingerir se debe tomar agua y consultar al médico. Si se tiene contacto con los ojos, se debe lavar con abundante agua.	100g	Puro	Puro
<b>Sulfato de sodio</b>	No es inflamable ni es peligroso bajo condiciones de fuego, pero puede explotar cuando se funde con aluminio. No es peligroso para la salud.	2L	43%	En solución

**Cuadro 10.** (Continuación)

ID	PRECAUCIÓN	CANTIDAD	GRADO DE PUREZA	CONSERVACIÓN (PURO/ EN SOLUCIÓN)
<b>Cloruro de potasio</b>	Usar protección personal (ropa de protección contra el polvo, lentes de seguridad, guantes y zapatos de seguridad). Prestar primeros auxilios a las víctimas y mandarlas al hospital. En caso de incendio, usar ropa a prueba de fuego, un autorescatador u otro equipo dependiendo de la fuente de ignición.	2L	99,3%	En solución
<b>Naranja de metilo</b>	Tóxico en caso de ingestión	5g	36%	En solución
<b>Fenolftaleína</b>	Tóxico en caso de ingestión	5g	1%	En solución
<b>Carbonato de sodio</b>	Producto alcalino, irritante severo de ojos e irritante moderado de membrana mucosa y pie	100g	99,13%	En solución

**Fuente:** ECURED. Hidróxido de Potasio. [En línea]. 2018. Disponible en: [https://www.ecured.cu/Hidr%C3%B3xido\\_de\\_Potasio](https://www.ecured.cu/Hidr%C3%B3xido_de_Potasio). Modificado por el autor.

Los reactivos con los que cuenta la empresa tienen una cantidad óptima para llevar a cabo diferentes técnicas químicas con varias repeticiones.

## 2.2 ALCANCE DE LAS TÉCNICAS

Una vez identificadas las necesidades y requerimientos, las técnicas pueden ser seleccionadas. Generalmente para seleccionar el método de las técnicas a implementar, se debe tener en cuenta las variables de matriz de análisis, el rango de análisis, el costo asociado a la realización de las técnicas teniendo en cuenta los diferentes ensayos que se realizan, los reactivos, la vidriería y la infraestructura y condiciones del laboratorio.

A continuación, se muestra un cuadro donde se encuentran los principales aspectos que se tuvieron en cuenta para llegar a la conclusión de que técnicas se podían llevar a cabo en la empresa.

**Cuadro 11.** Alcance de las técnicas.

<b>ASPECTOS A ANALIZAR</b>	<b>DESCRIPCIÓN</b>
COSTOS	La empresa quiere llevar a cabo las técnicas que no requieran costo alguno, teniendo en cuenta que las pruebas se pueden realizar en el mismo laboratorio de la empresa.
EQUIPOS	<ul style="list-style-type: none"><li>• Equipos con los que cuenta la empresa, teniendo en cuenta los equipos que se utilizan en las dos pruebas de densidad relativa y viscosidad. Cabe aclarar que estas son las únicas pruebas que la empresa realiza a los plastificantes para realizar el control de calidad.</li><li>• En las técnicas que se van a llevar a cabo, se debe tener en cuenta que los equipos deben estar en el laboratorio de la empresa, ya que CROYDON COLOMBIA S.A no tiene los recursos disponibles para comprar equipos.</li></ul>
REACTIVOS Y VIDRIERÍA	<ul style="list-style-type: none"><li>• La empresa cuenta con 10 reactivos aproximadamente, que no solo se utilizan para llevar a cabo las técnicas de densidad relativa y viscosidad, sino además, se utilizan para realizar control de calidad a los productos ya terminados.</li><li>• Partiendo de lo anterior, se debe tener en cuenta, que la empresa puede realizar aquellas técnicas que requiere los reactivos con los que se cuenta, pero si en alguna técnica llega a faltar un reactivo, la empresa tiene la posibilidad de comprar máximo dos reactivos.</li><li>• La empresa debe comprar material volumétrico para la implementación de las metodologías.</li></ul>
VELOCIDAD DE PRODUCCIÓN	Se pueden llevar a cabo aquellas técnicas que tengan un factor crucial en el análisis del plastificante, es decir, técnicas que tengan criterios para mejorar el control de calidad de los mismos.

Dentro del análisis de aplicabilidad de las técnicas, es preciso que el laboratorio evalúe los parámetros de aplicabilidad de las técnicas como: la precisión, sensibilidad, grado de selectividad, tiempo de análisis y tamaño de la muestra, ya que es necesario saber la viabilidad de la técnica y como se puede aplicar dentro de la empresa generando así protocolos de estandarización.

La elección de las técnicas es de vital importancia, ya que la empresa quiere realizar, por medio de su equipo de calidad, un control más profundo de los plastificantes y de su calidad para garantizar una disminución en los errores que se genere en el producto terminado.

## **2.3 NORMATIVIDAD A IMPLEMENTAR**

**2.3.1 Determinación de normatividad.** La norma que servirá como guía en el desarrollo de este proyecto es la norma NTC 3305 DE PLÁSTICOS. MUESTREO Y EVALUACIÓN DE LOS PLASTIFICANTES UTILIZADOS EN PLÁSTICOS, la cual tiene como objetivo contemplar el muestreo y la evaluación de los plastificantes líquidos utilizados en compuestos de plásticos. Incluye la determinación del número ácido, el contenido de éster, la gravedad específica, el color y el índice de refracción.

**2.3.2 Alcance.** En esta norma no se pretende considerar todos los aspectos de seguridad, si los hay, relacionados con el uso de esta norma. El usuario de esta norma es responsable de establecer procedimientos apropiados respecto de seguridad y salud y, antes de usarla, debe determinar la aplicación de restricciones reglamentarias.

Después de analizar la normatividad con la que cuenta la empresa, se determinó el uso de la NTC 3305 para plásticos, muestreo y evaluación de los plastificantes utilizados en plásticos, el cual se encuentra vigente en la empresa.

Esta norma NTC se encuentra basada en la norma ASTM D1045, en donde se evidencia la misma metodología, también se utilizan los mismos reactivos, pero esta última se encuentra en inglés.

Es necesario tener referencia de estas dos normas para llevar a cabo la estandarización de las técnicas químicas, ya que estas nos indican los procedimientos estipulados para cada prueba y esto facilita la realización de cada técnica.

A continuación, se hará un recuento de las técnicas con las que cuenta la norma y así evaluar su importancia en el control de calidad del plastificante DOP, teniendo en cuenta las condiciones de equipamiento del laboratorio anteriormente evaluadas.

**2.3.3 Número ácido.** Esta técnica es de gran importancia a la hora de evaluar el grado de acidez que tiene una sustancia, en este caso el plastificante a analizar

como materia prima; para determinar la acidez, se necesitan diferentes reactivos, como lo son: etanol ( alcohol), hidróxido de potasio (KOH), agua (H<sub>2</sub>O) y el azul de bromotimol como sustancia indicadora.

La acidez es un factor esencial en el control de calidad de un plastificante, ya que si su acidez es muy alta esto puede generar el deterioro irreversible del producto ya terminado, es decir, esta técnica no solo evalúa las condiciones óptimas del plastificante para ser procesado, sino también, evita que se puedan generar desgastes en las botas de PVC, esto significa, que las botas podrán tener una vida útil más larga.

Una vez evaluado cada factor de la técnica, podemos concluir, que la empresa si cuenta con los reactivos que esta norma requiere y a su vez los equipos que se necesitan, como lo es el Phi metro, el cual si se encuentra disponible en la empresa. Además, realizando un control de calidad más exhaustivo del plastificante que ingresa a la empresa, se podría llegar a evitar daños y defectos en las botas de PVC.

**2.3.4 Contenido de éster.** La técnica de contenido de éster analiza la cantidad de éster que hay en una sustancia, para darle resistencia y así para que el producto final salga de buena calidad. La empresa cuenta con los reactivos y equipos que esta técnica requiere

Polímeros de bajo peso molecular que aportan a la matriz polimérica características tales como las elevadas propiedades mecánicas, la resistencia a la migración y a la extracción, la estabilidad en el tiempo frente a fenómenos atmosféricos, el rendimiento a altas temperaturas, escasa o nula toxicidad y una buena compatibilidad medioambiental.

**2.3.5 Índice de refracción.** El índice de refracción es usado en la industria química para la determinación de pureza de diferentes reactivos, en este caso para los que se encuentran en la empresa, además se usa para la renderización de materiales refractantes en los gráficos 3D por computador. Para llevar a cabo esta técnica en la empresa, se requiere un refractómetro, equipo con el que no cuenta la empresa y por esta razón no es posible realizarla.

**2.3.6 Contenido de agua:** Algunos plastificantes tienen grandes cantidades de agua, pero también hay otros que tienen poca cantidad de agua. En este caso, la técnica de contenido de agua analiza que tanto nivel de humedad contiene el plastificante para que esta cantidad no interfiera durante el proceso de producción y no genere cambios en las propiedades físicas del plastificante, como la dureza, y algunas propiedades mecánicas.

Esta técnica se rige bajo la norma ASTM E203/ ISO 760, donde se pueden encontrar los reactivos que se van a utilizar durante la experimentación, cada procedimiento

y los equipos. Se concluyó que esta técnica no se puede llevar a cabo, ya que la empresa no cuenta con la piridina, el cual es un reactivo de difícil manipulación, debido a su olor casi nauseabundo y su repercusión en la salud, generando cáncer a largo plazo, además, tampoco cuenta con los equipos necesarios para llevar a cabo el método de Karl Fisher.

**2.3.7 Color.** Es un método que requiere reactivos con los cuales la empresa no cuenta, además, no cuenta con los equipos necesarios para llevar a cabo las técnicas.

**2.3.8 Densidad Relativa** En la norma 3305, se muestran los procedimientos pertinentes para poder llevar a cabo la técnica, sin embargo, esta técnica ya está implementada en la empresa, basados en metodologías internas.

En el siguiente cuadro, se puede evidenciar las diferentes pruebas que según la norma se pueden realizar, pero después de un análisis riguroso de todas las condiciones de laboratorio y estado de cada metodología que realiza la empresa actualmente, se pudo obtener el siguiente análisis (**Cuadro 13**).

Después de analizar las diferentes condiciones en la que se encuentra la empresa, teniendo en cuenta el equipamiento, la vidriería, los reactivos, y las normatividades, se puede establecer la estandarización de las técnicas número ácido y contenido de éster.

**Cuadro 12.** Evaluación de las técnicas.

técnica evaluada	aspectos a evaluar			
	Normatividad (NTC O ASTM)	Reactivos disponibles en la empresa	Equipos disponibles en la empresa	Vidriería disponible en la empresa
NUMERO ÁCIDO	✓	✓	✓	✓
CONTENIDO DE ESTER	✓	✓	✓	✓
ÍNDICE DE REFRACCIÓN	✓	✓	X	✓
COLOR	✓	X	X	✓
CONTENIDO DE AGUA	✓	X	X	✓

Dónde:

- ✓ : Se encuentra disponible en la empresa.
- X : No se encuentra disponible en la empresa.

Adicionalmente para el desarrollo de las técnicas analíticas se sugiere la compra de material aforado puesto que es necesario para la preparación de las disoluciones planteadas por la norma NTC 3305, esto justificado que con lo observado en el **Cuadro 12** no cuenta la empresa y para el desarrollo de técnicas analíticas es requerido.

**Tabla 2.** Material requerido para desarrollo de técnicas

<b>Material Requerido</b>	<b>Cantidad</b>
Balón aforado 500 mL	1
Balón aforado 250 mL	1
Bureta 25 mL	2
Pipeta aforada 50 mL	1
Pipeta aforada 25 mL	1

### 3. ESTANDARIZACIÓN DE LAS TÉCNICAS QUÍMICAS SELECCIONADAS A PARTIR DE LA NORMA NTC 3305

Las técnicas que se estandarizan a continuación son establecidas a partir de la implementación de los propuestos en la norma NTC 3305 para la técnica número ácido y de la norma ASTM D1045 para contenido de éster Ver diagrama 7.

#### 3.1 NÚMERO ÁCIDO

Para la determinación del número ácido es necesario desarrollar 3 procedimientos intrínsecos a la técnica los cuales son: estandarización de KOH mediante un patrón primario (ftalato ácido de potasio), análisis del blanco (Etanol) y análisis del DOP determinación del número ácido.

**3.1.1 Estandarización de KOH mediante un patrón primario (Ftalato ácido de potasio).** La estandarización de soluciones básicas ya sea KOH o NaOH se realiza mediante la implementación de un estándar primario cuyas características son: estabilidad atmosférica, alta pureza, elevado peso molecular y reacción rápida y cuantitativa con el analito. El estándar primario seleccionado es el ftalato ácido de potasio y como sustancia indicadora se usa la fenolftaleína.

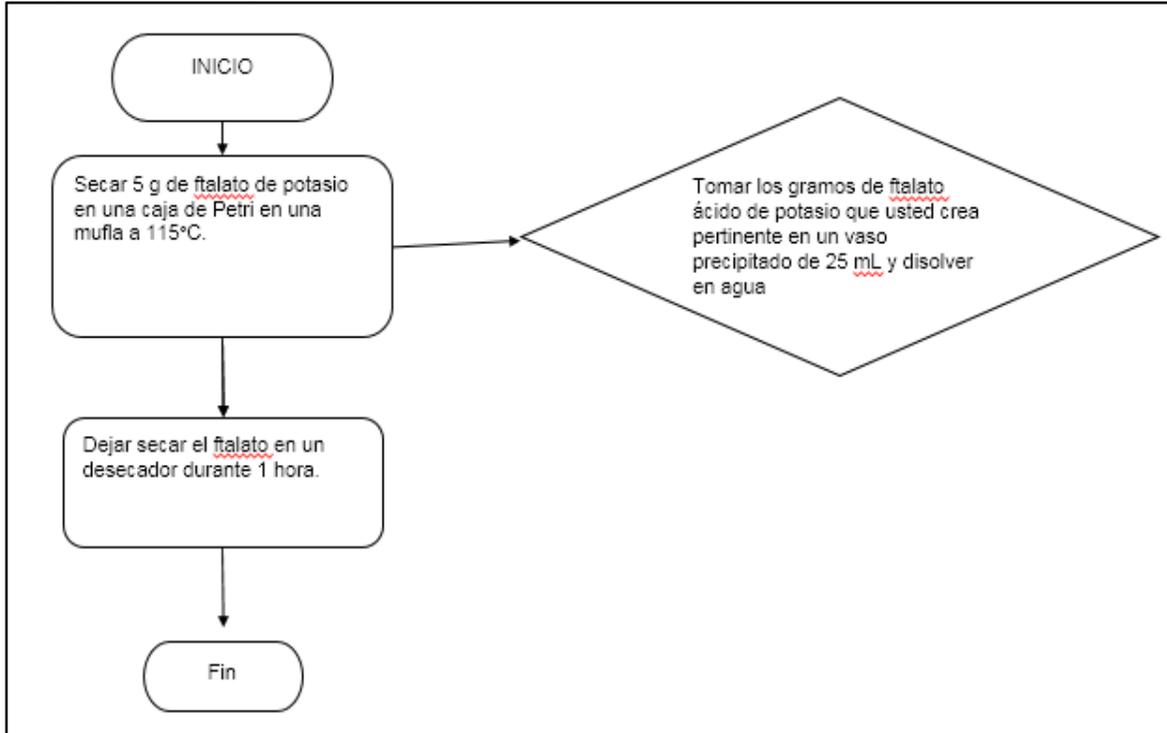
**3.1.1.1 Reactivos:** En la estandarización del patrón primario, se utilizan diferentes reactivos:

**Cuadro 13.** Reactivos para la estandarización del KOH mediante el patrón primario.

Disolución de KOH en Etanol, 0,01M	Ftalato acido de potasio, sólido	Disolucion de fenolftaleina al 0,1% en etanol.

**3.1.1.2 Preparación patrón primario (ftalato de potasio):** Para preparar el patrón primario, se tiene en cuenta el siguiente diagrama donde se explica el paso a paso de su preparación, partiendo de 5 g de ftalato de potasio.

**Diagrama 4:** Diagrama estándar primario ftalato de potasio.



**3.1.1.3 Preparación disolución de KOH en etanol 0,01M.** Para la preparación del KOH en etanol 0,01 M se realizó el siguiente cálculo determinando qué masa se debía pesar para disolverse en 500 mL de etanol.

**Tabla 3:** Preparación de disolución del KOH en etanol 0,01M.

ASPECTOS A ANALIZAR	CANTIDAD
Volumen a preparar	500 ml
Peso molecular del KOH	56,11 g/mol
Pureza del KOH	88%
Etanol grado analítico	

• **Cálculo de masa del KOH para preparar la disolución.** Teniendo en cuenta que KOH representan 88% de pureza.

**Ecuación 3.** Determinación de masa de KOH.

$$0,5L * \frac{0,01mol}{L} * \frac{56,11g}{mol} = 0,28055g$$

- **Masa a tomar que represente 100% de pureza del KOH:** Se realiza el siguiente cálculo para determinar que masa se debe tomar para asegurar un 100% de KOH.

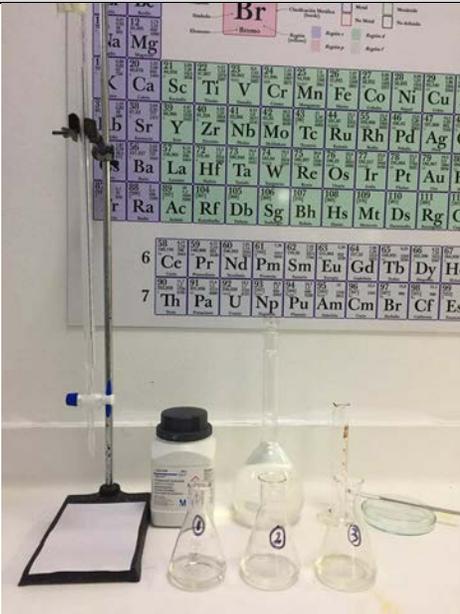
**Ecuación 3.** Determinación de la disolución de KOH a partir del 100% de pureza.

$$X = 100\% * \frac{0,2806 \text{ g KOH}}{85\%} = 0,3349 \text{ g KOH}$$

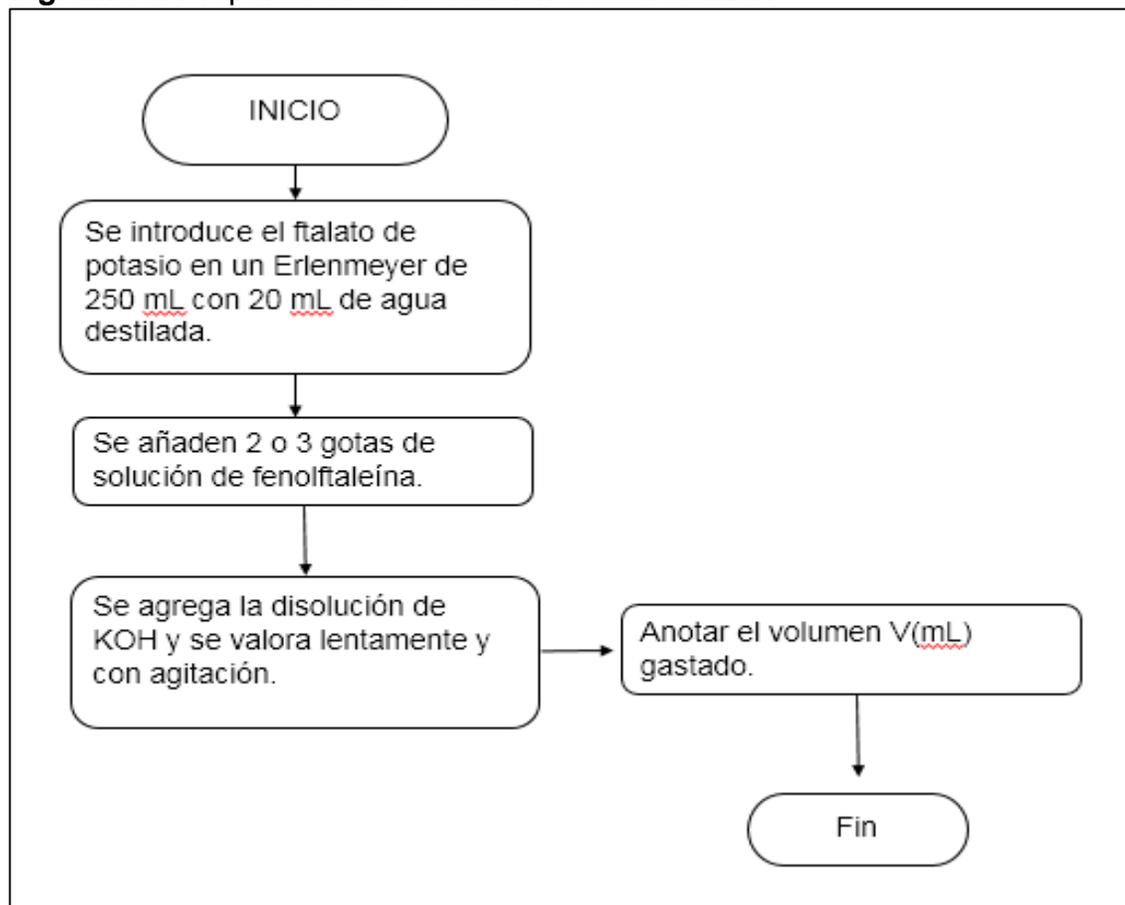
La masa pesada se adiciona a un beaker de 250 mL y se adicionan aproximadamente 150 mL de etanol, se coloca un agitador magnético en el beaker con la solución y posteriormente en una plancha de calentamiento a 25 °C aproximadamente, se pone en agitación la solución. Luego de que se enfría y está a temperatura ambiente, se adiciona la solución al balón aforado de 500 mL y se lleva al aforo con etanol.

**3.1.1.4 Aplicación de la estandarización.** Después de haber identificado los principales reactivos y el peso necesario de estos para la preparación del estándar primario, se lleva a cabo los 3 ensayos con disolución de KOH en etanol (0,01M).

**Cuadro 14.** Preparación de 3 ensayos del estándar primario con disolución KOH en etanol (0,01M)

Descripción	imagen
Preparación del estándar primario, solución de etanol e indicador de viraje (Fenolftaleína).	

**Diagrama 5:** Preparación de la solución a estandarizar.



**Tabla 4.** KOH consumido en cada una de las 3 titulaciones

Nº Titulación	Ftalato ácido de potasio tomado por número de titulación (g)	KOH consumido en titulación (mL)
1	0,0890	55,9
2	0,0696	47,1
3	0,0592	36,3

En la tabla anterior se muestran los gramos del estándar primario (ftalato de potasio) usados por cada titulación y el KOH consumido por cada una de ellas para la neutralización del estándar primario.

- **Soluciones del estándar primario (ftalato de potasio) neutralizadas con disolución de KOH en etanol (0,01M).** En el siguiente cuadro, se muestra los tres ensayos con sus respectivas neutralizaciones.

**Cuadro 15.** Estándar primario neutralizado en los tres ensayos.

Estándar primario N°1 Neutralizado	Estándar primario N°2 Neutralizado	Estándar primario N°3 Neutralizado
		

La coloración del estándar primario neutralizado es lila, lo que significa que tiene un pH aproximadamente de 8-10.

**3.1.1.5 Cálculo de Molaridad del KOH a partir de la titulación del Estándar primario** Donde FT: Ftalato ácido de potasio tomado.

**Ecuación 5.** Determinación de moles de KOH.

$$\text{moles de KOH} = (\text{g})\text{FT} * \frac{1\text{molFT}}{204,23\text{gFT}} * \frac{1\text{molKOH}}{1\text{mol FT}}$$

**Ecuación 2.** Determinación de la molaridad

$$M = \frac{\text{moles de KOH}}{\text{Vol (L)KOH consumidos en titulación}}$$

- Titulación N° 1.

**Ecuación 3.** Calculo de moles de KOH Titulación N° 1.

$$\text{moles de KOH} = 0,089(\text{g})\text{FT} * \frac{1\text{molFT}}{204,23\text{gFT}} * \frac{1\text{molKOH}}{1\text{mol FT}}$$

$$M = \frac{4.35 \times 10^{-4} \text{ moles de KOH}}{0.56 \text{ (L)KOH consumidos en titulación}} = 7.88 \times 10^{-3}$$

- Titulación N° 2.

**Ecuación 4.** Calculo de moles de KOH Titulación N°2.

$$\text{moles de KOH} = 0,07(\text{g})\text{FT} * \frac{1\text{molFT}}{204,23\text{gFT}} * \frac{1\text{molKOH}}{1\text{mol FT}} = 3,43 \times 10^{-4} \text{ moles de KOH}$$

$$M = \frac{3,43 \times 10^{-4} \text{ moles de KOH}}{0,471 \text{ (L)KOH consumidos en titulación}} = 7,28 \times 10^{-3}$$

- Titulación N° 3.

**Ecuación 5.** Calculo de moles de KOH Titulación N°3.

$$\text{moles de KOH} = 0,06(\text{g})\text{FT} * \frac{1\text{molFT}}{204,23\text{gFT}} * \frac{1\text{molKOH}}{1\text{mol FT}} = 2,94 \times 10^{-4} \text{ moles de KOH}$$

$$M = \frac{2,94 \times 10^{-4} \text{ moles de KOH}}{0,471 \text{ (L)KOH consumidos en titulación}} = 8,1 \times 10^{-3}$$

- Promedio de las molaridades obtenidas en las tres (3) titulaciones.

**Ecuación 10.** Promedio de molaridades de las tres titulaciones.

$$\text{Promedio} = \frac{8,1 \times 10^{-3} M + 7,28 \times 10^{-3} M + 7,88 \times 10^{-3} M}{2} = 7,75 \times 10^{-3}$$

Por medio de los cálculos realizados se determinó la molaridad obtenida en cada titulación y posteriormente se hizo un promedio con los valores obtenidos para usarlo como valor real de la solución preparada de KOH.

**3.1.2 Análisis del blanco (Etanol):** Para preparar el blanco se utilizó 25 mL de etanol como lo indicaba la norma NTC 3305. Se tituló el etanol con el KOH en disolución preparado anteriormente.

**Cuadro 16.** Reactivos análisis del blanco (etanol).

Disolución de KOH en etanol, 0,00775M	Etanol en grado analítico	Disolución de azul de bromotimol en etanol 0,1g/100 mL

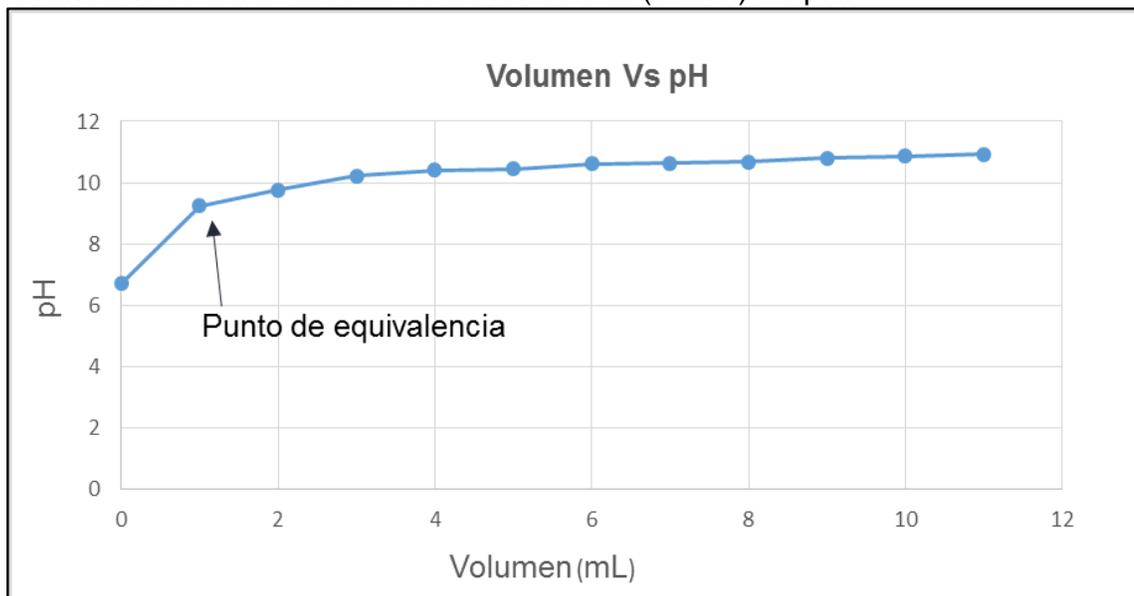
Con ayuda de la sonda de pH se ratificaron los cambios de este valor con cada adición de KOH hasta encontrar el punto de equivalencia, momento en el cual se observó el cambio de coloración por parte del indicador (azul de bromotimol).

- **Volumen usado en la titulación del blanco (Etanol grado analítico) y su respectivo valor de pH**

**Tabla 5.** Relación volumen disolución KOH en etanol y pH.

<b>Volumen ( ml) disolución KOH en etanol 0,0077M</b>	<b>pH</b>
0	6,70
0,1	9,25
0,2	9,77
0,3	10,22
0,4	10,40
0,5	10,44
0,6	10,62
0,7	10,64
0,8	10,68
0,9	10,81
1	10,867
1,1	10,928

**Gráfica 1:** volumen del blanco de referencia (etanol) Vs pH.

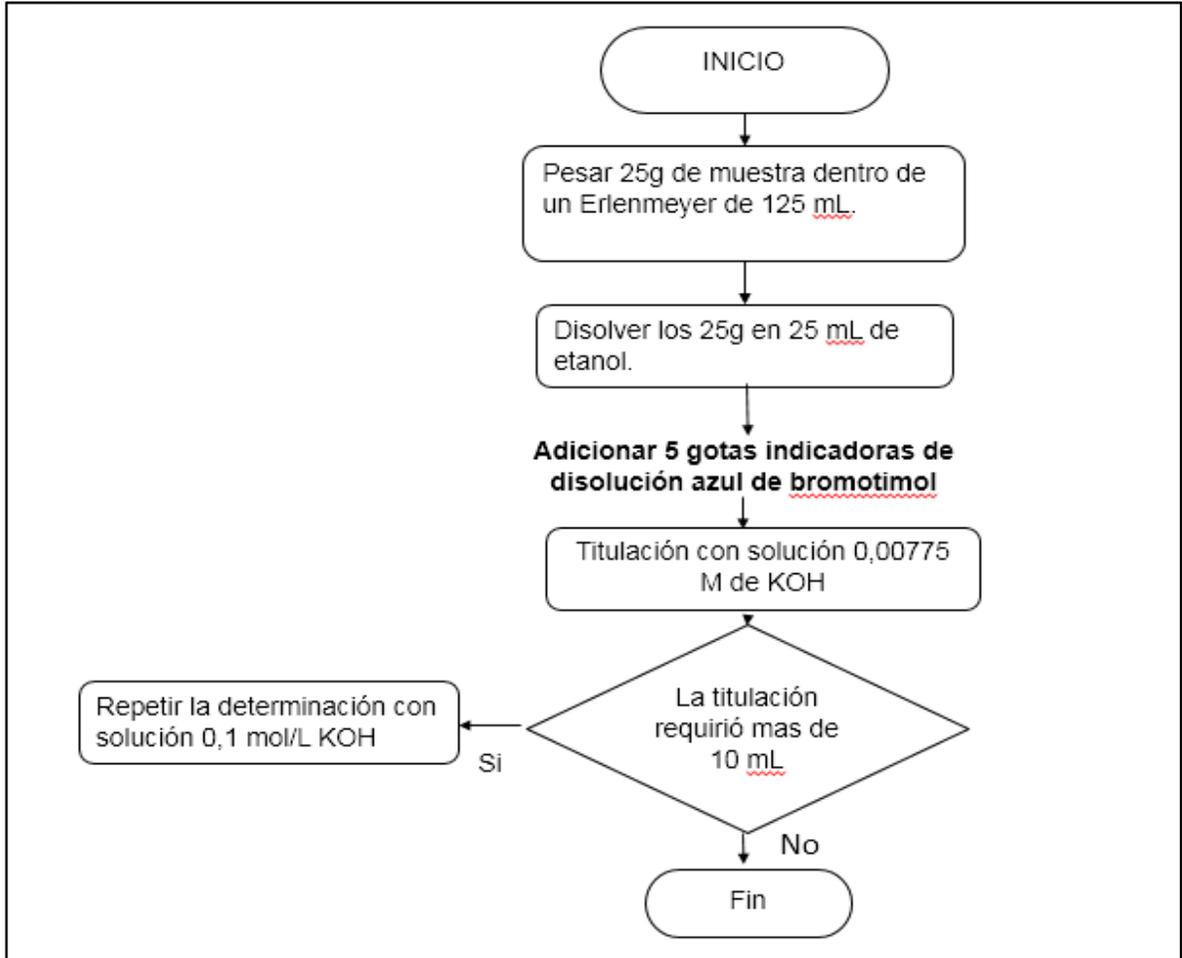


Generalmente los alcoholes primarios se oxidan a ácidos carboxílicos, la sustancia empleada como referencia en este análisis es el etanol por consiguiente es importante determinar su grado de oxidación realizando el mismo procedimiento que se realiza a la muestra de DOP con el fin de que esta cantidad oxidada no incida sobre el reporte del número ácido reportado al final para el plastificante.

De ahí que el análisis del blanco de referencia (Etanol) muestra que para un pH de 9,25 se observa el primer cambio de coloración del indicador azul de bromotimol en un volumen de 0,1 ml de KOH 0,00775 M, volumen empleado en la determinación del número ácido.

**3.1.3 Análisis de DOP, determinación del Número ácido.** El siguiente esquema muestra el procedimiento que se llevó a cabo para la realización de la técnica, teniendo en cuenta la norma NTC 3305, donde se analizan las cantidades que se debe agregar de cada reactivo.

**Diagrama 6:** Procedimiento de técnica Número ácido.



A continuación, se muestra la ecuación utilizada para calcular el número ácido a partir de los volúmenes obtenidos.

**Ecuación 6:** Número Ácido.

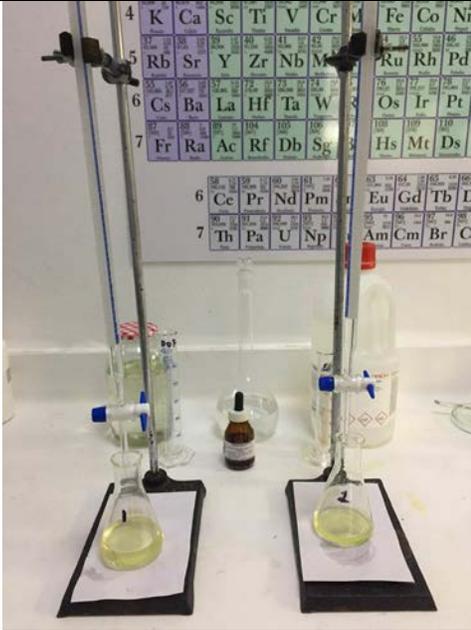
$$NA = \frac{(A - B) * M * 56,1}{C}$$

Dónde:

- NA: Número ácido en mg KOH/ g
- A: Volumen de la solución de hidróxido de potasio requeridos para la titulación de la muestra, en mL
- B: volumen de la solución de hidróxido de potasio requeridos para la titulación del blanco, en mL
- M: molaridad de la solución de hidróxido de potasio, en mol/L
- C: masa de la muestra usada, en g.

**3.1.3.1 Preparación de las muestras a titular.** El siguiente cuadro muestra las diferentes titulaciones que se llevaron a cabo para cada ensayo, teniendo en cuenta la preparación del estándar primario. Además, para empezar la titulación de la solución de KOH, se debe preparar un blanco, el cual es la referencia de viraje al que los diferentes ensayos deben llegar.

**Cuadro 17.** Preparación de las muestras a titular

descripción	imagen
<p>Se prepara un blanco (1) y una muestra a titular (2) para observar viraje de color.</p>	
<p>Después de realizar la titulación de cada la muestra y del blanco , se obtuvo como resultado un cambio en el viraje, es decir, la coloración, que en un principio era amarillo , ahora toma un color verde-azulado, lo que significa que el intervalo de viraje se encuentra entre 6,0- 7,6, es decir, esta solución esta neutralizada</p>	

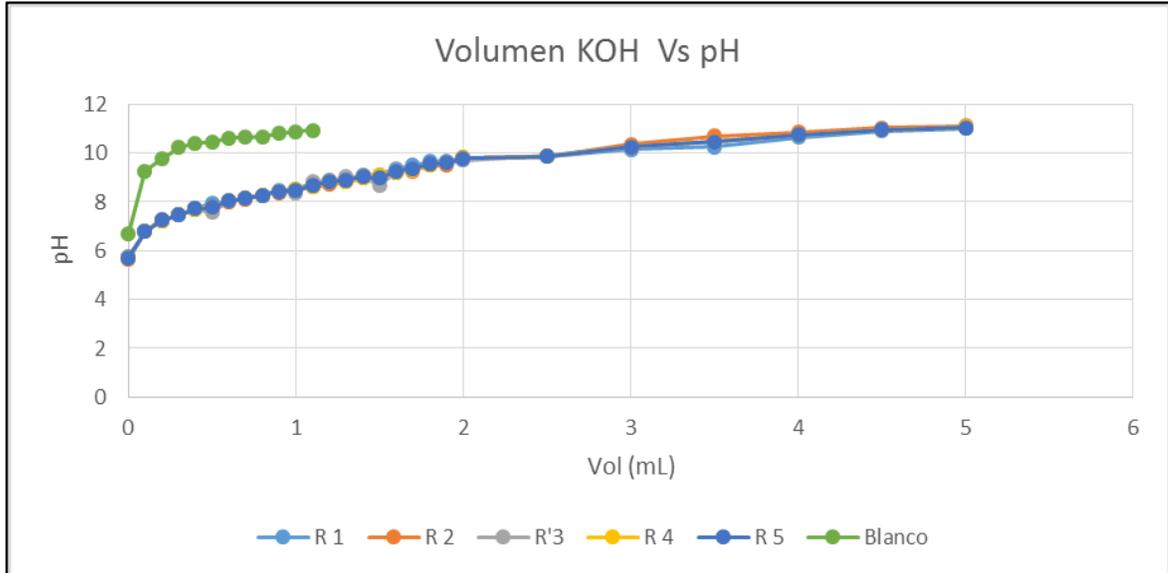
Los resultados obtenidos tras la implementación del procedimiento descrito fueron leídos mediante tres técnicas, una visual mediante el viraje del indicador, una potensiométrica observando las variaciones de pH y una espectrofotométrica que permitió constatar la variación específica del color observado mediante la técnica visual.

**3.1.3.2 Resultados técnica número ácido:** El volumen que se determinó del KOH empleado en las titulaciones fue de 2,5 ml para las repeticiones evaluadas; en este valor se registró un viraje del indicador de amarillo a verde azul, lo que también se registra en el cambio de pH (Tabla 3).

**Tabla 6.** Resultados pruebas número ácido.

	Repetición 1	Repetición 2	Repetición 3	Repetición 4	Repetición 5
<b>Masa (g)</b>	25,07	25,09	25,03	25,05	25,05
<b>Volumen (ml)</b>	<b>pH</b>	<b>Ph</b>	<b>pH</b>	<b>pH</b>	<b>pH</b>
0	5,75	5,67	5,78	5,7	5,73
0,1	6,78	6,79	6,79	6,79	6,79
0,2	7,23	7,27	7,25	7,24	7,25
0,3	7,47	7,47	7,47	7,47	7,47
0,4	7,76	7,7	7,73	7,7	7,72
0,5	7,93	7,80	7,58	7,8	7,78
0,6	8,05	8,02	8,04	8,03	8,03
0,7	8,18	8,11	8,15	8,15	8,15
0,8	8,27	8,28	8,28	8,28	8,28
0,9	8,45	8,39	8,42	8,41	8,42
1	8,52	8,49	8,35	8,5	8,47
1,1	8,73	8,61	8,81	8,64	8,70
1,2	8,9	8,72	8,87	8,81	8,82
1,3	8,9	8,83	9,03	8,83	8,90
1,4	9,083	8,98	9,09	9,01	9,04
1,5	9,1	9,07	8,66	9,07	8,98
1,6	9,37	9,21	9,29	9,21	9,27
1,7	9,49	9,25	9,37	9,32	9,36
1,8	9,65	9,49	9,57	9,5	9,55
1,9	9,68	9,51	9,60	9,60	9,60
2	9,82	9,8	9,7	9,81	9,78
2,5	9,87	9,85	9,88	9,86	9,87
3	10,155	10,37	10,26	10,26	10,26
3,5	10,243	10,69	10,47	10,47	10,47
4	10,64	10,86	10,75	10,75	10,75
4,5	10,9	11,02	10,96	10,96	10,96

**Gráfica 2.** Volumen KOH Vs pH.



Estas observaciones también fueron constatadas mediante el análisis espectrofotométrico, donde inicialmente se realizó una curva espectral para determinar el valor máximo de la absorbancia en el momento del viraje, este valor correspondió a 625 nm (**Gráfica 3**) que corresponde a un color observado verde-azul y absorbido rojo, para verificar el cambio de color en las titulaciones se procedió a analizar la absorbancia de la solución punto a punto. Después de cada adición de KOH teniendo en cuenta el valor de máxima absorbancia, con lo cual se verificó que al alcanzar un volumen adicionado de 2,5 la absorbancia de la solución titulada era mayor (**Tabla 6**).

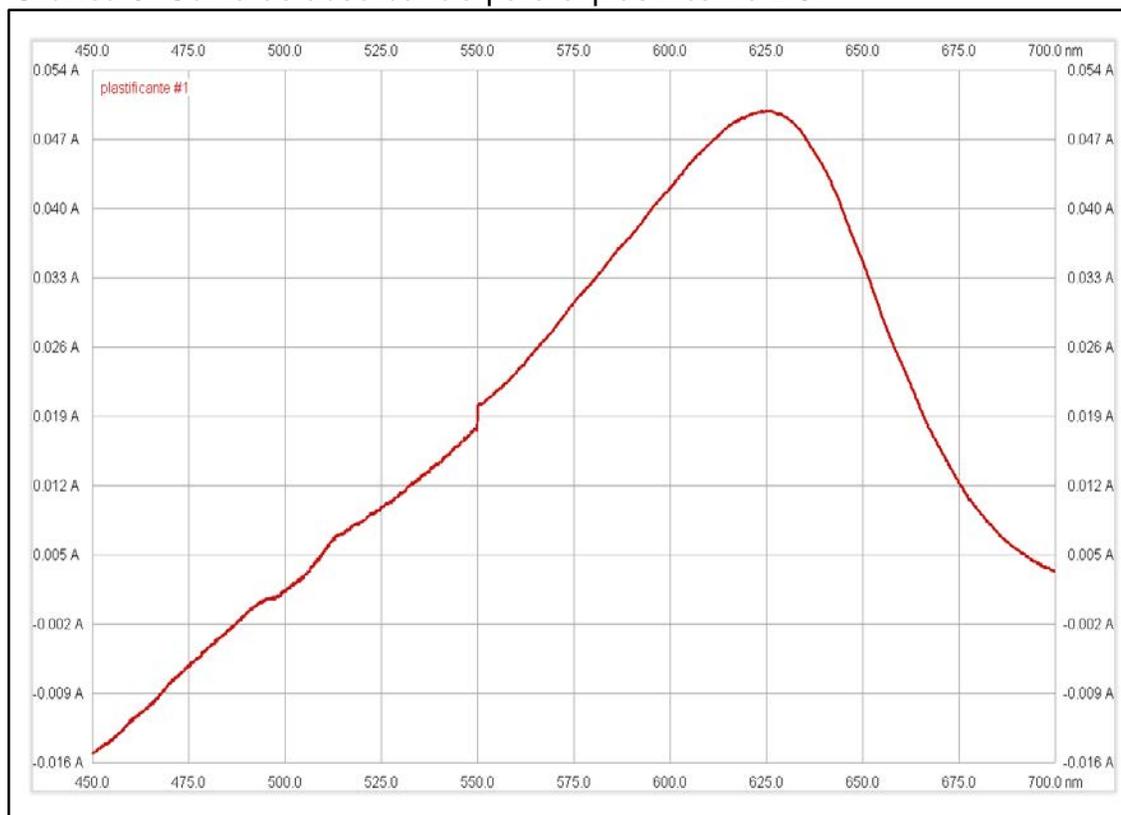
La determinación de la absorbancia no se encontraba estipulada en la norma NTC 3305, sin embargo, para tener un valor más exacto y confirmar el valor obtenido en el método visual, en este proyecto se quiso llevar a cabo el análisis espectrofotométrico.

**Figura 5.** Longitud de onda de máxima absorbancia con su respectivo color absorbido y su color observado.

Longitud de onda de máxima absorbancia (nm)	Color absorbido	Color observado
380–420	Violeta	Amarillo verdoso
420–440	Azul violáceo	Amarillo
440–470	Azul	Naranja
470–500	Verde azulado	Rojo
500–520	Verde	Púrpura
520–550	Verde amarillento	Violeta
550–580	Amarillo	Azul violáceo
580–620	Naranja	Azul
620–680	Rojo	Verde azulado
680–780	Púrpura	Verde

**Fuente:** ACEVEDO, Margy P., ARDILA, Eidy C. y NAVARRO, Luz A. Elaboración de un espectrofotómetro casero, mediante la utilización de un CD. Universidad Santo Tomás. Facultad Química Ambiental. [En línea]. Floridablanca, 2010. Disponible en: [http://fqmegablog.blogspot.com.co/2010/06/elaboracion-de-un-espectrofotometro\\_04.html](http://fqmegablog.blogspot.com.co/2010/06/elaboracion-de-un-espectrofotometro_04.html)

**Gráfica 3.** Curva de absorbancia para el plastificante DOP



Como se mencionó con anterioridad en la gráfica se observa el análisis arrojado por el espectrofotómetro para la muestra de plastificante neutralizado y se observa que la longitud de onda en donde existe máxima absorbancia para el plastificante se encuentra aproximadamente en 625 nm lo cual coincide con la (Figura 5) en donde se observa que para esa absorbancia el color observado es un verde azulado como se observa en el (Cuadro 17).

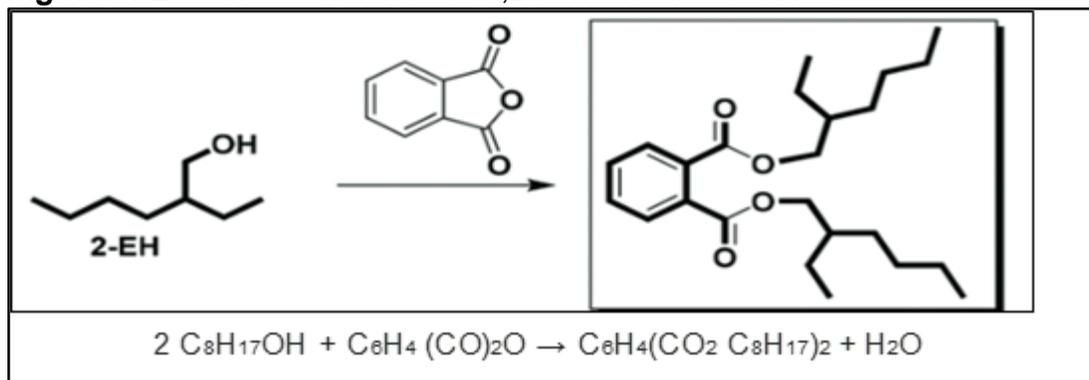
**Tabla 7.** Volumen en ml vs la absorbancia de la solución.

Volumen (ml)	Absorbancia
0,5	-0,01
1	-0,014
1,5	-0,013
2	-0,012
2,5	0,001
3	0,005
3,5	0,014
4	0,025
4,5	0,027
5	0,029
5,5	0,026
6	0,025
6,5	0,025
7	0,033

En la anterior tabla se observa que la absorbancia arroja un valor positivo para un volumen de 2,5 mL, lo que ratifica que el volumen en donde realmente hay un cambio de viraje y neutralización de la muestra si ocurre a este volumen.

Esta técnica es usada para evaluar y analizar el grado de acidez que contiene el plastificante analizado, en este caso el DOP, es decir, si en el plastificante se encuentra una acidez superior a los 0,07 mg de KOH/g de muestra, esto significa que el plastificante está oxidándose o que pueden quedar trazas de su precursor ácido, es importante recordar que la producción industrial de DOP se realiza a partir de un anhídrido ácido o del ácido 1,2 bencenodicarboxílico los cuales pueden esterificarse completamente hasta convertirse en bis (2-etil hexil) ftalato.

**Figura 6.** Esterificación del ácido 1,2 bencenodicarboxílico.



**Fuente:** tomado de <http://pubs.rsc.org/en/content/articlehtml/2014/qo/c4qo00132j>

Si esto no sucede completamente pueden quedar trazas de su precursor ácido y estas pueden ser estimadas mediante esta metodología, de tal forma que si el grado de acidez está dentro de los límites planteados por la norma NTC1694 las características del producto esperado cumplirán con su uso.

**Ecuación 7.** Determinación número ácido.

$$NA = \frac{(2,5\text{mL} - 0,1\text{mL}) * 0,008\text{mol/L} * 56,1}{25,0591\text{g}} = 0,043$$

Según la norma NTC 1694, el máximo número ácido que puede dar, es 0,07, lo que significa que el resultado obtenido en la experimentación no sobrepasa el rango determinado por la norma. Por consiguiente, se puede decir que el plastificante que utiliza Croydon Colombia S.A. es óptimo para llevar a cabo las botas de PVC, reduciendo el riesgo de que el plastificante se deforme y se generen errores en el producto final.

Comparando los resultados obtenidos con los resultados de Carboquímica, quien es el proveedor del plastificante (EXOL) y quien se encarga de realizar las pruebas de control de calidad a esta materia prima, ellos obtuvieron un resultado de número ácido de 0,05 mg KOH/g y en este proyecto se obtuvo un resultado de 0,043 mg KOH/g, esta variación se puede deber a las condiciones de laboratorio, a los diferentes equipos, vidriería y reactivos que se usaron, sin embargo los dos resultados se encuentran dentro del rango establecido. Los resultados de las técnicas realizadas por Carboquímica se pueden encontrar en **Anexo 1**.

**3.1.4 Cálculos estadísticos.** Generalmente los sistemas de medición solo evaluaban las características propias de los equipos, instrumentos como lo son la

exactitud, la linealidad y la estabilidad de los datos, pero actualmente eso ha cambiado un poco, teniendo que incluir la determinación de la repetibilidad y la reproducibilidad como propiedades esenciales en los sistemas de medición<sup>17</sup>.

Los métodos aceptados para llevar a cabo la repetibilidad y reproducibilidad, se basan en la estadística de las dispersiones de los resultados, ya sea su representación como varianzas o desviaciones estándar, mediante métodos como rango, promedio y rango y ANOVA (análisis de varianza).

Los estudios de repetibilidad y reproducibilidad de las mediciones determinan que parte de la variación observada en el proceso se debe al sistema de medición usado.

Según lo anterior, el método a emplear para llevar a cabo el estudio es el de promedio y rango. Este método permite descomponer la variabilidad del sistema en dos componentes independientes: la repetibilidad y la reproducibilidad.

Se determinan las piezas que se desean medir, el número de variables y el número de mediciones que debe efectuar cada uno de ellos.

**Tabla 8.** Análisis estadístico: repetibilidad y reproducibilidad.

pieza	repetición 1	repetición 2	repetición 3	repetición 4	repetición n 5
Volumen (ml)	pH	pH	pH	pH	pH
0,00	5,75	5,67	5,78	5,70	5,73
0,10	6,78	6,79	6,79	6,79	6,79
0,20	7,23	7,27	7,25	7,24	7,25
0,30	7,47	7,47	7,47	7,47	7,47
0,40	7,76	7,70	7,73	7,70	7,72
0,50	7,93	7,80	7,58	7,80	7,78
0,60	8,05	8,02	8,04	8,03	8,03
0,70	8,18	8,11	8,15	8,15	8,15
0,80	8,27	8,28	8,28	8,28	8,28
0,90	8,45	8,39	8,42	8,41	8,42
1,00	8,52	8,49	8,35	8,50	8,47
1,10	8,73	8,61	8,81	8,64	8,70
1,20	8,90	8,72	8,87	8,81	8,82

<sup>17</sup> LA REPETIBILIDAD Y REPRODUCIBILIDAD EN EL ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS PROCESOS DE MEDICIÓN. [En Línea]. Santiago de Cuba, 2010. [11 de Abril de 2018] Disponible en Internet: <http://www.redalyc.org/pdf/4455/445543770014.pdf>.

**Tabla 8.** (Continuación)

1,30	8,90	8,83	9,03	8,83	8,90
1,40	9,08	8,98	9,09	9,01	9,04
1,50	9,10	9,07	8,66	9,07	8,98
1,60	9,37	9,21	9,29	9,21	9,27
1,70	9,49	9,25	9,37	9,32	9,36
1,80	9,65	9,49	9,57	9,50	9,55
1,90	9,68	9,51	9,60	9,60	9,60
2,00	9,82	9,80	9,70	9,81	9,78
2,50	9,87	9,85	9,88	9,86	9,87
3,00	10,16	10,37	10,26	10,26	10,26
3,50	10,24	10,69	10,47	10,47	10,47
4,00	10,64	10,86	10,75	10,75	10,75
4,50	10,90	11,02	10,96	10,96	10,96
5,00	11,00	11,12	11,06	11,06	11,03

Se realizaron las mediciones correspondientes de cada pieza y consigna los resultados correspondientes en el formato respectivo para su posterior estudio. Con los datos que se encuentran en la tabla anterior, se puede determinar el rango en el que se encuentran los datos, con la siguiente ecuación:

**Ecuación 8.** Rango de los datos.

$$R = X_{\text{máx}} - X_{\text{mín}}$$

$$R = 11,12 - 5,67 = 5,45$$

Se calcula el rango promedio de cada estudiante utilizando la **Ecuación 10**.

**Ecuación 9.** Rango promedio.

$$Rm = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^x Ri$$

Dónde **n** es el número de mediciones realizadas por cada estudiante.

Este cálculo se realiza inmediatamente después de hallar el rango general de los datos. Es necesario determinar el rango promedio de todos los rangos por medio de la siguiente ecuación:

**Ecuación 10.** Rango promedio de todos los rangos.

$$Rm2 = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m Rim$$

Para llevar a cabo el porcentaje de repetibilidad y el porcentaje de reproducibilidad de la técnica, es necesario tener en cuenta las constantes (K1 y K2), las cuales dependen del número de operadores que realicen las técnicas y el número de veces que se realice la técnica. La siguiente tabla muestra los diferentes K1 y K2 que podemos encontrar dependiendo a lo que se dijo anteriormente.

**Tabla 9.** Constantes estadísticas.

NÚMERO DE ENSAYOS	2	3	4	5
K1	4,56	3,05	2,50	2,21
NÚMERO DE OPERADORES	2	3	4	5
K2	3,65	2,70	2,30	2,08

**Fuente.** LA REPETIBILIDAD Y REPRODUCIBILIDAD EN EL ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS PROCESOS DE MEDICIÓN. [En Línea]. Santiago de Cuba, 2010. [11 de Abril de 2018] Disponible en Internet: <http://www.redalyc.org/pdf/4455/445543770014.pdf>.

Después de obtener el valor del rango promedio de todos los rangos, se calcula el porcentaje de la repetibilidad de las mediciones utilizando la ecuación.

**Ecuación 11.** Determinación del porcentaje de repetibilidad.

$$\%Repetibilidad = \frac{K_1 * Rm2}{T} * 100\% = 0.97$$

Dónde:

- **K1:** es una constante que depende del número de mediciones realizadas por cada operador y proporciona un intervalo de confianza del 99 % para estas características.
- **T:** es la tolerancia de la característica medida.
- **R:** es el rango promedio de los rangos.

La tolerancia de todos los datos es correcto, es decir, son exactos y son inferiores a 0,3.

Antes de determinar la reproducibilidad del ensayo, se debe determinar el promedio de cada estudiante con la siguiente ecuación.

**Ecuación 12.** Promedio de cada estudiante.

$$X_{Dif} = X_{max} - X_{min} = 8.87$$

Después de determinar el rango promedio de todos los promedios, se lleva a cabo la determinación de la reproducibilidad.

**Ecuación 13.** Determinación de la reproducibilidad de los datos.

$$\% \text{ Reproducibilidad} = \frac{\sqrt{(Xd * k2)^2 - \frac{(K_1 * Rm2)^2}{nr}}}{T} * 100\% = 0,37\%$$

Dónde:

- **K2:** es una constante que depende del número de operadores y proporciona un intervalo de confianza del 99 % para estas características.
- **Xd:** es la diferencia entre el promedio mayor y promedio menor de los operadores.
- **n:** es el número de mediciones por operador.
- **r:** es el número de partes medidas
- **T:** es la tolerancia de la característica medida.

Finalmente se determina el porcentaje de rango y promedio de las pruebas mediante el uso de la **ecuación 18**.

**Ecuación 14.** Porcentaje de relación repetibilidad y reproducibilidad

$$\% R\&R = (\sqrt{(\% \text{Repetibilidad})^2 + (\% \text{Reproducibilidad})^2}$$

$$\% R\&R = 0,0104$$

**3.1.4.1 Análisis de resultados.** Para el análisis de los resultados anteriormente descritos, se debe tener en cuenta, que los componentes de la precisión son la repetibilidad y reproducibilidad, donde la repetibilidad de un dispositivo de medida tiene que ver con la precisión de las mediciones cuando se obtienen varias medidas del mismo objeto en iguales condiciones; y la reproducibilidad es la precisión del mismo objeto, pero en condiciones diferentes (diferentes operadores).

Después de hacer el análisis de la repetibilidad y reproducibilidad de los datos, se realiza la relación de rango y rango promedio, lo que da como resultado 3.56%, lo que significa que se aprueba la técnica y los diferentes equipos de medición que se realizaron.

- Si  $\%R\&R < 10 \%$ , se aprueba el sistema de medición.

- Si % R&R está ubicado entre 10 y 30 % se acepta condicional y temporalmente el sistema de medición.
- Si % R&R > 30 % el sistema de medición es considerado como no aceptable y requiere mejoras en cuanto al operador, equipo, método, condiciones, etc.

Partiendo de lo anterior, los resultados obtenidos como porcentaje de relación de repetibilidad y reproducibilidad se encuentran por debajo de 10%, lo que significa que el sistema de medición es aprobado, es decir, durante la realización de las pruebas, los equipos de medición que se utilizaron, en este caso material volumétrico y balanzas, son aprobadas ya que han arrojado resultados con un margen de error no tan grande.

Por otro lado se analiza que la repetibilidad es mayor a la reproducibilidad, lo que significa que el instrumento puede necesitar mantenimiento, el montaje o ubicación donde se efectúan las mediciones necesita ser mejorado y/o, existe una variabilidad excesiva entre las partes.

Además, se requiere calibrar los instrumentos de pesaje y así disminuir los errores que se puedan generar al momento de determinar las diferentes molaridades de las sustancias que se usaran en el laboratorio.

### 3.2 CONTENIDO DE ÉSTER

Para la determinación del contenido de éster es necesario desarrollar 3 procedimientos intrínsecos a la técnica los cuales son: estandarización de KOH mediante patrón primario (ftalato ácido de potasio) y HCL mediante (Carbonato de sodio), análisis del blanco (KOH) y análisis del DOP determinación del contenido de éster.

#### 3.2.1 Estandarización de KOH mediante un patrón primario (Ftalato ácido de potasio).

**3.2.1.1 Reactivos.** En la estandarización del patrón primario, se utilizan diferentes reactivos.

**Cuadro 18.** Reactivos usados en la estandarización de disolución de KOH en etanol mediante patrón primario en la técnica contenido éster.

Disolución de KOH en etanol, 0,5M	Ftalato ácido de potasio, sólido	Disolución de fenolftaleina al 0,1% en etanol.

**3.2.1.2 Preparación patrón primario (ftalato de potasio).** El patrón primario usado en esta técnica es el mismo que fue usado y preparado en la técnica de número ácido (ver numeral 3.1.1.2).

**3.2.1.3 Preparación disolución de KOH en etanol 0,5 M.** Para la preparación de la disolución KOH en etanol 0,5 M se desarrolló el siguiente cálculo.

**Tabla 10.** Preparación KOH en etanol

Aspectos a analizar	Cantidad
Volumen a preparar	250 mL
Peso molecular del KOH	56,11 g/mol
Pureza del KOH	85%
Etanol grado analítico	99,8%

En la **Ecuación 19** se muestra el cálculo de masa del KOH para preparar la disolución.

**Ecuación 15.** Calculo de masa del *KOH* (*KOH* representan 85% de pureza)

$$0,25L * \frac{0,5mol}{L} * \frac{56,11g}{mol} = 7,013g$$

- **Masa a tomar que represente 100% de pureza del KOH.** Se realiza el siguiente cálculo para determinar que masa se debe tomar para asegurar un 100% de KOH.

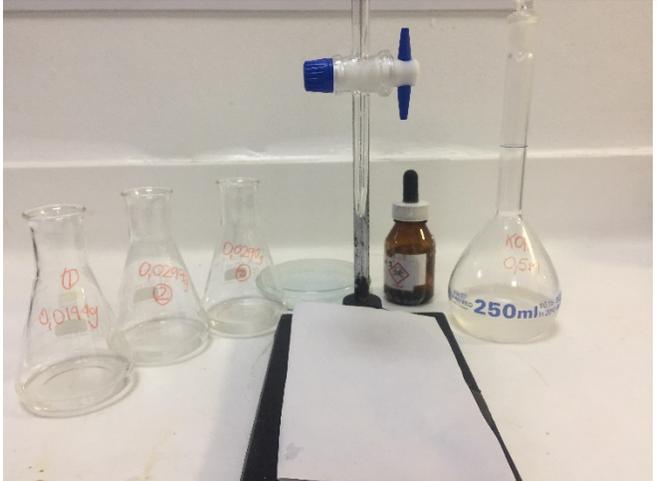
**Ecuación 16.** Determinación de masa para asegurar el 100% de pureza de KOH.

$$X = 100\% * \frac{7,013 g KOH}{85\%} = 8,28 g KOH$$

La masa pesada se adiciona a un vaso precipitado de 100 mL y se adicionan aproximadamente 120 mL de etanol, se coloca un agitador magnético en el vaso precipitado con la solución y posteriormente en una plancha de calentamiento a 25° C aproximadamente se pone en agitación la solución. Luego de que se temperatura ambiente se adiciona la solución al balón aforado de 250 mL y se lleva al aforo con etanol.

### 3.2.1.4 Aplicación de la estandarización

**Cuadro 19.** Preparación estándar primario para KOH

descripción	imagen
Preparación del estándar primario, solución de etanol e indicador de viraje (Fenolftaleína).	

- **KOH consumido en cada una de las 3 titulaciones**

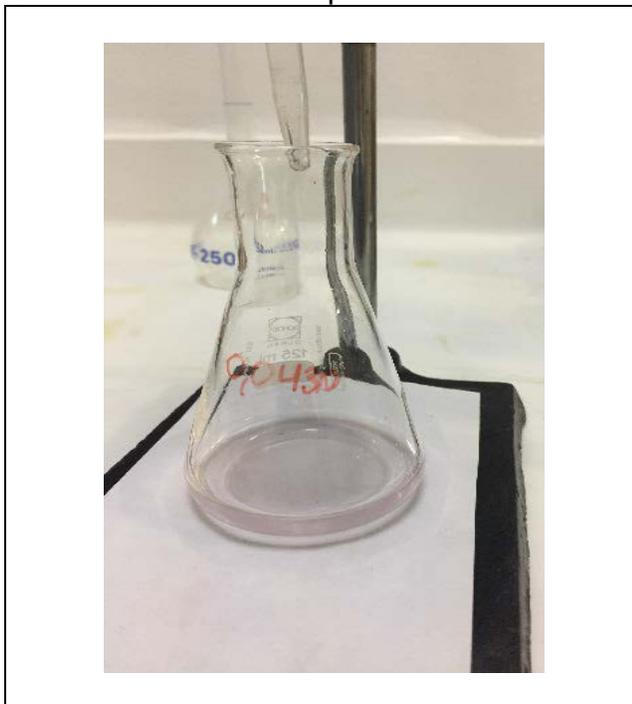
**Tabla 11.** Titulaciones contenido de éster.

Nº Titulación	Ftalato ácido de potasio tomado por número de titulación (g)	KOH consumido en titulación (L)
1	0,029	0,0003
2	0,045	0,0004
3	0,043	0,0004

En la tabla anterior se muestran los gramos del estándar primario (ftalato de potasio) usados por cada titulación y el KOH consumido por cada una de ellas para la neutralización del estándar primario.

- Soluciones del estándar primario (ftalato de potasio) neutralizadas con disolución de KOH en etanol (0.5 M).

**Cuadro 20.** Estándar primario neutralizado.



La coloración del estándar primario neutralizado es lila, lo que significa que tiene un pH aproximadamente de 8 a 10.

**Cálculo de Molaridad del KOH a partir de la titulación del estándar primario.**  
Donde FT: Ftalato ácido de potasio tomado.

**Ecuación 17:** Determinación de moles de KOH.

$$\text{moles de KOH} = (g)\text{FT} * \frac{1\text{molFT}}{204,23\text{gFT}} * \frac{1\text{molKOH}}{1\text{mol FT}}$$

**Ecuación 18.** Determinación de la molaridad

$$M = \frac{\text{moles de KOH}}{\text{Vol (L)KOH consumidos en titulación}}$$

- Titulación N° 1.

**Ecuación 19.** Moles de KOH Titulación N°1.

$$\text{moles de KOH} = 0,029(\text{g})_{\text{FT}} * \frac{1\text{mol}_{\text{FT}}}{204,23\text{g}_{\text{FT}}} * \frac{1\text{mol}_{\text{KOH}}}{1\text{mol}_{\text{FT}}}$$

$$M = \frac{1,41 \times 10^{-4} \text{ moles de KOH}}{0,0003 \text{ (L) KOH consumidos en titulación}}$$

$$M = 0,47$$

- Titulación N° 2.

**Ecuación 20.** Moles de KOH Titulación N°2.

$$\text{moles de KOH} = 0,045(\text{g})_{\text{FT}} * \frac{1\text{mol}_{\text{FT}}}{204,23\text{g}_{\text{FT}}} * \frac{1\text{mol}_{\text{KOH}}}{1\text{mol}_{\text{FT}}} = 2,2 \times 10^{-4} \text{ moles de KOH}$$

$$M = \frac{2,2 \times 10^{-4} \text{ moles de KOH}}{0,0004 \text{ (L) KOH consumidos en titulación}}$$

$$M = 0,55$$

- Titulación N° 3.

**Ecuación 21.** Moles de KOH Titulación N°3.

$$\text{moles de KOH} = 0,043(\text{g})_{\text{FT}} * \frac{1\text{mol}_{\text{FT}}}{204,23\text{g}_{\text{FT}}} * \frac{1\text{mol}_{\text{KOH}}}{1\text{mol}_{\text{FT}}} = 2,11 \times 10^{-4} \text{ moles de KOH}$$

$$M = \frac{2,11 \times 10^{-4} \text{ moles de KOH}}{0,0004 \text{ (L) KOH consumidos en titulación}}$$

$$M = 0,52$$

**Promedio de las molaridades obtenidas en las 3 titulaciones:**

**Ecuación 22.** Promedio de titulaciones.

$$\text{Promedio} = \frac{0,47 + 0,52 + 0,55}{3} = 0,51M$$

Por medio de los cálculos realizados se determinó la molaridad obtenida en cada titulación y posteriormente se hizo un promedio con los valores obtenidos para usarlo como valor real de la solución preparada de KOH en este caso 0.51M

**3.2.1.5 Preparación disolución de HCL en agua destilada 0,5 M.** Para la preparación de la solución HCl en agua destilada 0,5M se realizó el siguiente cálculo para determinar el volumen a tomar del HCl, se tuvo en cuenta su porcentaje de pureza 37%, su peso molecular (36,46g/mol), su densidad (1,19 Kg/L) la molaridad para la solución deseada 0,5M y el volumen de la solución a preparar en balón aforado (500 mL).

**3.2.1.6 Determinación de la molaridad del HCL 37%.**

**Ecuación 23.** Determinación de la molaridad del HCl 37%.

$$\text{Kg/L (HCl)} = \frac{0,37 \text{ L soluto}}{\text{L solución}} * \frac{1,19 \text{ Kg HCl}}{\text{L}} = \frac{0,44 \text{ Kg}}{\text{L}}$$

$$\text{Molaridad del HCl} = \frac{0,44 \text{ kg}}{\text{L}} * \frac{1 \text{ Kmol}}{36,46 \text{ kg}} * \frac{1000 \text{ mol}}{1 \text{ kmol}} = \frac{12 \text{ mol}}{\text{L}}$$

La molaridad de la solución de donde será tomado el HCl es 12 M, partiendo de esta molaridad se calcula el volumen necesario para preparar la solución 0,5 M.

**3.2.1.7 Cálculo del volumen a tomar de HCl 37% (12M) para preparar la solución.** Se lleva a cabo el cálculo del volumen de HCl para preparar la solución, teniendo en cuenta que, para hallar este volumen, la ecuación 11 debe tener una sola incógnita.

**Ecuación 24.** Determinación de concentraciones y volúmenes.

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2$$

Dónde:

- $C_2 = 0,5\text{M}$
- $C_1 = 12\text{M}$
- $V_1 = X$
- $V_2 = 500 \text{ ml}$

Luego de establecer la ecuación anterior, se realiza el cálculo reemplazando cada valor en la (**Ecuación 25**), determinando así el V1.

### Ecuación 25. Cálculo de V1.

$$X = 0,5M * 500mL$$
$$X = 20,8 mL$$

El volumen necesario para preparar la solución 0,5 M es de 20,8 mL, el cual es tomado con pipeta aforada de 20 mL y micropipeta para los 0,8 mL., el cual es tomado con pipeta aforada de 20 mL y micropipeta para los 0,8 mL.

**3.2.1.8 Estandarización de HCl 0.5 M mediante patrón primario (Carbonato de sodio).** Se realiza un montaje para estandarizar la solución de HCl preparada con carbonato de sodio el cual es el patrón primario usado para determinación de soluciones ácidas.

### Montajes para la titulación del patrón primario

**Cuadro 21.** Montaje para la titulación del patrón primario para HCl

descripción	Imagen
<p>Para el montaje de la titulación del patrón primario, se tiene en cuenta una solución con HCl 0,5M .En un Erlenmeyer de 125mL con masa tomada de carbonato de sodio.</p> <p>Se gotea la solución de HCl poco a poco sobre el vaso que contiene el carbonato de sodio hasta que la disolución tome un color pardonaranja, anotando en este momento el volumen de disolución de HCl gastado. Cabe aclarar que si la disolución tomara un color rojizo, se habría rebasado el punto de viraje, por esta razón, el valor obtenido no sería válido.</p> <p>Se observa en la imagen, que la coloración de la disolución de HCl es naranja, lo que significa que se encuentra dentro del rango de viraje de la solución. Para que de esta coloración, el indicador utilizado es el naranja de metilo.</p> <p>Para este proceso se realizan tres titulaciones.</p>	

### 3.2.1.9 Cálculo de molaridad solución HCl.

Disolución 0,5 M de HCl en etanol consumido en cada una de las 3 titulaciones.

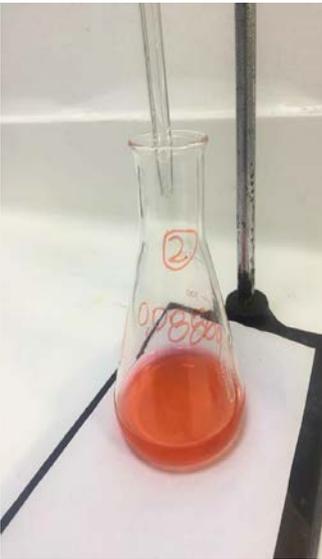
**Tabla 12.** Titulaciones de la disolución 0,5M de KOH en etanol.

Nº Titulación	Carbonato de sodio tomado por número de titulación (g)	Disolución de HCl consumido en titulación (L)
1	0,0597	0,0025
2	0,0886	0,0035
3	0,0256	0,001

**Soluciones del estándar primario (Carbonato de sodio) neutralizadas con disolución de HCl (0,5 M).**

Se usó el carbonato de sodio como pureza .Estándar primario para poder determinar la concentración de la solución de HCl preparada como estándar secundario para determinar la concentración del KOH empleado en la saponificación del DOP.

**Cuadro 22:** Estándar primario neutralizado en contenido de éster

estándar primario nº1 neutralizado	estándar primario nº2 neutralizado	estándar primario nº3 neutralizado
		

**Cálculo de molaridad del HCl a partir de la titulación del estándar primario (Carbonato de sodio).** Donde **CS**: Carbonato de sodio tomado.

**Ecuación 26** Determinación de moles de HCl

$$\text{moles de HCl} = (g)\text{CS} * \frac{1\text{mol FT}}{105,99\text{gCS}} * \frac{2\text{ mol HCl}}{1\text{mol CS}}$$

. Determinación de la molaridad

$$M = \frac{\text{moles de HCl}}{\text{Vol (L) HCl consumidos en titulación}}$$

• Titulación N° 1.

**Ecuación 27.** Calculo de moles de HCl Titulación N°1.

$$\text{moles de HCl} = 0,0597(g)\text{CS} * \frac{1\text{molCS}}{105,99\text{gCS}} * \frac{2\text{molHCl}}{1\text{mol CS}}$$

$$M = \frac{1,13 \times 10^{-3} \text{ moles de HCl}}{0,0025 \text{ (L) HCl consumido en titulación}}$$

$$M = 0,45$$

• Titulación N° 2.

**Ecuación 28.** Calculo de moles de HCl Titulación N°2.

$$\text{moles de HCl} = 0,0886(g)\text{CS} * \frac{1\text{molCS}}{105,99\text{g CS}} * \frac{2\text{mol HCl}}{1\text{mol CS}} = 1,67 \times 10^{-3} \text{ moles de KOH}$$

$$M = \frac{1,67 \times 10^{-3} \text{ moles de HCl}}{0,0035 \text{ (L) HCl consumidos en titulación}}$$

$$M = 0,48$$

• Titulación N° 3.

**Ecuación 29.** Cálculo de moles de HCl Titulación N°3

$$\text{moles de HCl} = 0,0256(g)\text{CS} * \frac{1\text{molCS}}{105,99\text{gCS}} * \frac{2\text{molHCl}}{1\text{mol CS}} = 4,83 \times 10^{-4} \text{ moles de HCl}$$

$$M = \frac{4,83 \times 10^{-4} \text{ moles de HCl}}{0,001 \text{ (L) HCl consumidos en titulación}}$$

$$M = 0,48$$

**Ecuación 30.** Promedio de las molaridades obtenidas en las 3 titulaciones.

$$\text{Promedio} = \frac{0,45 + 0,48 + 0,48}{3} = 0,47M$$

Por medio de los cálculos realizados se determinó la molaridad obtenida en cada titulación y posteriormente se hizo un promedio con los valores obtenidos para usarlo como valor real de la solución preparada de HCl en este caso 0.47 M.

**3.2.2 Análisis del blanco (solución de KOH en etanol).** Para preparar el blanco se utilizó 50 mL de solución de KOH y se tituló con la solución HCl como lo indicaba la norma NTC 3305.

**Cuadro 23.** Reactivos análisis del blanco.

Solución de KOH en etanol,	Solución de HCl en agua destilada	Disolución de azul de bromotimol en etanol 0,1g/100 mL

**Volumen de HCl usado en la titulación del Blanco (KOH 0.5 M)**

**Tabla 13.** Titulación del blanco KOH 0.5 M

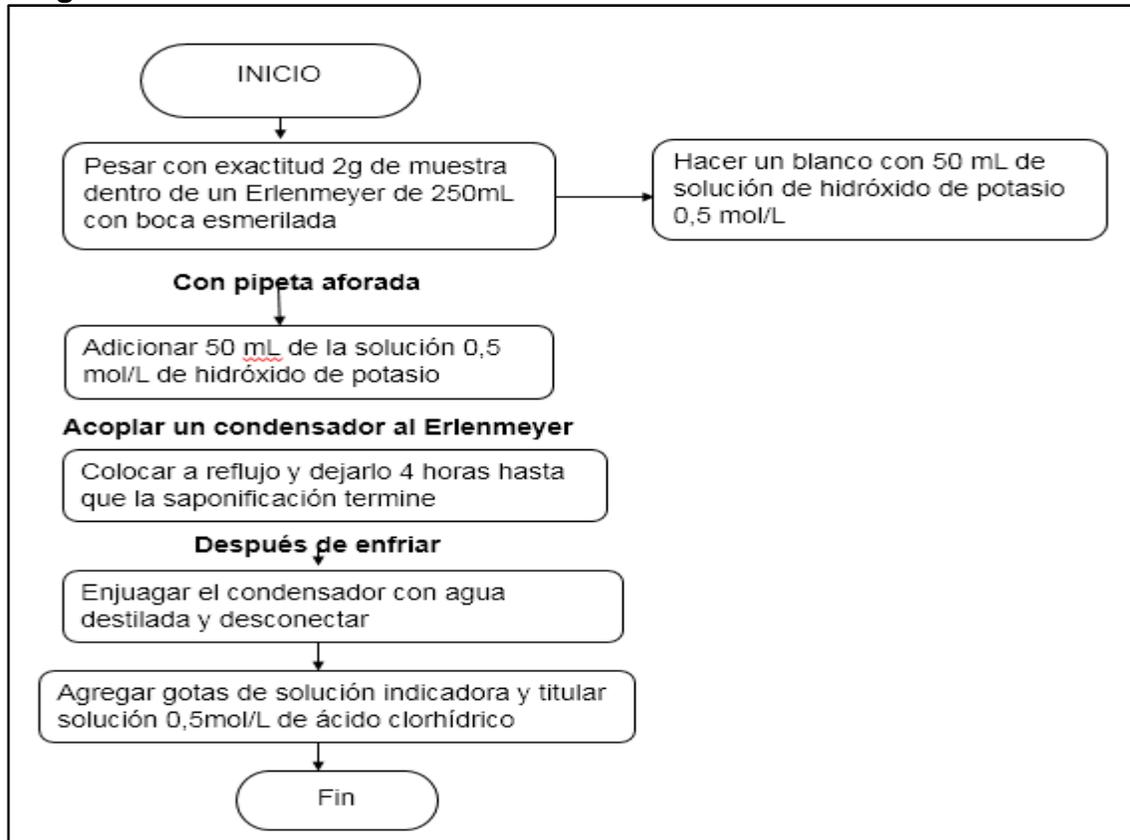
Volumen (mL) KOH (0.5 M) Titulado	Volumen de HCl usado (mL) para titular el blanco
50	48,2
50	49
<b>Promedio</b>	48,6

Como se mencionó con anterioridad el KOH fue estandarizado por medio del HCl para saber la cantidad exacta en mg KOH/g DOP y así calcular el índice de saponificación el cual solo se puede determinar al saber la cantidad de KOH que reacciona con el DOP para ser transformado en una sal.

**3.2.3 Análisis del DOP, determinación del contenido de éster.** El siguiente esquema muestra el procedimiento que se llevó a cabo para la realización de la

técnica, siguiendo la norma NTC 3305, donde se especifican las cantidades y procedimientos a seguir.

**Diagrama 7:** Procedimiento de técnica contenido Éster.



**Ecuación 31.** Índice de saponificación

$$S = \frac{(D - E) * M * 56,1}{G - NA}$$

A continuación, se muestra la ecuación utilizada para calcular el contenido de éste a partir de los volúmenes obtenidos, la masa de la muestra y el número ácido calculado anteriormente.

Donde:

- **S:** índice de saponificación del éster, en mg KOH/g.
- **D:** HCl requerido para la titulación del blanco, mL.
- **E:** HCl requerido para la titulación de la muestra, mL.
- **M:** Molaridad del HCl.
- **G:** Masa de la muestra, en g.
- **NA:** Número ácido calculado anteriormente.

La anterior ecuación nos arroja el índice de saponificación el cual es tomado como el valor teórico de la técnica y que será usado posteriormente en los cálculos para obtener el contenido de éster que se especifica en la norma NTC 1964, la cual determina que debe ser 99% en porcentaje de masa mínimo.

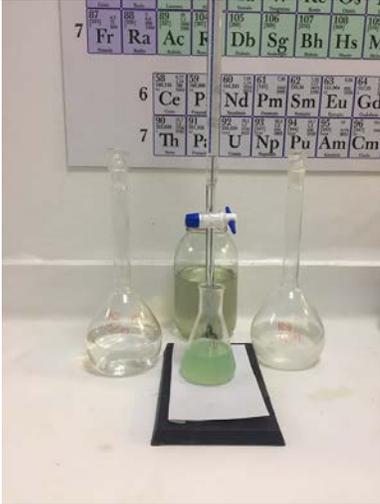
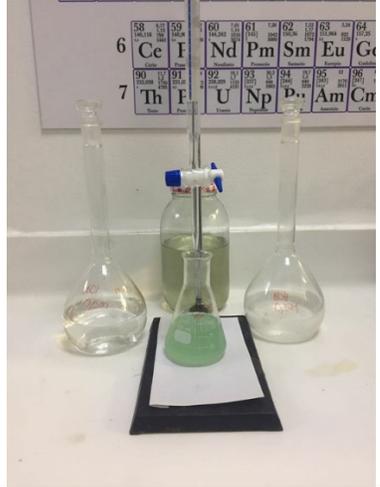
**3.2.4 Montaje.** La siguiente figura muestra los montajes que se llevaron a cabo para el desarrollo de lo planteado en el (**Diagrama 7**) en donde se colocaron tres en simultáneo y en reflujo con una temperatura aproximada de 125 °C.

**Figura 7:** Montaje contenido de éster.



**3.2.5 Resultados aplicación de la técnica.** En el siguiente cuadro se muestra el volumen usado para titular y neutralizar cada una de las soluciones que se encontraban en el montaje (**Figura 4**) luego de que terminara el proceso de saponificación.

**Cuadro 24.** Resultados contenido éster.

Repetición	Volumen gastado (mL)	Imagen
1	27,3	
2	28,6	
3	30,6	

**Cuadro 25.** (Continuación)

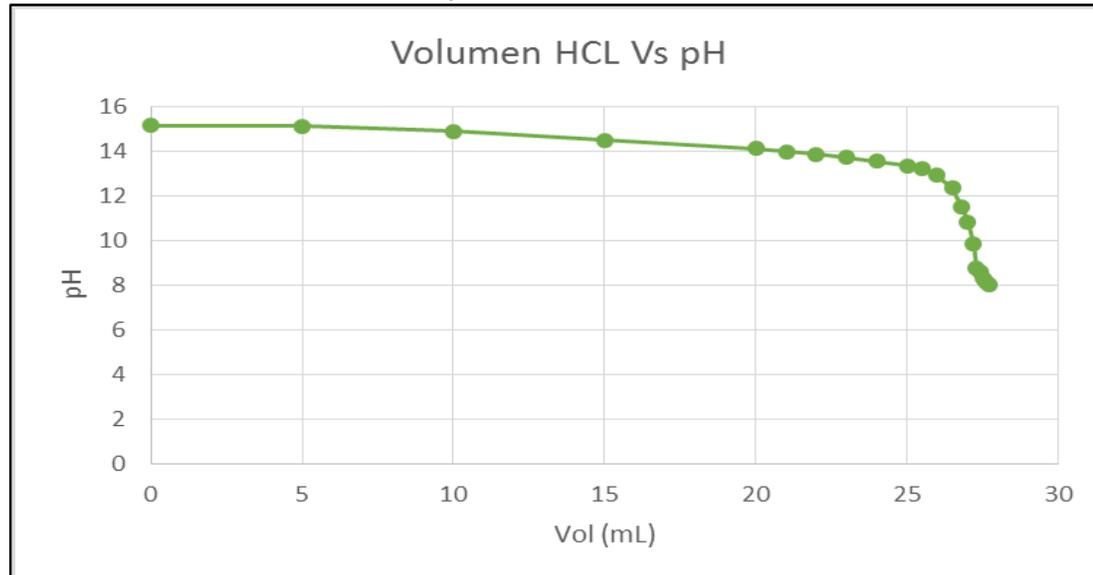
Repetición	Volumen gastado (mL)	Imagen
4	32,2	
PROMEDIO	29,6	

En la siguiente tabla se muestra el valor de pH en cada adición de volumen para la Repetición 1 (**Cuadro 24**), en donde el primer cambio de viraje se obtiene en un volumen de 27,3 (mL) Y 8,74 en pH.

**Tabla 14** Análisis cambio de pH para la primera repetición.

Vol (mL) (HCl 0,47)	pH
0	15,14
5	15,13
10	14,87
15	14,48
20	14,11
21	13,97
22	13,86
23	13,72
24	13,56
25	13,34
25,5	13,19
26	12,93
26,5	12,34
26,8	11,49
27	10,82
27,2	9,84
27,3	8,74
27,4	8,59
27,5	8,29
27,6	8,16
27,7	8,02

**Gráfica 4.** Volumen de HCl Vs p H en contenido de éster.

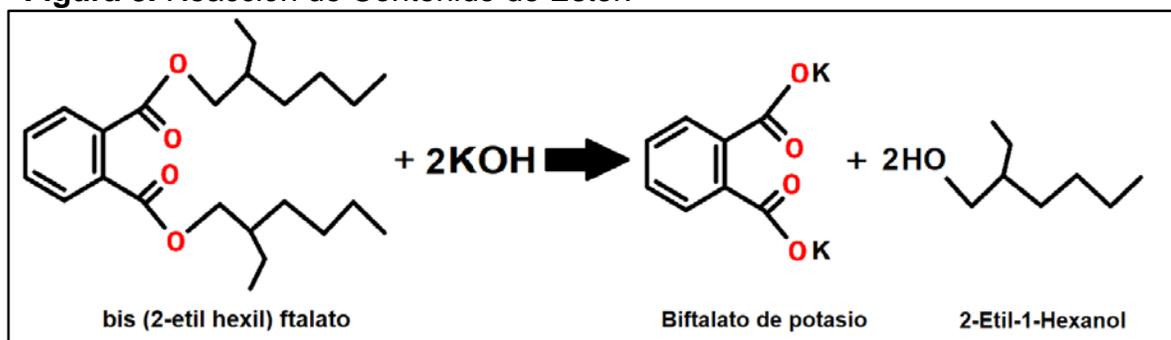


La anterior gráfica se obtiene de la (**Tabla 14**) en donde se observa el punto de equivalencia para el volumen de 27,3 mL lo cual ratifica la neutralización de la sustancia en este volumen.

El volumen que se determinó del HCl empleado en las titulaciones fue de 29,6 (mL) siendo éste el promedio de las cuatro repeticiones con el fin de disminuir el error de medición.

**Determinación Contenido de éster.** La reacción que ocurre entre el DOP (cuya estructura corresponde a un éster) y el KOH es una hidrólisis en medio básico. Donde la parte éster se convierte en una sal de potasio como se observa en la siguiente reacción.

**Figura 8.** Reacción de Contenido de Ester.



**Fuente:** BRAINY RESORT. Saponification (ester hydrolysis). [En línea]. 2018. Disponible en: <https://www.brainyresort.com/en/saponification-ester-hydrolysis/>.

Este proceso comúnmente se denomina saponificación y se emplea en este proyecto para determinar el índice de saponificación, el cual se traduce en el contenido de éster que realmente posee el plastificante.

**Ecuación 32. Cálculo de contenido de éster.**

$$S = \frac{(48,6 - 29,6) * 0,47M * 56,1g/mol}{2g - 0,043}$$

$$S = \frac{255,9 \text{ mgKOH}}{g}$$

Se obtiene un valor teórico del índice de saponificación de 255,9 mg KOH por gramo de muestra y se procede a hacer los cálculos experimentales.

Al determinar el índice de saponificación se sabe la cantidad máxima en (mg) de KOH que se requiere para saponificar un gramo de plastificante DOP, pero este resultado debe ser comparado con lo obtenido experimentalmente de los mg KOH usados en la experimentación para saponificar la muestra, luego entonces se podrá determinar el porcentaje de contenido de éster relacionando el resultado experimental con el teórico.

**Moles iniciales de KOH.**

**Ecuación 33. Determinación de moles iniciales KOH**

$$\begin{aligned} & \text{moles iniciales de KOH:} \\ & = \text{Vol preparado de solución de KOH} * \text{Molaridad obtenida KOH} \\ & \text{moles iniciales de KOH: } 0,05l * \frac{0,47mol}{l} = 0,023mol \end{aligned}$$

**Moles de HCl necesarias para titular.**

**Ecuación 34. Determinación de moles de HCl necesarias titular**

$$\begin{aligned} & \text{moles HCl: Vol (L) HCl promedio usado en titulación de muestras} \\ & * \text{Molaridad obtenida HCl} \\ & \text{moles HCl: } 0,0296 (L) * \frac{0,47mol}{L} = 0,014molHCl \end{aligned}$$

**Moles de KOH usadas en la saponificación.**

**Ecuación 35. Determinación de moles de KOH usadas en la saponificación.**

$$\begin{aligned} & \text{moles KOH usadas en saponificación: moles iniciales KOH} \\ & \quad - \text{ moles HCl necesarias para titular} \\ & \text{moles KOH usadas en saponificación: } 0,023\text{mol} - 0,014\text{mol} = 0,009\text{mol KOH} \end{aligned}$$

### Miligramos de KOH/g muestra usados en la saponificación

#### Ecuación 41. Miligramos de KOH/g usados en la saponificación

$$\begin{aligned} & \text{Miligramos de } \frac{\text{KOH}}{\text{g muestra}} \\ & = \text{moles usadas en saponificación} * \text{peso molecular KOH} * \frac{1000\text{mg}}{1\text{g}} \\ & \text{Miligramos de } \frac{\text{KOH}}{\text{g muestra}} = 0,009\text{molKOH} * \frac{56,1\text{gKOH}}{1\text{ mol KOH}} * \frac{1000\text{mg}}{1\text{g}} \\ & = \frac{504,9\text{ mgKOH}}{2\text{g muestra}} = 252,4\text{mg KOH} \end{aligned}$$

### Porcentaje contenido de éster

#### Ecuación 42. Porcentaje del contenido de éster.

$$\begin{aligned} & \frac{255,9\text{ mg KOH}}{\text{g}} \text{ muestra Teóricos} = 100\% \\ & \frac{252,4\text{ mg KOH}}{\text{g}} \text{ muestra experimentales} = X \\ & \pm 98,6\% = X \end{aligned}$$

Según la norma NTC 1694, el porcentaje mínimo en contenido de éster para los ftalatos plastificantes debe ser de 99% en masa mínimo, lo que significa que el valor obtenido en la experimentación es muy cercano al requerido por la norma mencionada. Con lo anterior, se deduce que el plastificante usado por Croydon Colombia es óptimo para la producción de botas en PVC.

Al comparar los resultados obtenidos con los resultados Carboquímica, quien es el proveedor del plastificante (EXOL) y quien le realiza el análisis a la materia prima, el proveedor obtuvo un valor del contenido de éster de 99,38% y en este proyecto se obtuvo un resultado de 98,6%, esta variación de resultados puede tener una causante en las condiciones de laboratorio, en los diferentes equipos, vidriería y proveedores de reactivos que se usaron, sin embargo los dos resultados se encuentran dentro del rango establecido. Los resultados de las técnicas realizadas por carboquímica se pueden encontrar en **Anexo 1**.

**3.2.6 Cálculos estadísticos.** Las condiciones de repetibilidad incluyen: el mismo procedimiento de medición, el mismo observador, el mismo instrumento de medición, utilizado bajo las mismas condiciones, el mismo lugar, repetición en un período corto de tiempo. Y las condiciones de reproducibilidad incluyen: principio de

medición, método de medición, observador, instrumento de medición, patrón de referencia, lugar, condiciones de uso, tiempo.

En este análisis de los datos, se tiene en cuenta las condiciones de laboratorio donde se lleva a cabo las técnicas, los mismos instrumentos y reactivos que se utilizan, además se tiene en cuenta el método de medición que en este caso es el método de rango y promedio, y finalmente los dos operarios que llevan a cabo las técnicas y utilizan los equipos dentro del laboratorio.

**Tabla 15.** Rango y rango medio de los datos.

repeticiones	volumen
1	27,3
2	28,6
3	30,6
4	32,2
5	29,6

Se realiza las mediciones correspondientes de cada pieza y consigna los resultados correspondientes en el formato respectivo para su posterior estudio. Con los datos que se encuentran en la tabla anterior, se puede determinar el rango en el que se encuentran los datos, con la siguiente ecuación

**Ecuación 36.** Determinación de rango de valores.

$$R = 32,2 - 27,3 = 4,9$$

Se calcula el rango promedio de los datos de la tabla. Este cálculo se realiza inmediatamente después de hallar el rango general de los datos. Es necesario determinar el rango promedio de todos los rangos a partir de los rangos de cada repetición.

Para llevar a cabo el porcentaje de repetibilidad y porcentaje de reproducibilidad de la técnica, es necesario tener en cuenta las constantes (K1 y K2), las cuales dependen del número de operadores que realicen las técnicas y el número de veces que se realice la técnica. La siguiente tabla muestra los diferentes K1 y K2 que podemos encontrar dependiendo a lo que se dijo anteriormente.

**Tabla 16.** Constantes estadísticas.

NÚMERO DE ENSAYOS	2	3	4	5
K1	4,56	3,05	2,50	2,21
NÚMERO DE OPERADORES	2	3	4	5
K2	3,65	2,70	2,30	2,08

**Fuente.** LA REPETIBILIDAD Y REPRODUCIBILIDAD EN EL ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS PROCESOS DE MEDICIÓN. [En Línea]. Santiago de Cuba, 2010. [11 de Abril de 2018] Disponible en Internet: <http://www.redalyc.org/pdf/4455/445543770014.pdf>.

Después de obtener el valor del rango promedio de todos los rangos, se calcula el porcentaje de la repetibilidad de las mediciones utilizando la ecuación:

**Ecuación 44.** Cálculo de porcentaje de repetibilidad.

$$\%Repetibilidad = k1 * Pm2 = 0,67$$

Dónde:

- **K1:** es una constante que depende del número de mediciones realizadas por cada operador y proporciona un intervalo de confianza del 99 % para estas características.
- **T:** es la tolerancia de la característica medida.
- **R:** es el rango promedio de los rangos.

Antes de determinar la reproducibilidad del ensayo, se debe determinar el promedio de cada estudiante con la siguiente ecuación.

**Ecuación 37.** Cálculo del promedio.

$$X_{Dif} = X_{max} - X_{min} = 4,9$$

Después de determinar el rango promedio de todos los promedios, se lleva a cabo la determinación de la repetibilidad.

**Ecuación 38.** Cálculo de porcentaje de reproducibilidad.

$$\%Reproducibilidad = \frac{\sqrt{(Xd * k2)^2 - \frac{(K1 * Rm2)^2}{nr}}}{T} * 100\% = 0,55$$

Dónde:

- **K2:** es una constante que depende del número de operadores y proporciona un intervalo de confianza del 99 % para estas características.
- **Xd:** es la diferencia entre el promedio mayor y promedio menor de los operadores.
- **n:** es el número de mediciones por operador.
- **r:** es el número de partes medidas
- **T:** es la tolerancia de la característica medida.

Finalmente se realiza la relación de la repetibilidad y la reproducibilidad como se muestra en la **Ecuación 39**.

### Ecuación 39. Relación porcentaje de repetibilidad y reproducibilidad

$$\% R\&R = (\sqrt{(\%Repetibilidad)^2 + (\%Reproducibilidad)^2})$$

$$\% R\&R = 0,867$$

#### 3.2.5.1 Análisis de los resultados

Para interpretar los resultados obtenidos, se tiene en cuenta los siguientes criterios:

- Si %R&R < 10 %, se aprueba el sistema de medición.
- Si % R&R está ubicado entre 10 y 30 % se acepta condicional y temporalmente el sistema de medición.
- Si % R&R > 30 % el sistema de medición es considerado como no aceptable y requiere mejoras en cuanto al operador, equipo, método, condiciones, etcétera.<sup>18</sup>

Partiendo de lo anterior, los resultados obtenidos como porcentaje de relación de repetibilidad y reproducibilidad se encuentran por debajo de 10%, lo que significa que el sistema de medición es aprobado, es decir, durante la realización de las pruebas, los equipos de medición que se utilizaron, en este caso material volumétrico y balanzas, son aprobadas ya que han arrojado resultados con un margen de error no tan grande.

El análisis de los datos demuestra que la repetibilidad es mucho mayor que la reproducibilidad, lo que significa que la técnica usa equipos que pueden necesitar mantenimiento y quizás se necesite un montaje o ubicación donde se efectúan las mediciones para ser mejoradas. Además, esto se debe en gran medida a que existe una variabilidad entre las piezas medidas, originadas fundamentalmente por el proceso de fabricación.

---

<sup>18</sup> LA REPETIBILIDAD Y REPRODUCIBILIDAD EN EL ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS PROCESOS DE MEDICIÓN. [En Línea]. Santiago de Cuba, 2010. [11 de Abril de 2018] Disponible en Internet: <http://www.redalyc.org/pdf/4455/445543770014.pdf>.

#### 4. ELABORACIÓN DE LOS PROCEDIMIENTOS OPERATIVOS

Este capítulo abarca la ficha técnica dada por Carboquímica el proveedor del plastificante DOP a la empresa Croydon Colombia S.A., en donde se usó como referente comparativo con lo obtenido en el presente proyecto para las pruebas número ácido y contenido de éster.

Para mayor información, se puede remitir al **ANEXO A** donde se puede encontrar toda la ficha técnica desarrollada y ejecutada.

Para darle cumplimiento a este objetivo, se elaboraron dos protocolos de estandarización para la empresa, estos se encuentran en **ANEXO B**.

## 5. CONCLUSIONES

- Las técnicas fueron seleccionadas, teniendo en cuenta las diferentes condiciones en que se encontraba el laboratorio, se evaluó el estado actual del laboratorio, la limpieza, el equipamiento y su respectivo mantenimiento, además se realizó el recuento de los reactivos y envases con los que cuenta actualmente la empresa, los procedimientos que se realizan actualmente para el control de calidad de las materias primas. Con base en condiciones ambientales, de higiene, de recursos y administrativos de la empresa fueron número ácido y contenido de éster.
- La técnica número ácido fue desarrollada siguiendo los protocolos establecidos por la norma NTC 3305 con las adaptaciones y procedimientos adicionales que se requieren para el cumplimiento de la técnica.
- Para la técnica número ácido se obtuvo un valor de 0.043mg KOH/g el cual se encuentra dentro del límite establecido por la norma NTC 1694 y que en comparación por el obtenido por Carboquímica no varía significativamente.
- Para la técnica contenido de éster se obtuvo un valor de 98,6%mg KOH/g el cual es muy cercano al exigido por la norma NTC 1694.
- El desempeño de las técnicas se evaluó mediante la estandarización de la técnica química número ácido y contenido de éster, partiendo de tres momentos específicos, en primer lugar, la estandarización de la disolución de KOH y de HCL (en contenido de éster), luego la determinación del patrón primario y por último el análisis y determinación de la estandarización de las técnicas.
- Se elaboraron los procedimientos operativos mediante la realización de los protocolos para cada técnica respectivamente, en estos protocolos se tuvo en cuenta los objetivos y alcance de los procedimientos, analizando los reactivos y equipamiento con los que cuenta la empresa para realizar las técnicas cada vez que ingresa plastificante a la empresa.

## 6. RECOMENDACIONES

- Se recomienda a la empresa Croydon Colombia el mantenimiento de sus equipos periódicamente lo cual va garantizar una larga vida útil de los mismos y más adelante poder llevar a cabo diferentes técnicas que puedan asegurar la calidad de los productos sin necesidad de pagar a entidades externas la realización de las mismas.
- Se recomienda que la persona que vaya a desarrollar técnicas químicas posea un conocimiento de procesos analíticos y de esta manera asegurar que la técnica se haga con la vidriería necesaria y se analice de manera adecuada.
- Se sugiere tener un inventario de los reactivos que se poseen y de su fecha de vencimiento para evitar pérdida de reactivos.
- Se aconseja tener la vidriería limpia y desinfectada en el momento de llevar a cabo un procedimiento ya sea físico o químico.
- Se recomienda realizar la calibración de los equipos de pesaje, de la misma forma se sugiere mantener en buen estado el material volumétrico, ya que las técnicas analíticas son demasiado sensibles y si no están en buen estado, esto puede generar variación en los resultados.

## BIBLIOGRAFÍA

ACEVEDO, Margy P., ARDILA, Eidy C. y NAVARRO, Luz A. Elaboración de un espectrofotómetro casero, mediante la utilización de un CD. Universidad Santo Tomás. Facultad Química Ambiental. [En línea]. Floridablanca, 2010. Disponible en: [http://fqmegablog.blogspot.com.co/2010/06/elaboracion-de-un-espectrofotometro\\_04.html](http://fqmegablog.blogspot.com.co/2010/06/elaboracion-de-un-espectrofotometro_04.html).

BRAINY RESORT. Saponification (ester hydrolysis). [En línea]. 2018. Disponible en: <https://www.brainyresort.com/en/saponification-ester-hydrolysis/>.

CAROLINA MORA CAÑÓN, validación del proceso de producción de un producto fitoterapéutico en un laboratorio farmacéutico, en laboratorios REMO S.A. Bogotá D.C.: Fundación Universidad de América.

CHEMICALAND21. Estructura química del DOP. [En línea]. 2018. Disponible en: <http://www.chemicaland21.com/>.

CHQCTA, Jandi, ¿Qué es un plastificante?. [En línea]. 2018. Disponible en: <https://es.scribd.com/document/291863841/QUE-ES-UN-PLASTIFICANTE-docx>.

CENTRO DE INGENIERÍA DE LA CALIDAD. Estudio de repetibilidad y reproducibilidad R&R. [En línea]. Cali, 2018. Disponible en: <http://www.cicalidad.com/articulos/PAPER%20R&R.pdf>.

COMPLEJO HOSPITALARIO UNIVERSITARIO DE ALBACETE. Muestreo. [En línea]. 2007. Disponible en: <http://www.chospab.es/calidad/archivos/Metodos/Muestreo.pdf>.

CROYDON COLOMBIA S.A. (Consultado el 21/11/17). Disponible en internet: <https://www.croydon.com.co/>.

ECURED. Hidróxido de Potasio. [En línea]. 2018. Disponible en: [https://www.ecured.cu/Hidr%C3%B3xido\\_de\\_Potasio](https://www.ecured.cu/Hidr%C3%B3xido_de_Potasio).

GARZON GARCIA, Guillermo, y, POPAYAN JARAMILLO, Millerandy. Estandarización de un método analítico por cromatografía líquida de alta eficiencia para la cuantificación de carbamazepina en tabletas. 2007. Disponible en internet: [www.redalyc.org/articulo.oa?id=47803012](http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=47803012).

GEORGE WYPUCH, editor, Handbook of plasticizers. 2004. 694 p. ISBN 1-895198-29-1

GOBIERNO MEXICANO. ¿Qué es la estandarización? [En línea]. 2018. Disponible en: <https://www.gob.mx/se/articulos/que-es-la-estandarizacion>.

GONZALEZ BEDOYA, María Alejandra, Estandarización de las metodologías de PH, alcalinidad y turbidez en muestras de agua potable en el laboratorio de la asociación municipal de acueductos comunitarios de Dosquebradas (AMAC). 2015. Pereira, Escuela de tecnología química. Disponible en internet: [www.repositorio.utp.edu.co/dspace/bitstream/handle/11059/5107/6281G643.pdf;jsessionid=1261128B7BFBE77904C66EB23BBEFFF0?sequence=1](http://www.repositorio.utp.edu.co/dspace/bitstream/handle/11059/5107/6281G643.pdf;jsessionid=1261128B7BFBE77904C66EB23BBEFFF0?sequence=1).

HALLAK, Jesus. Estudio de Repetibilidad y Reproducibilidad. [En línea]. 2014. [10 de Abril de 2018]. Disponible en: <https://prezi.com/iftnek5dbu8r/estudio-de-repetibilidad-y-reproducibilidad/>.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Documentación. Presentación de tesis, trabajos de grado y otros trabajos de investigación. NTC 1486. Sexta actualización. Bogotá: El instituto, 2008. 110 p.

\_\_\_\_\_. Referencias bibliográficas, contenido, forma y estructura. NTC 5613. Bogotá: El instituto, 2008. 45 p.

\_\_\_\_\_. Referencias documentales para fuentes de información electrónicas. NTC 4490. Bogotá: El instituto, 1998. 33 p.

INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES. Estandarización de Métodos Analíticos. p. 1-12. 2006. (Consultado 10-04-18).

JIMÉNEZ, Alejandra. Plastificantes. [En línea]. 2017. [10 de Abril de 2017]. Disponible en: <https://es.scribd.com/document/177054919/PLASTIFICANTES>.

LA REPETIBILIDAD Y REPRODUCIBILIDAD EN EL ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS PROCESOS DE MEDICIÓN. [En Línea]. Santiago de Cuba, 2010. [11 de Abril de 2018] Disponible en Internet: <http://www.redalyc.org/pdf/4455/445543770014.pdf>.

MARCANO, Rubén. Viscosidad: Ley de Newton. [En línea]. 2013. Disponible en: <https://marcanord.files.wordpress.com/2013/01/viscosidad-rdmc.pdf>.

MARTINEZ OYUELA, María de los Ángeles y MORENO CASTAÑEDA, Zulma Yadira. Estandarización de una metodología para la evaluación de la eficacia de productos para la protección de cultivo (PPC) preventivos para el control de botrytis sp, en condiciones semicontroladas. Universidad javeriana. Disponible en internet: [www.javeriana.edu.co/biblos/tesis/ciencias/tesis104.pdf](http://www.javeriana.edu.co/biblos/tesis/ciencias/tesis104.pdf).

MEDINA DELGADO, Erika y DÍAZ ROA, Paola Andrea. Elaboración y documentación del programa de limpieza y desinfección de los laboratorios del departamento de microbiología de la pontificia universidad javeriana. [En línea]. 2006. [10 de Abril de 2018]. Disponible en: <http://www.javeriana.edu.co/biblos/tesis/ciencias/tesis281.pdf>.

MENDEZ-BAUTISTA, Maria y COREÑO-ALONSO, Juan. Relación estructura-propiedades de polímeros. Universidad Nacional Autónoma de México. 2010. MINISTERIO DE SALUD Y PROTECCIÓN SOCIAL. Resolución 1160 2016. 06/04/16). <https://www.invima.gov.co/resoluciones-en-medicamentos/resoluciones/medicamentos/resoluci%C3%B3n-1160-de-2016/pdf/detail.html>,2016.

MINISTERIO DE SALUD. Lineamientos técnicos para la estandarización y validación de métodos de ensayo. [En línea]. 2015. Disponible en: <http://www.saludcapital.gov.co/CTDLab/Publicaciones/2015/Lineamiento%20montaje%20estandarizacion%20y%20validacion.pdf>.

MINITAB. ¿Qué es la desviación estándar? [En línea]. 2017. Disponible en: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/18/help-and-how-to/statistics/basic-statistics/supporting-topics/data-concepts/what-is-the-standard-deviation/>

MR, SHANE P. WALKER, Global Plasticizer Industry Trends, 2007.

MSc. IQ. Martha Alix Novoa. Análisis Químico y tratamiento estadístico de datos analíticos. [En línea]. 2002. Disponible en internet. [http://qcaanaliticaul.weebly.com/uploads/3/1/6/3/31639201/gu%C3%ADa\\_1.\\_an%C3%A1lisis\\_qco\\_-tto\\_estad.pdf](http://qcaanaliticaul.weebly.com/uploads/3/1/6/3/31639201/gu%C3%ADa_1._an%C3%A1lisis_qco_-tto_estad.pdf).

POLVOLENO. Policloruro de Vinilo (PVC). [En línea]. 2017. [10 de Abril de 2017]. Disponible en: <http://www.polvoleno.com/descargas/productos/polpvcop.pdf>.

QUIMICOMPUESTOS S.A. DE C.V. Aseguramiento de calidad: Especificación para DOP (Diocil Ftalato). [En línea]. Disponible en: [http://www.quimicompuestos.com/pdfs/ESPECIFICACIONES%2008/DOP%20\(DIOCTIL%20FTALATO\)%20QCS-052%20REV%2008.pdf](http://www.quimicompuestos.com/pdfs/ESPECIFICACIONES%2008/DOP%20(DIOCTIL%20FTALATO)%20QCS-052%20REV%2008.pdf).

ROBLES, Luis Alberto. Di etilhexil ftalato como disruptor endócrino en mujeres embarazadas. Trabajo de grado. [En línea]. 2017. Disponible en: <http://www.bidi.uson.mx/TesisIndice.aspx?tesis=21937>.

SARMIENTO ESPINOSA, María Alejandra. Croydon Colombia s.a (En línea). Noviembre 2014. Disponible en internet: <https://prezi.com/jik-tmvdjzat/croydon-colombia-sa/>.

SUSLICK, Kennet S. Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology. Cuarta edición. Nueva York, Estados Unidos. University of Illinois at Urbana-Champaign. 1998.

UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES. Fundamentos de densidad – Módulo 2. Buenos Aires, 2014.

UNIVERSIDAD DEL SUR DE MISSISSIPPI. La transición vítrea. [En línea]. 2016. Disponible en: <http://pslc.ws/spanish/tg.htm>.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO. Laboratorio de Mecánica de Fluidos: Viscosidad. Ciudad de México, 2014.

XUNTA DE GALICIA. UD: 5. Materiales plásticos. [En línea]. 2017. [10 de Abril de 2017]. Disponible en: <http://www.edu.xunta.gal/centros/iessantomefreixeiro/system/files/plastico.pdf>.