



Informe final: Optimización de parámetros fundamentales en la determinación de nitrógeno total por el método Kjeldahl para la UFC en la empresa Interquim S.A.

Sara Gaitán Pineda

Informe de práctica académica para optar por el título de Ingeniera Química

Tutor

Elías de Jesús Gómez Macías, Doctor en Ingeniería

Universidad de Antioquia

Facultad de Ingeniería

Ingeniería Química

Medellín

2022

Cita	(Gaitán Pineda, 2022)
Referencia	Gaitán Pineda, S (2022). <i>Informe final: Optimización de parámetros fundamentales en la determinación de nitrógeno total por el método Kjeldahl para la UFC en la empresa Interquim S.A.</i>
Estilo APA 7 (2020)	[Semestre de industria] Universidad de Antioquia, Seleccione ciudad UdeA (A-Z).



Centro de Documentación Ingeniería (CENDOI)

Repositorio Institucional: <http://bibliotecadigital.udea.edu.co>

Universidad de Antioquia - www.udea.edu.co

Rector: John Jairo Arboleda Céspedes.

Decano/Director: Jesús Francisco Vargas Bonilla.

Jefe departamento: Lina María González Rodríguez.

El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Antioquia ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por los derechos de autor y conexos.

Tabla de contenido

Resumen	7
Abstract	8
Introducción	9
1. Objetivos	10
1.1 Objetivo general	10
1.2 Objetivos específicos.....	10
2. Marco teórico	11
3. Metodología	14
4. Resultados y análisis	17
5. Conclusiones	30
Referencias	31
Anexos.....	32

Lista de tablas

Tabla 1 Datos teóricos de las muestras utilizadas	14
Tabla 2 Formulaciones de la mezcla catalíticas propuestas	17
Tabla 3 Porcentaje de error en los valores obtenidos en cada formulación de la mezcla catalítica	21
Tabla 4 Componentes de la varianza en el método de análisis	25
Tabla 5 Costos de reactivos para la digestión de una muestra de UFC con cuatro réplicas por ambos métodos.....	28
Tabla 6 Costos relacionados a la mano de obra requerida para la digestión en ambos métodos ..	28
Tabla 7 Costo de la energía consumida durante la digestión en ambos métodos	29
Tabla 8 Costo del agua consumida durante la digestión en ambos métodos	29
Tabla 9 Costos totales de la digestión de ambos métodos	29

Lista de figuras

Figura 1 Disposición de los tubos de digestión en los experimentos.....	14
Figura 2 Modelo de experimentación para cada ronda del estudio R&R	15
Figura 3 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 1 de la mezcla catalítica	17
Figura 4 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 2 de la mezcla catalítica	18
Figura 5 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 3 de la mezcla catalítica	19
Figura 6 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 4 de la mezcla catalítica	19
Figura 7 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 5 de la mezcla catalítica	20
Figura 8 Proceso de selección de la mezcla catalítica.....	21
Figura 9 Aspecto de la solución de digestión. a) Método actual, después de finalizada la reacción. b) Método modificado después de sólo 10 minutos de mineralización ácida	22
Figura 10 Aspecto de los diferentes tamaños de sulfato de cobre empleados. a) Disponible en laboratorio inicialmente. b) Tamaño disminuido comercialmente. c) Molido.....	22
Figura 11 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 5 y sulfato de cobre pasante malla N°500	23
Figura 12 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 5 y sulfato de cobre molido	24
Figura 13 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 5 y sulfato de cobre reducido comercialmente	24
Figura 14 Contribución de variación.....	26
Figura 15 Rango por operador	26
Figura 16 Xbarra por operador.....	26
Figura 17 Medición por operador	27
Figura 18 Interacción partes*operador.....	27

Siglas, acrónimos y abreviaturas

APA	American Psychological Association
UFC	Urea Formol Concentrado
UdeA	Universidad de Antioquia
N°	Número
R&R	Repetibilidad y Reproducibilidad
Rep	Repetición

Resumen

Dentro de la producción a nivel industrial existen muchos productos que son obtenidos de manera continua desde el encendido de la planta, por lo que es necesario llevar un control de calidad en paralelo para así cerciorar el valor correcto dentro de los rangos establecidos por la empresa de aquellos parámetros determinantes. En la empresa Interquim S.A la Urea Formol Concentrada (UFC), un pre-polímero de gran importancia para la producción de resinas ureicas es simultáneamente producido y analizado para determinar su contenido total de nitrógeno. Para reducir el tiempo de la digestión ácida dentro del método Kjeldahl se proponen diferentes composiciones de la mezcla catalítica incluyendo dos nuevos catalizadores, además de variar el tamaño de partícula del sulfato de cobre. Se encontró que la quinta formulación propuesta y la disminución del tamaño del sulfato de cobre reduce a la mitad el tiempo requerido para la digestión ácida, así como los costos asociados a esta etapa. Además, se concluye la aptitud del método de análisis para la determinación de concentración de urea de la UFC a través de un estudio R&R.

Palabras clave: UFC, catalizadores, tamaño de partícula, tiempo de análisis, R&R

Abstract

Within industrial production there are many products that are obtained continuously from the start of the plant, so it is necessary to carry out a quality control in parallel to ensure the correct value within the ranges established by the company of those determining parameters. In the company Interquim S.A the Urea Formaldehyde Concentrate (UFC), a pre-polymer of great importance to produce urea resins is simultaneously produced and analyzed to determine its total nitrogen content. In order to reduce the time of acid digestion within the Kjeldahl method, different compositions of the catalytic mixture are proposed, including two new catalysts, as well as varying the particle size of the copper sulphate. It was found that the proposed fifth formulation and decreasing in the size of copper sulfate reduces by half the time required for acid digestion, as well as costs associated with this step. In addition, the suitability of the analytical method for determining the concentration of urea of the UFC by means of an R&R study is concluded.

Keywords: CFU, catalysts, particle size, analysis time, R&R

Introducción

A nivel industrial el tiempo de análisis para el control de calidad de los productos es de gran importancia debido a que, en algunos casos, la continuidad de la producción o el retraso en ella depende de los resultados obtenidos en dichas pruebas.

Los tiempos requeridos para obtener parámetros decisivos dependen de diferentes variables que pueden ser manipuladas o no por los analistas. En la mayoría de los casos las pruebas realizadas requieren transformaciones químicas con velocidades de reacción asociadas, las cuales no pueden ser ajustadas directamente, sino que requieren de la modificación del método de análisis para así reducir el tiempo de reacción de manera estandarizada.

La digestión ácida es no sólo una de las etapas principales de la determinación de nitrógeno total en la UFC, sino también la que más se tarda, por lo que es necesario buscar alternativas para aumentar la velocidad de reacción, disminuyendo así el tiempo requerido. En la empresa Interquim S.A por medio del método de análisis actual se requiere de alrededor de dos horas y media para obtener el contenido de urea total en la UFC, valor que obtiene por relación estequiométrica a partir del contenido de nitrógeno.

Por medio de este proyecto se espera reducir el tiempo de análisis de la UFC mediante la reformulación de la mezcla catalítica, integrando sulfato de sodio que incrementa el punto de ebullición del ácido sulfúrico para así obtener una temperatura mayor en el sistema, además de dióxido de titanio, acelerando así la reacción de mineralización ácida (*Tecnal - Las etapas de digestión, destilación, y titulación componen el método tradicional de determinación de nitrógeno, s/f*). Además, se espera identificar y emplear un tamaño de partícula del sulfato de cobre que proporcione un área superficial mayor y beneficie la reacción.

1. Objetivos

1.1 Objetivo general

Optimizar el proceso de determinación del nitrógeno total en la UFC por el método Kjeldahl.

1.2 Objetivos específicos

- Identificar las variables que afectan el tiempo requerido para la digestión ácida del método Kjeldahl.
- Determinar el efecto de incluir el dióxido de titanio y el sulfato de sodio dentro de la mezcla catalizadora en el tiempo requerido para la digestión ácida.
- Evaluar el efecto que tiene el tamaño de partícula del sulfato de cobre en el tiempo de reacción.
- Valorar la viabilidad del proceso actual y su modificación a partir de herramientas como reproducibilidad, repetitividad y variables como costos, tiempo empleado (HH: Horas Hombre), entre otros.

2. Marco teórico

Interquim S.A elabora aproximadamente cada quince días UFC de manera continua y en dos distintas concentraciones consecutivas: 71% y 80%. El ajuste de la concentración de este producto se da por la temperatura del fluido de refrigeración de cada una de las etapas de una torre de absorción, la cual es alimentada en la parte de los fondos por formaldehído gaseoso obtenido previamente a través de la oxidación catalítica del metanol, el cual será atrapado y condensado por una solución acuosa de urea, alimentada en los topes.

Las primeras 10 horas del proceso se obtiene UFC con baja concentración, la cual se va almacenando en el tanque A-26 y A-27 hasta que se alcanza la densidad característica a una concentración de 71% que se monitorea permanentemente. Posteriormente, se recircula y homogeniza el contenido de ambos tanques para luego obtener la primera muestra, a la cual se le determina peróxido y pH en la planta de formol, para así enviarla al laboratorio de calidad, donde se comprueba que el contenido de nitrógeno, urea, formol y la capacidad Buffer estén dentro de los rangos permisibles. De manera similar sucede con la producción de la UFC al 80% que inicia cuando se alcanzan los parámetros buscados en la UFC 71% y se ajusta el proceso.

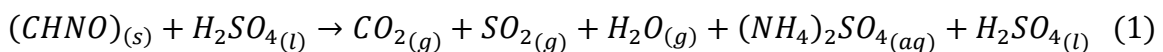
La Urea Formol Concentrada es un pre-polímero utilizado principalmente en la producción de resinas ureicas y melamínicas, en la industria de fertilizantes y como acondicionador en la elaboración de urea (Pan Reac, 2011). Dentro de la industria de las resinas, su uso reduce el tiempo de reacción comparado al mismo proceso utilizando urea y formaldehído por separado, sin embargo, el contenido de estos compuestos debe mantenerse dentro de las especificaciones estandarizadas previamente por la empresa para la efectiva producción de cada una de las resinas.

El contenido de urea en la UFC es determinado a partir de la relación molar con respecto al nitrógeno total de la muestra, lo cual actualmente se lleva a cabo por medio del método Kjeldahl, comprendido por tres etapas principales:

- Digestión o mineralización ácida
- Destilación de la solución de digestión

- Titulación del destilado, cálculo del contenido de nitrógeno y a partir del mismo, por relación molar se determina el contenido de urea.

Es preciso resaltar que la digestión ácida es la etapa determinante en la duración del método de análisis. Este proceso se basa en el principio de descomposición de la muestra por oxidación con ácido sulfúrico concentrado en ebullición (Akzonobel, 2017), teniendo como objetivo romper todos los enlaces de nitrógeno de la muestra y convertir todo el nitrógeno unido orgánicamente en iones amonio (NH_4^+). Durante este proceso la materia orgánica se carboniza dando lugar a la formación de una espuma negra, la cual descompone y finalmente se convierte en un líquido claro que indica que la transformación química se ha llevado a cabo (Pan Reac, 2011). La reacción que describe el proceso es:



La disminución del tiempo de mineralización ácida se ve afectado principalmente por dos factores, el primero hace referencia a un aumento en la temperatura de reacción y el segundo a la naturaleza química de la mezcla catalítica empleada.

En cuanto a el segundo factor mencionado, se ha utilizado de manera recurrente sales metálicas de cobre y compuestos de selenio (Tablets, s/f), las cuales presentan como desventaja una baja velocidad de reacción y considerable toxicidad, respectivamente. Para obtener un equilibrio significativo entre el tiempo de reacción, el impacto en la salud humana y el medio ambiente, se recomiendan emplear mezclas catalíticas que contengan sulfato de sodio, sulfato de potasio, sulfato de cobre y dióxido de titanio, donde los dos primeros incrementan el punto de ebullición del ácido sulfúrico, permitiendo así que la temperatura del sistema se eleve hasta aproximadamente 380°C , proporcionando junto a las sustancias restantes un medio propicio para que la muestra de UFC y el ácido reaccionen de manera efectiva (*Tecnal - Las etapas de digestión, destilación, y titulación componen el método tradicional de determinación de nitrógeno, s/f*).

Además de los parámetros determinantes en el tiempo de reacción anteriormente expuestos, se ha observado en diferentes reacciones catalíticas heterogéneas que, al utilizar tamaños de partículas menores, aumentando así el área superficial de contacto entre el catalizador y la solución reactiva, se facilita la reacción y mejora la eficiencia de esta (Samim et al., 2007).

Previamente a emplear un método de análisis dentro de cualquier tipo de proceso productivo es necesario validarlo, de esta manera se evalúa su aptitud para el propósito diseñado, es decir, asegura que proporciona datos fiables, ya que muchas veces las decisiones de ajuste de proceso se toman basados en los mismos, poniendo en juego así la calidad de los productos finales.

Existen diferentes procedimientos que valoran los métodos analíticos, sin embargo para este método en específico, que será utilizado en el laboratorio de Calidad de la empresa Interquim S.A donde el análisis de los productos intermedios y finales se puede realizar por una de tres personas, es esencial identificar la variabilidad procedente de la repetibilidad y reproducibilidad del mismo, además de analizar si a través del método se ve reflejado el cambio de la variable de interés con respecto a diferentes parámetros específicos según la muestra. Por dicha razón, la validación del método de análisis obtenido durante el proyecto se realizará por medio de un estudio R&R, a través del cual se involucrará cada uno de los analistas, además cinco ejemplares de UFC analizadas previamente en el laboratorio, que simularían cualquier posible futura muestra (*¿Qué es un estudio de repetibilidad y reproducibilidad (R&R) del sistema de medición?* - Minitab, s/f).

La máxima eficiencia y eficacia de las entidades solo es posible a partir de la aplicación de procesos de mejoramiento continuo en los que la optimización resulta ser el factor clave, por lo que es de suma importancia analizar la viabilidad económica del método modificado, teniendo en cuenta si la implementación de los diferentes recursos necesarios disminuye y, por tanto, también el costo del método o si por el contrario aumenta, evaluar si el beneficio obtenido justifica el aumento del precio de análisis, permitiendo así tomar decisiones de cualquier tipo (Díaz Aguilera, 2017). Mediante este proyecto se busca identificar si el método obtenido reduce los costos, sin perder de vista la importancia del tiempo reducido en el estudio de la UFC no sólo a nivel de laboratorio, sino también a nivel productivo puesto que dicho producto se hace de manera continua como se ha hecho énfasis anteriormente, lo que significa que durante el tiempo de análisis de las muestras la planta continúa produciendo posiblemente fuera de especificaciones, y en algunos casos donde los ajustes no dan frutos, puede ser necesario parar la planta mientras parámetros como el contenido de urea total son determinados.

3. Metodología

Durante los experimentos realizados durante el proyecto, se hizo uso del último lote de ambas concentraciones de UFC, cuyos datos reportados por los analistas y mostrados a continuación, fueron tomados como valor de referencia para evaluar la viabilidad de las mezclas catalíticas.

Tabla 1 Datos teóricos de las muestras utilizadas

Muestra	Contenido de nitrógeno	Contenido de urea
UFC 71%	9,11	19,53
UFC 80%	10,27	22,00

Por otra parte, en cada sesión experimental se hizo por triplicado el análisis de las muestras de manera simultánea, manteniendo los demás parámetros a excepción de la cantidad de catalizador, tamaño de partícula y/o tiempo de reacción intactos con respecto al método inicial, para posteriormente promediar los resultados de urea obtenidos.

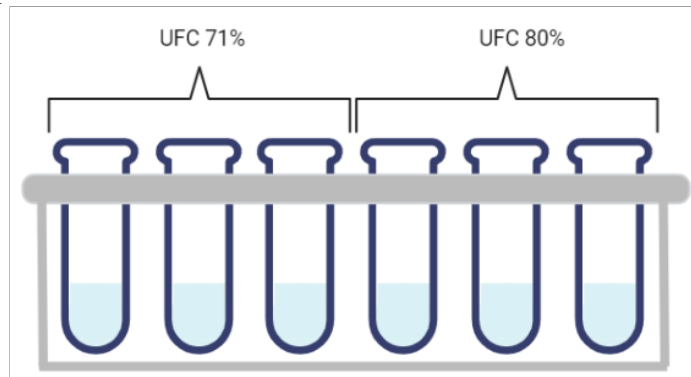


Figura 1 Disposición de los tubos de digestión en los experimentos

El proyecto dentro de la empresa Interquim S.A se dividió en cuatro etapas diferentes:

1. Formulación de la mezcla catalítica:

Comercialmente, se usan dos referencias de tabletas Kjeldahl con los catalizadores que se tuvieron en cuenta durante el proceso de investigación (sulfato de potasio, sulfato de sodio, dióxido de titanio y sulfato de cobre pentahidratado) (Pan Reac, 2011), con base en las cuales se propusieron diferentes proporciones para identificar cuáles eran viables para la reducción del tiempo de análisis con resultados coherentes con respecto a los hallados con el método de análisis inicial (**Tabla 1**).

Este proceso se llevó a cabo teniendo en cuenta la función de cada uno de los catalizadores dentro de la reacción, lo que llevaba a aumentar o disminuir sus cantidades hasta llegar a la formulación óptima.

2. Selección del tamaño de partícula del sulfato de cobre:

Después de seleccionada la formulación con menor tiempo de digestión ácida posible, se procedió a analizar el efecto del tamaño de partícula del sulfato de cobre pentahidratado en la velocidad de reacción; para ello se optó por utilizar diferentes presentaciones: inicialmente se molieron con la ayuda de un molino de alta energía los cristales disponibles en el laboratorio de la empresa, para posteriormente clasificarlo con un tamiz N° 500 y utilizar el pasante dentro de la mezcla catalítica (con un tamaño de 25 μM). También, para evaluar la posibilidad de omitir el paso de clasificar por tamaño el sulfato de cobre, se utilizó directamente el material obtenido después de reducir el tamaño de los cristales. Por otro lado, se utilizó un tamaño de partícula comercial más pequeño que el empleado comúnmente dentro del laboratorio, para así comparar su comportamiento en la reacción de desmineralización.

Tanto la determinación de la mezcla catalítica como la selección de tamaño de partícula del sulfato de cobre se realizó en aras de la disminución del tiempo de análisis de la muestra con resultados coherentes, por lo que con cada variación estudiada se efectuaron reducciones de tiempo hasta obtener el menor valor posible.

3. Estudio R&R del método de análisis:

Utilizando los parámetros definidos durante el proyecto (catalizadores, tamaño de partícula y tiempo de digestión) y aquellos inalterados dentro del método de análisis (cantidad de UFC, volumen de ácido sulfúrico y potencia del digestor), se procedió a estudiar estadísticamente la reproducibilidad y repetibilidad de este.

Para dicho fin, se tomaron cinco muestras (partes) de UFC en diferentes concentraciones, las cuales fueron rotuladas con un número aleatorio del 1 al 5 y de manera diferente para todas las rondas de experimentos. Cada ronda (repetición) consistía en tomar las muestras y analizarlas en un tubo de digestión como se muestra a continuación.

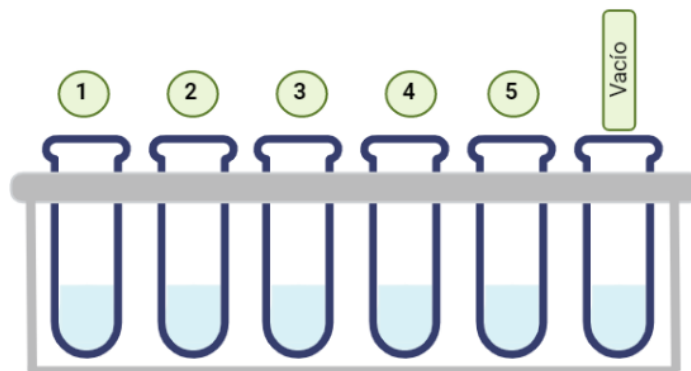


Figura 2 Modelo de experimentación para cada ronda del estudio R&R

Todos los analistas del laboratorio realizaron el estudio R&R que comprendía 3 rondas por operador, dando así un total de 60 análisis realizados, por medio de los cuales se recolectó los datos de contenido de nitrógeno, para posteriormente ingresarlo al Software Minitab 18 y realizar el análisis estadístico.

Se eligió esta validación del método, debido a que este busca verificar la variación de las mediciones realizadas por un mismo operador (repetibilidad) y la variación de las mediciones tomadas entre operadores (reproducibilidad), utilizando el mismo procedimiento estandarizado. La gran ventaja de este tipo de estudios es que permite estimar la contribución de cada uno de los factores a la precisión global (componente de varianza), por lo tanto, es una información valiosa que permite al laboratorio identificar qué tan confiable es el método de análisis, aunque cambie la muestra a analizar e independientemente de qué operador lo aplica, para posteriormente focalizar los esfuerzos en disminuir el efecto sólo de aquellos factores que más aportan a la variabilidad (*Capítulo 1: Estudio R&R, s/f*).

4. Comparación de costos del método obtenido con respecto aplicado comúnmente:

A partir de los pasos anteriores dentro del proyecto, fue posible optimizar el tiempo de reacción y, por tanto, el tiempo de análisis de la UFC; sin embargo, para evaluar la viabilidad económica del nuevo método de análisis con respecto al anterior, se tuvo en cuenta los siguientes parámetros:

- Reactivos empleados
- Valor de mano de obra requerida
- Gastos indirectos de análisis (energía y agua consumidos)

Con base en los valores obtenidos fue posible concluir si el método obtenido representa una ventaja no sólo a nivel de productividad, sino también en cuanto a los recursos utilizados para obtener los resultados que proporcionan ambos análisis.

4. Resultados y análisis

1. Formulación de la mezcla catalítica:

Durante esta etapa se propusieron cinco posibles composiciones de la mezcla catalítica, cuyos pesos se muestran en la **Tabla 2**.

Tabla 2 Formulaciones de la mezcla catalíticas propuestas

Formulación	K_2SO_4 [g]	Na_2SO_4 [g]	$CuSO_4 * 5H_2O$ [g]	TiO_2 [g]
1	1,7500	1,7500	0,1040	0,1040
2	2,3580	2,3580	0,1415	0,1415
3	2,3600	2,3600	0,2500	0,2500
4	2,3600	2,3600	0,3000	0,3000
5	2,4000	2,4000	0,3000	0,3000

Inicialmente, se implementó el método de análisis con la de menor cantidad de reactivos sugeridos por las tabletas Kjeldahl comerciales, empleando 50 minutos en la digestión ácida, obteniendo valores para la cantidad de nitrógeno, y por ende para el contenido de urea por debajo de los teóricos como se enseña en la **Figura 3**.

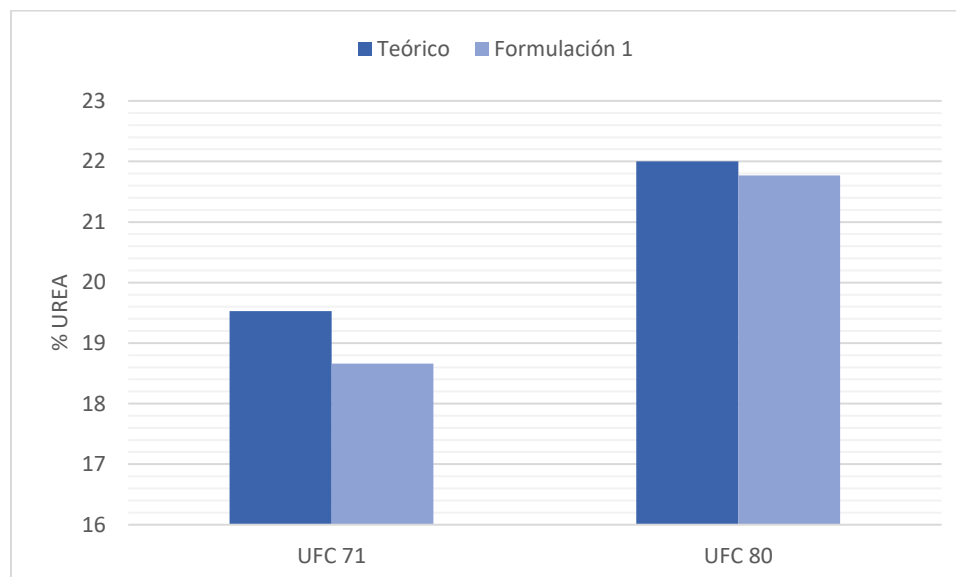


Figura 3 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 1 de la mezcla catalítica

Posteriormente se optó por ensayar otra composición comercial de las tabletas Kjeldahl, con una cantidad considerablemente mayor del sulfato de potasio y sulfato de sodio con respecto a

la primera formulación. En este caso se llevaron a cabo dos repeticiones del experimento, ambas veces con 50 minutos de digestión, no obstante, los valores arrojados fueron menores a los teóricos (**Figura 4**).

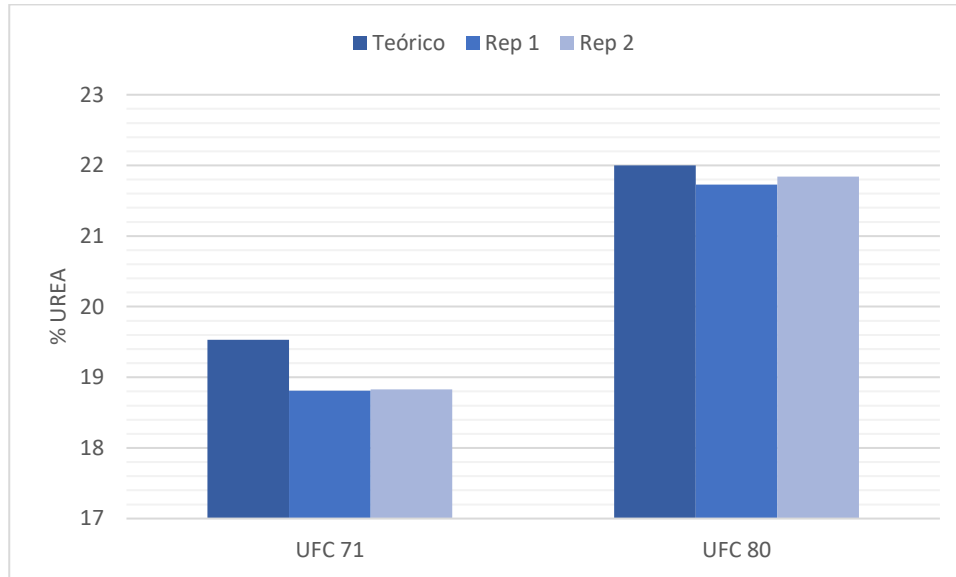


Figura 4 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 2 de la mezcla catalítica

Tanto para la tercera y cuarta formulación se aumentaron consecutivamente la cantidad de sulfato de cobre y dióxido de titanio, buscando favorecer la efectiva oxidación de la mezcla por efecto del ácido sulfúrico (Gonzales, 2011), mientras se redondeando también la cantidad de los otros dos catalizadores pensando en facilitar a los analistas el futuro pesaje de los mismos.

En el caso de la formulación 3, se obtuvieron valores cercanos a los teóricos empleando 55 minutos en la digestión de la primera repetición, por lo que se tomó la decisión de hacer un segundo intento reduciendo el tiempo a 50 minutos. En contraste a los primeros resultados, en la segunda repetición, los valores del contenido de urea estuvieron por debajo de los valores teóricos. Los resultados de las dos corridas se muestran a continuación.

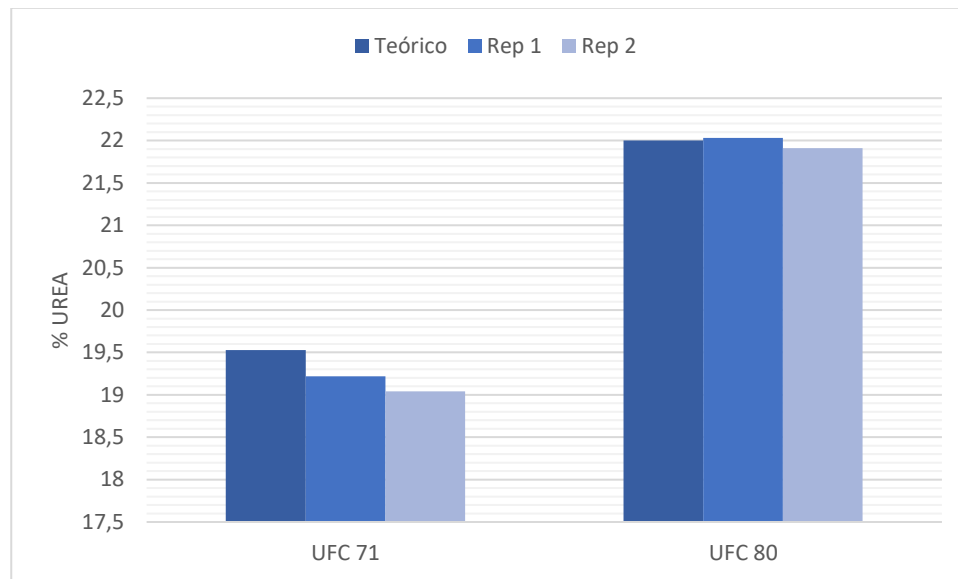


Figura 5 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 3 de la mezcla catalítica

En cuanto a la cuarta formulación, sólo se realizó un ensayo, debido a que se esperaba que con el aumento realizado en los catalizadores, el tiempo de análisis se redujera 5 minutos en comparación a la formulación anterior manteniendo valores cercanos a los esperados; por el contrario se obtuvieron valores inferiores (**Figura 6**).

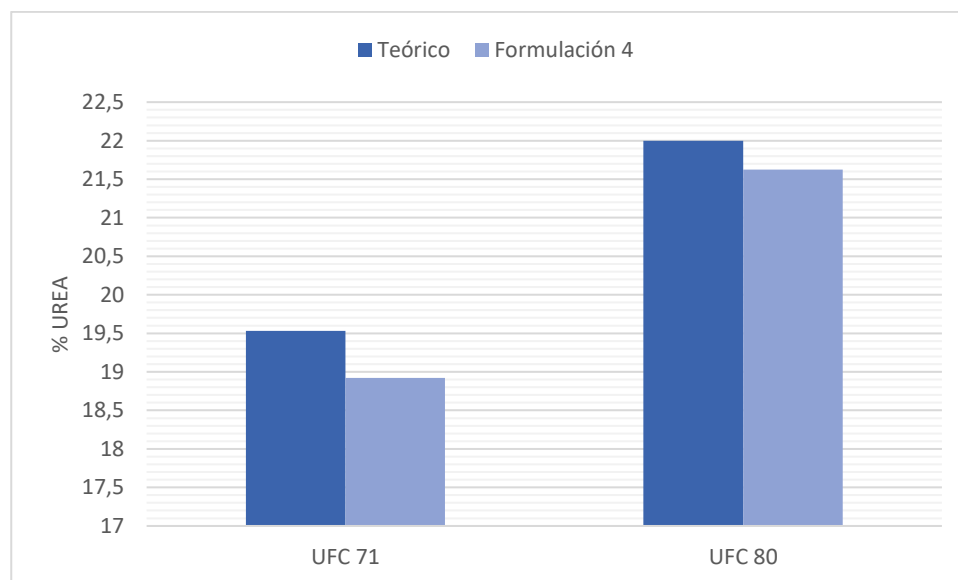


Figura 6 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 4 de la mezcla catalítica

Con base en los resultados de las últimas dos formulaciones, donde se evidenció que el aumento del sulfato de cobre y el dióxido de titanio no influía significativamente en el aumento de

la velocidad de la reacción de mineralización, se decidió mantener las cantidades utilizadas en la cuarta formulación de estos catalizadores, aumentando la cantidad de los otros dos (sulfato de potasio y sulfato de sodio), lo cual influiría en el incremento del punto de ebullición del ácido sulfúrico. En este caso, se realizaron tres repeticiones: dos con 45 minutos en digestión ácida con resultados superiores a los teóricos, indicando que la mezcla catalítica permitía un avance de la reacción superior al alcanzado con el método actual y en menor tiempo; por lo que se decidió hacer la tercera, con 35 minutos de mineralización, manteniendo valores más altos a los esperados. Los valores obtenidos con dicha mezcla se muestran a continuación.

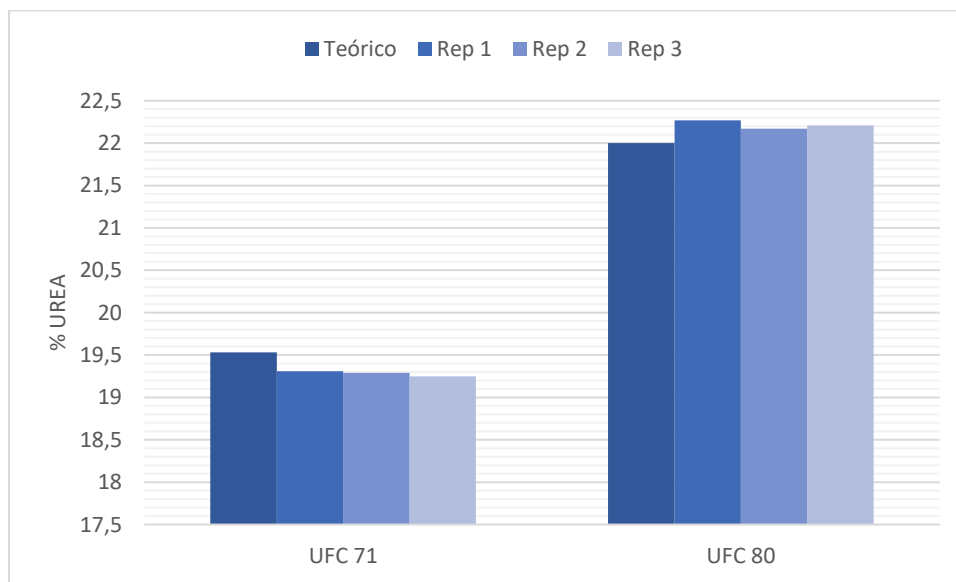


Figura 7 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 5 de la mezcla catalítica

El proceso de selección de la mezcla catalítica se ilustra mediante la **Figura 8**, por medio del cual se pudo obtener la quinta formulación como la mejor, reduciendo así 25 minutos del tiempo requerido para realizar la primera etapa de la determinación del nitrógeno total de la UFC por medio del método Kjeldahl. De esta manera, se puede concluir que un aumento no muy elevado en el sulfato de potasio y el sulfato de sodio tiene un impacto considerable en el incremento de la temperatura de ebullición del ácido sulfúrico, en la temperatura del sistema de digestión y, por ende, en la velocidad de reacción.

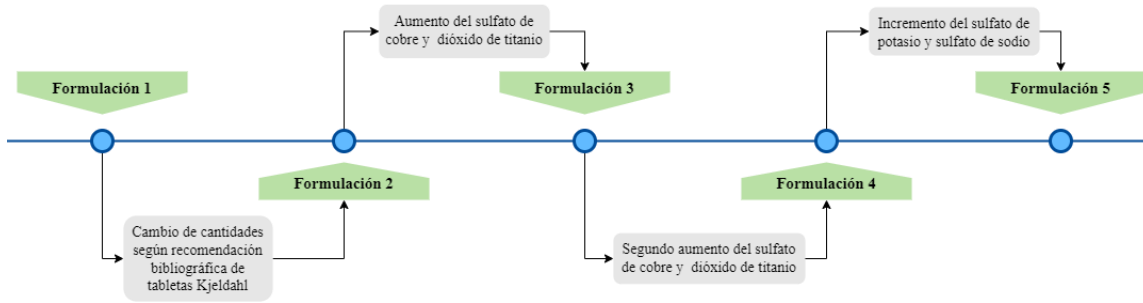


Figura 8 Proceso de selección de la mezcla catalítica

Otro de los factores determinantes para elegir la quinta formulación fue el porcentaje de variación de los datos obtenidos durante los experimentos con respecto a los valores de referencia. Para esto, se tomaron directamente los valores obtenidos para aquellas formulaciones que sólo tuvieron una repetición, mientras que para aquellos que se hicieron varias repeticiones con el mismo tiempo de reacción se tomó el valor promedio y, para aquellos en los que el tiempo de reacción entre repeticiones era diferente, se tomó el valor obtenido en el de menor tiempo. Los resultados del porcentaje de error obtenidos se muestran en la **Tabla 3**.

Tabla 3 Porcentaje de error en los valores obtenidos en cada formulación de la mezcla catalítica

Formulación	% ERROR	
	UFC 71	UFC 80
1	4,45	1,05
2	3,64	0,98
3	2,51	0,41
4	3,12	1,70
5	1,43	0,95

Con base a la tabla anterior se puede concluir que el menor porcentaje de error lo tiene el método cuando se emplea la quinta mezcla formulada, debido a que en la UFC 71 tiene el menor valor y, aunque en la UFC 80 es el segundo menor, la desviación de los resultados es por encima con respecto al valor teórico, indicando así que el método modificado permite que la reacción avance más y en menor tiempo.

Cabe resaltar, que en el método actual se tiene como referencia el cambio de color de la muestra en digestión de azul con tonalidades pardas a un color verde esmeralda, para revelar la

finalización de la reacción de mineralización; no obstante, con las mezclas catalíticas estudiadas, incluida la elegida, el cambio de color se da aproximadamente partir de 10 minutos de reacción y se mantiene hasta finalizados los experimentos (**Figura 9**) por lo que, en estos casos el cambio de color no es un indicativo de la conclusión de la etapa de digestión.

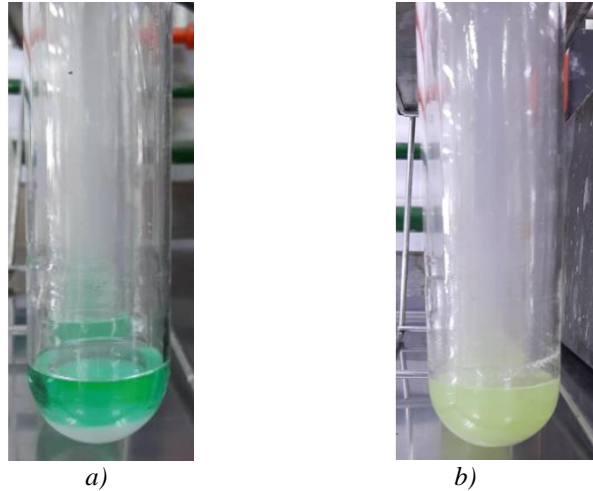


Figura 9 Aspecto de la solución de digestión. a) Método actual, después de finalizada la reacción. b) Método modificado después de sólo 10 minutos de mineralización ácida

2. Selección del tamaño de partícula del sulfato de cobre:

Haciendo uso de la composición de la mezcla catalítica seleccionada, se realizaron tres modificaciones en el tamaño de partícula del sulfato de cobre, debido a que en comparación a los demás catalizadores es el que tiene mayor tamaño de partícula. Como se describió en la metodología, durante la primera etapa del proyecto se hizo uso de los cristales disponibles en el laboratorio, los cuales posteriormente se molieron, además de emplear uno comercial de menor tamaño.

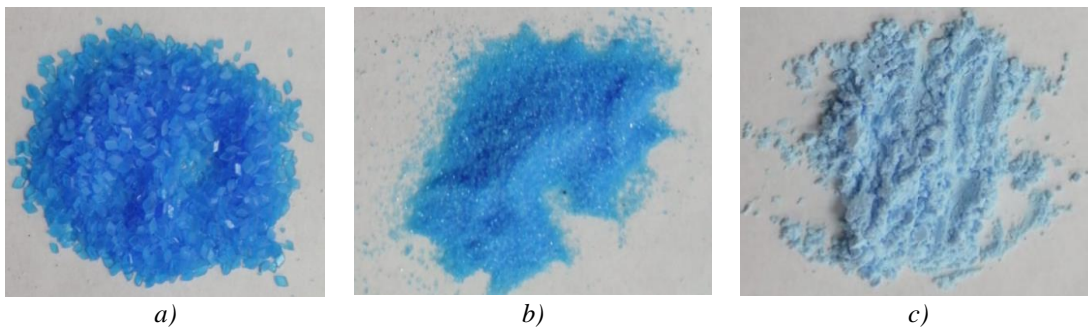


Figura 10 Aspecto de los diferentes tamaños de sulfato de cobre empleados. a) Disponible en laboratorio inicialmente. b) Tamaño disminuido comercialmente. c) Molido

Inicialmente, se empleó el pasante de malla N°500 del sulfato de cobre con una digestión de 30 minutos en tres repeticiones, obteniendo resultados realmente alentadores.

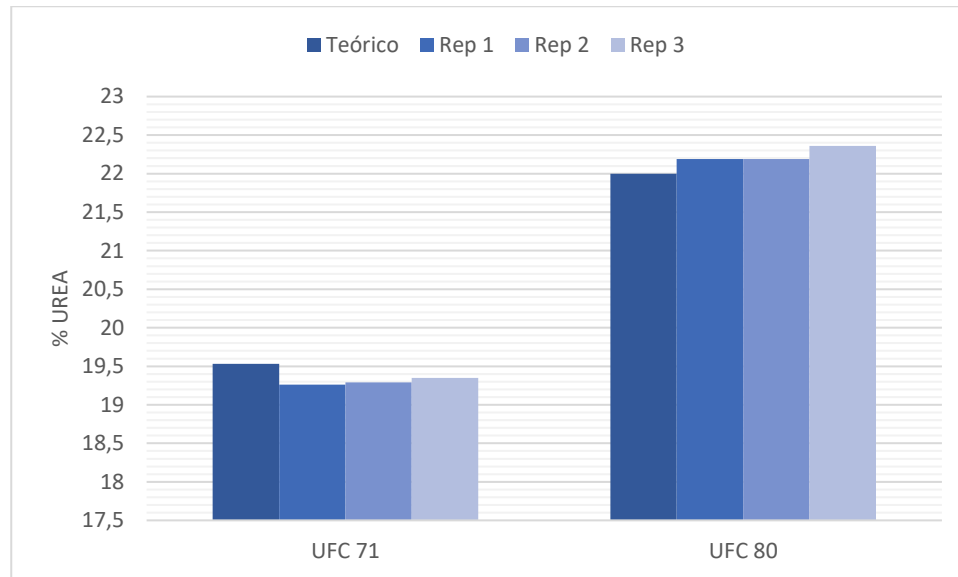


Figura 11 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 5 y sulfato de cobre pasante malla N°500

A partir del tiempo alcanzado y de la coherencia de los resultados, es posible concluir el efecto indirectamente proporcional que tiene el tamaño de partícula del sulfato de cobre y la velocidad de reacción alcanzada. Sin embargo, el clasificar una sustancia corrosiva de un tamaño tan pequeño no sólo es peligroso para las vías aéreas de los analistas, sino también que es tedioso y tomaría incluso más tiempo que el mismo método actual; por dicha razón, se optó por emplear directamente el sulfato de cobre molido durante el mismo tiempo de digestión, arrojando así resultados no tan cercanos a los teóricos como los anteriores en el caso de la UFC 71, como se observa en la **Figura 12**.

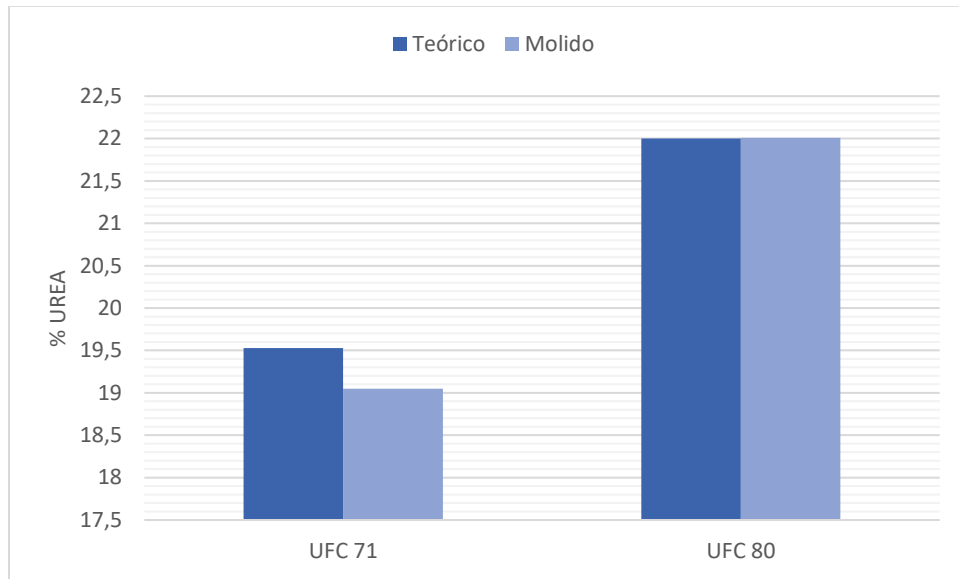


Figura 12 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 5 y sulfato de cobre molido

En el caso de la UFC 71, el límite inferior del rango de aprobación dentro de Interquim S.A está muy próximo al valor obtenido con el sulfato de cobre molido, por lo que se decidió emplear un tamaño entre los dos utilizados anteriormente (los cristales disponibles y el molido) y comercialmente asequible, por 30 minutos de reacción y en tres repeticiones:

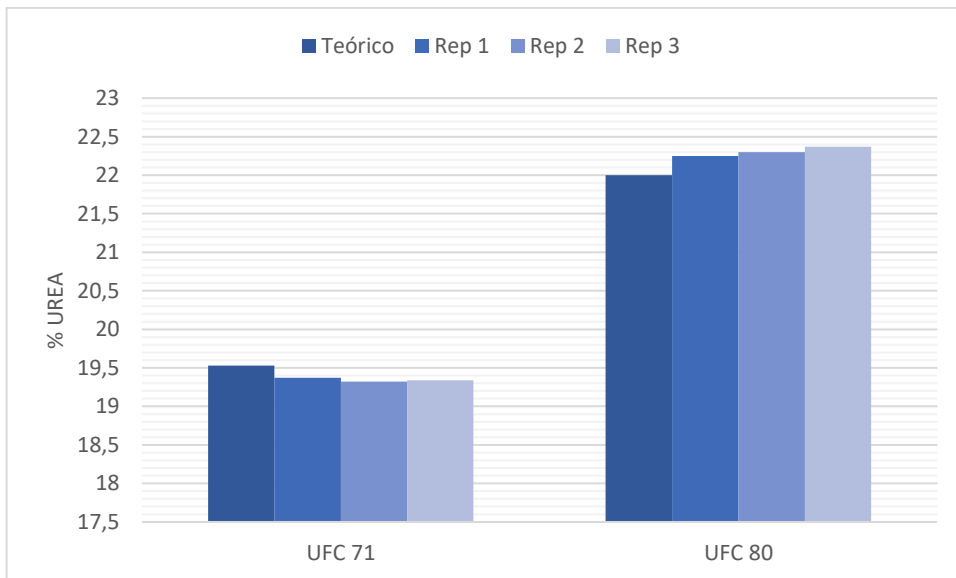


Figura 13 Resultados obtenidos utilizando la Formulación 5 y sulfato de cobre reducido comercialmente

Debido a los valores enseñados de urea en cada una de las muestras utilizando la quinta formulación y el sulfato de cobre comercial más pequeño no sólo son cercanos a los valores obtenidos mediante el método actual, se seleccionan como parámetros del método modificado, dando la evidencia de la importancia de las cantidades de los compuestos en la mezcla catalítica y el tamaño de estos para lograr una reacción de mineralización ácida efectiva, llevando a la mitad la digestión ácida dentro del proceso de determinación del nitrógeno total en la UFC.

Por otra parte, al comparar los valores obtenidos con el catalizador molido y el menor tamaño comercial, se podría concluir que la higroscopía del sulfato de cobre molido pudo influir en su función catalítica impidiendo así el avance esperado de la digestión.

3. Estudio R&R del método de análisis:

A partir del estudio R&R, cuyos resultados detallados de cada uno de los analistas se encuentran en el **Anexo 1**, se obtuvo el siguiente análisis estadístico:

→Variación de cada fuente del error de medición: A partir de la **Tabla 4** y la **Figura 14** es posible evaluar la variación de cada fuente del error de medición, donde se halla que la proporción de la variabilidad causada por la repetibilidad y reproducibilidad es muy pequeña (0,11 %), mientras que la mayor proporción es causada por las diferencias entre las partes (99,89 %), lo que indica que la variación entre los resultados obtenidos por medio del método es debido a su capacidad de diferenciar entre las muestras, es decir, que identifica de manera asertiva el contenido de urea de cada muestra.

Tabla 4 Componentes de la varianza en el método de análisis

Fuente	CompVar	%Contribución (de CompVar)
Gage R&R total	0,0250	0,11
Repetibilidad	0,0219	0,10
Reproducibilidad	0,0030	0,01
Operadores	0,0030	0,01
Parte a parte	22,7575	99,89
Variación total	22,7825	100,00

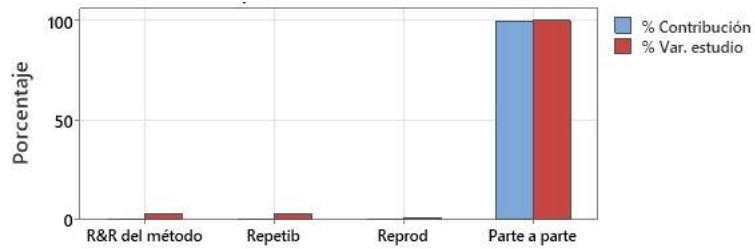


Figura 14 Contribución de variación

→ Información adicional del método de análisis a partir de gráficas: En la **Figura 15** podemos observar el rango (diferencia entre el mayor y menor valor de contenido de urea para cada muestra) de los datos tomados por los cuatro analistas, identificando que el operador que tiene menor variación al repetir sus mediciones es William, al contrario de Rodrigo, presentando la mayor variabilidad; sin embargo, los cuatro analistas tienen variación en la repetibilidad dentro del rango aceptable.

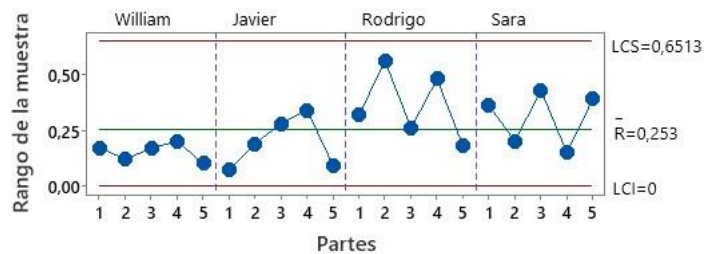


Figura 15 Rango por operador

A diferencia de lo anterior, en la **Figura 16** se puede observar que la mayoría de los datos están por fuera del límite inferior y superior, lo que nos indica la variación de contenido de urea que hay entre las cada una de las muestras y que en efecto, el método de análisis identifica ese cambio, relacionándose también con lo obtenido en la **Tabla 4** y la **Figura 14**.

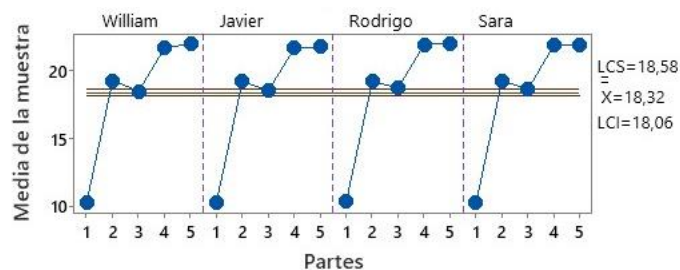


Figura 16 Xbarra por operador

Por otra parte, el estudio estadístico arrojó que las medias de las mediciones de los cuatro operadores son similares, obteniendo así una unión aproximadamente horizontal entre los gráficos de caja como lo muestra la **Figura 17**.

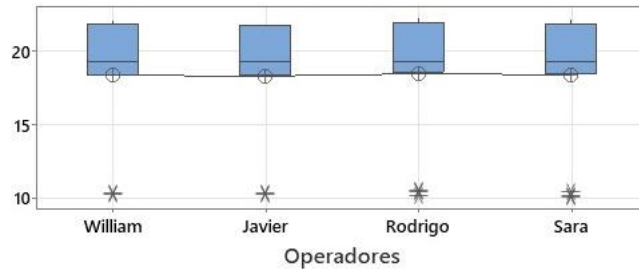


Figura 17 Medición por operador

Para finalizar, la reproducibilidad del método de análisis se ve reflejado en la **Figura 18**, indicando que este marca una tendencia o patrón en los resultados de todos los operarios, por lo que se concluye que la variación del método no depende de manera significativa del analista que lo realice.

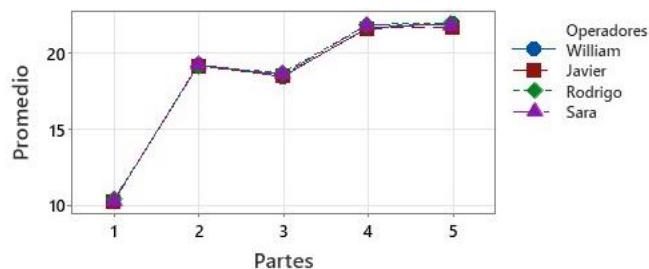


Figura 18 Interacción partes*operador

Para sintetizar los resultados del estudio R&R, el método de análisis modificado posee una considerable repetibilidad y reproducibilidad, lo que dentro del área de calidad significa estandarización en los resultados necesarios para modificar el parámetro de contenido de urea de la UFC, además es sensible a la variación de las muestras, lo que significa que se puede emplear para la concentración del 71%, 80% y diluidas, arrojando resultados coherentes y compatibles con la realidad.

4. Comparación de costos del método obtenido con respecto aplicado comúnmente:

Todo el análisis de costos del método hace énfasis específicamente en los recursos requeridos en la digestión ácida, que es donde recae la diferencia entre ambos métodos, puesto que

tanto la destilación como la titulación automática requieren de los mismos reactivos, tiempo y gastos indirectos.

Los costos referentes a los reactivos necesarios en cada uno de los métodos de análisis se muestran en la **Tabla 5**, donde se observa que, aunque en el actualizado se requieren dos catalizadores más, al tener un peso menor por cada réplica, el precio total por análisis disminuye aproximadamente hasta la mitad.

Tabla 5 Costos de reactivos para la digestión de una muestra de UFC con cuatro réplicas por ambos métodos

Sustancia	Precio [COP/g]	Método actual		Método modificado	
		Peso[g]	Precio [COP]	Peso [g]	Precio [COP]
K_2SO_4	285	24,76	7056,60	9,6	2736,00
Na_2SO_4	134	-		9,6	1286,40
$CuSO_4 * 5 H_2O$	216	5,12	1105,92	1,2	259,20
TiO_2	37	-		1,2	44,40
H_2SO_4	2,27	145,2	329,60	145,2	329,60
PRECIO TOTAL [COP]			8492,12		4655,60

Por otra parte, se analizó el costo de mano de obra, directamente relacionado con el parámetro más importante a través de todo el proyecto, el tiempo de digestión:

Tabla 6 Costos relacionados a la mano de obra requerida para la digestión en ambos métodos

	Duración	Costo mano de obra [COP/h]	Costo [COP/HH]
Método actual	1		11979,17
Método modificado	0,5	11979,17	5989,59

Los costos asociados a los recursos requeridos indirectamente en el análisis es la energía consumida por el digestor y por el neutralizador de gases (Scrubber), además del agua requerida para condensar los gases corrosivos obtenidos durante la digestión, los cual depende directamente del tiempo de digestión requerida en cada uno de los métodos, tal como se muestra en la **Tabla 7** y **Tabla 8**.

Tabla 7 Costo de la energía consumida durante la digestión en ambos métodos

Duración [h]	Consumo de energía del digestor [KW]	Consumo de energía del digestor [KWh]	Consumo de energía del Scrubber [KW]	Consumo de energía del Scrubber [KWh]	Consumo total de energía [KWh]	Costo de energía [COP/KWh]	Costo de energía [COP]
1	1,28	1,28	0,14	0,14	1,42	725,59	1030,3378
0,5		0,64		0,07	0,71		515,1689

Tabla 8 Costo del agua consumida durante la digestión en ambos métodos

Duración [h]	Consumo de agua del Scrubber [L/h]	Consumo de agua del Scrubber [L]	Costo de agua [COP/L]	Costo de agua [COP]
1		120		574,68
0,5	120	60	4,789	287,34

Ahora, al recolectar los costos de cada uno de los factores expuestos, se obtiene el valor total de la digestión de cada uno de los métodos (**Tabla 9**), concluyendo que no sólo el tiempo de reacción sino también el precio por análisis disminuye hasta aproximadamente la mitad.

Tabla 9 Costos totales de la digestión de ambos métodos

Método	Costo total [COP]
Actual	22076,31
Modificado	11447,70

En síntesis, es importante resaltar el efecto que tuvo la adición de dos catalizadores más con una formulación diferente y el aumento en el área superficial del sulfato de cobre en la reducción tanto del tiempo de reacción, como en la disminución del costo total de la determinación del contenido de urea de la UFC. Además, es importante resaltar que el método al ser validado se halló apto a nivel de repetibilidad y reproducibilidad, haciendo que sea viable para su aplicación por diferentes analistas y sobre diversas concentraciones del pre-polímero.

5. Conclusiones

- La reacción de digestión ácida dentro del proceso de determinación del nitrógeno total de la UFC es una etapa determinante en el proceso productivo de la empresa Interquim S.A.
- La adición de sulfato de sodio y dióxido de titanio a la mezcla catalítica no sólo es más amigable con el medio ambiente, sino que también reduce el tiempo de reacción en la etapa de digestión ácida, proporcionando agilidad al control de calidad de la UFC.
- El aumento en la concentración del sulfato de cobre y el dióxido de titanio dentro de la formulación catalítica tiene un efecto considerable en el aumento de la velocidad de reacción, a comparación del observado al aumentar repetidamente las cantidades de los catalizadores restantes.
- Se determinó que la disminución del tamaño de partícula del sulfato de cobre influye positivamente en el avance de la mineralización ácida, propiciando así un descenso en el tiempo requerido para el análisis de las muestras.
- Mediante el estudio R&R se estableció que el método de análisis obtenido por medio de las modificaciones realizadas tiene la variabilidad asociada al cambio de muestras, siendo apto para el control de diferentes concentraciones de UFC; además, la repetibilidad y reproducibilidad de este, hace posible su implementación en el laboratorio de calidad.
- A partir de las modificaciones del método de análisis se redujo a la mitad el tiempo, así como también el costo de la etapa de mineralización ácida de la determinación de urea del pre-polímero.
- El método de análisis alcanzado a través del proyecto es una buena opción dentro del laboratorio de calidad a la hora de determinar el contenido total de urea de la UFC, aumentando así la eficiencia y productividad de la planta.

Referencias

- ¿Qué es un estudio de repetibilidad y reproducibilidad (R&R) del sistema de medición? - Minitab.* (s/f). Recuperado el 2 de abril de 2022, de <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/18/help-and-how-to/quality-and-process-improvement/measurement-system-analysis/supporting-topics/gage-r-r-analyses/what-is-a-gage-r-r-study/>
- Akzonobel. (2017). *Pureza de Urea, determinando el nitrógeno total (método Kjeldahl).*
- Capítulo 1: Estudio R&R.* (s/f). <http://tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/9130/capitulo1.pdf>
- Díaz Aguilera. (2017). *El costo-beneficio como herramienta de decisión en la inversión en actividades científicas.* 110265(Número 2), 110493.
- Gonzales, M. M. (2011). *Caracterización De Catalizadores De Cobre Utilizados En La Reacción De Reducción Catalítica Selectiva De Óxidos De Nitrógeno Utilizando Técnicas De Resonancia Magnética.* 95.
- Pan Reac. (2011). Determinación de nitrógeno por el Método Kjeldahl. *ITW Reagents*, 12. https://www.itwreagents.com/uploads/20180122/A173_ES.pdf.
- Samim, M., Kaushik, N. K., & Maitra, A. (2007). Effect of size of copper nanoparticles on its catalytic behaviour in Ullman reaction. *Bulletin of Materials Science* 2007 30:5, 30(5), 535–540. <https://doi.org/10.1007/S12034-007-0083-9>
- Tablets, C. (s/f). *The importance of the catalyst and salt / acid ratio in Kjeldahl analysis.*
- Tecnal - Las etapas de digestión, destilación, y titulación componen el método tradicional de determinación de nitrógeno.* (s/f). Recuperado el 2 de abril de 2022, de https://tecna.com.br/es/blog/86_las_etapas_de_digestion_destilacion_y_titulacion_componen_el_metodo_tradicional_de_determinacion_de_nitrogeno

Anexos

Anexo 1. Evidencia de los resultados del estudio R&R por analista

- Resultados de Analista N°1 (William Rojas)

RESULTADOS EXPERIMENTO N°1

ANALISTA: William Rojas M.A FECHA: 20220217

PARÁMETROS

Catalizadores:

K_2SO_4	2.4
Na_2SO_4	2.4
TiO_2	0.3
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	0.3

Muestra=Aproximadamente 0.3 g

Ácido sulfúrico= 20 mL

Potencia de la estufa= 10 en todo momento

Tiempo= 30 minutos

DATOS

Muestra 1 (♦)

$W_1 = 0,3305$

$N_1 = 10,24$

$U_1 = 24,95$

Muestra 2 (■)

$W_2 = 0,3183$

$N_2 = 4,81$

$U_2 = 10,31$

Muestra 3 (♥)

$W_3 = 0,3210$

$N_3 = 9,01$

$U_3 = 19,31$

Muestra 4 (▲)

$W_4 = 0,3635$

$N_4 = 8,62$

$U_4 = 18,48$

Muestra 5 (▲)

$W_5 = 0,3378$

$N_5 = 10,12$

$U_5 = 21,69$

RESULTADOS EXPERIMENTO N°2

ANALISTA: William Rojas *WR* FECHA: 20220718

PARÁMETROS

Catalizadores:

K ₂ SO ₄	2.4
Na ₂ SO ₄	2.4
TiO ₂	0.3
CuSO ₄ * 5H ₂ O	0.3

Muestra=Aproximadamente 0.3 g

Ácido sulfúrico= 20 mL

Potencia de la estufa= 10 en todo momento

Tiempo= 30 minutos

DATOS

Muestra 1 (▲)

$$W_1 = 0,3421$$

$$N_1 = 8,56$$

$$U_1 = 18,35$$

Muestra 2 (▲)

$$W_2 = 0,3679$$

$$N_2 = 10,06$$

$$U_2 = 21,56$$

Muestra 3 (■)

$$W_3 = 0,3486$$

$$N_3 = 4,73$$

$$U_3 = 10,14$$

Muestra 4 (●)

$$W_4 = 0,2921$$

$$N_4 = 10,27\%$$

$$U_4 = 22,01\%$$

Muestra 5 (♥)

$$W_5 = 0,3468$$

$$N_5 = 8,95\%$$

$$U_5 = 19,19\%$$

RESULTADOS EXPERIMENTO N°3

ANALISTA: William Rojas M. FECHA: 20220719

PARÁMETROS

Catalizadores:

K_2SO_4	2.4
Na_2SO_4	2.4
TiO_2	0.3
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	0.3

Muestra=Aproximadamente 0.3 g

Ácido sulfúrico= 20 mL

Potencia de la estufa= 10 en todo momento

Tiempo= 30 minutos

DATOS

Muestra 1 (■)

$$W_1 = 0,3523$$

$$N_1 = 4,75$$

$$U_1 = 10,18$$

Muestra 2 (▲)

$$W_2 = 0,3079$$

$$N_2 = 10,15$$

$$U_2 = 21,76$$

Muestra 3 (▲)

$$W_3 = 0,3240$$

$$N_3 = 8,64$$

$$U_3 = 18,52$$

Muestra 4 (♥)

$$W_4 = 0,3083$$

$$N_4 = 8,95$$

$$U_4 = 19,19$$

Muestra 5 (●)

$$W_5 = 0,3192$$

$$N_5 = 10,22$$

$$U_5 = 21,91$$

• Resultados de Analista N°2 (Javier Agudelo)

RESULTADOS EXPERIMENTO N°1

ANALISTA: ORLA IN JAVIER AGUDELO FECHA: 2022-02-16

PARÁMETROS

Catalizadores:

K_2SO_4	2.4
Na_2SO_4	2.4
TiO_2	0.3
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	0.3

Muestra=Aproximadamente 0.3 g

Ácido sulfúrico= 20 mL

Potencia de la estufa= 10 en todo momento

Tiempo= 30 minutos

DATOS

Muestra 1 (•)

$W_1 = 0.3288$

$N_1 = 10.13\%$

$U_1 = 21.71\%$

Muestra 2 (■)

$W_2 = 0.3204$

$N_2 = 4.78\%$

$U_2 = 10.25\%$

Muestra 3 (♥)

$W_3 = 0.3295$

$N_3 = 8.88\%$

$U_3 = 19.04\%$

Muestra 4 (♣)

$W_4 = 0.3419$

$N_4 = 8.64\%$

$U_4 = 18.52\%$

Muestra 5 (▲)

$W_5 = 0.3356$

$N_5 = 10.05\%$

$U_5 = 21.46\%$

RESULTADOS EXPERIMENTO N°2

ANALISTA: ORLAÍN SANTIAGO AGUILOZ FECHA: 2022/02/17

PARÁMETROS

Catalizadores:

K ₂ SO ₄	2.4
Na ₂ SO ₄	2.4
TiO ₂	0.3
CuSO ₄ * 5H ₂ O	0.3

Muestra=Aproximadamente 0.3 g

Ácido sulfúrico= 20 mL

Potencia de la estufa= 10 en todo momento

Tiempo= 30 minutos

DATOS

Muestra 1 (▲)

$$W_1 = 0.3431$$

$$N_1 = 8.55\%$$

$$U_1 = 18.33\%$$

Muestra 2 (▲)

$$W_2 = 0.3406$$

$$N_2 = 10.10\%$$

$$U_2 = 21.65\%$$

Muestra 3 (■)

$$W_3 = 0.3304$$

$$N_3 = 4.75\%$$

$$U_3 = 10.18\%$$

Muestra 4 (●)

$$W_4 = 0.3320$$

$$N_4 = 10.12\%$$

$$U_4 = 21.69\%$$

Muestra 5 (♥)

$$W_5 = 0.3693$$

$$N_5 = 8.97\%$$

$$U_5 = 19.23\%$$

RESULTADOS EXPERIMENTO N°3

ANALISTA: Orlain Javiera Aguirre FECHA: 22-02-18

PARÁMETROS

Catalizadores:

K_2SO_4	2.4
Na_2SO_4	2.4
TiO_2	0.3
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	0.3

Muestra=Aproximadamente 0.3 g

Ácido sulfúrico= 20 mL

Potencia de la estufa= 10 en todo momento

Tiempo= 30 minutos

DATOS

Muestra 1 (■)

$W_1 = 0.3201$

$N_1 = 4.77\%$

$U_1 = 10.22\%$

Muestra 2 (▲)

$W_2 = 0.3281$

$N_2 = 10.17\%$

$U_2 = 21.80\%$

Muestra 3 (■)

$W_3 = 0.3820$

$N_3 = 8.68\%$

$U_3 = 18.61\%$

Muestra 4 (●)

$W_4 = 0.3756$

$N_4 = 8.96\%$

$U_4 = 19.21\%$

Muestra 5 (●)

$W_5 = 0.4051$

$N_5 = 10.16\%$

$U_5 = 21.78\%$

• **Resultados de Analista N°3 (Rodrigo Echeverri)**

RESULTADOS EXPERIMENTO N°1

ANALISTA: Rodrigo A. Echeverri FECHA: 16.02.2022

PARÁMETROS

Catalizadores:

K_2SO_4	2.4
Na_2SO_4	2.4
TiO_2	0.3
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	0.3

Muestra=Aproximadamente 0.3 g

Ácido sulfúrico= 20 mL

Potencia de la estufa= 10 en todo momento

Tiempo= 30 minutos

DATOS

Muestra 1 (•)

$W_1 = 0,2975 \text{ g}$

$N_1 = 10,22\%$

$U_1 = 21,91\%$

Muestra 2 (■)

$W_2 = 0,2768 \text{ g}$

$N_2 = 4,83\%$

$U_2 = 10,35\%$

Muestra 3 (♥)

$W_3 = 0,2895 \text{ g} / 0,2999 \text{ g}$

$N_3 = 10,01\% / 9,79\%$

$U_3 = 21,46\% / 18,84\%$

Muestra 4 (▲)

$W_4 = 0,2807 \text{ g}$

$N_4 = 8,75\%$

$U_4 = 18,76\%$

Muestra 5 (▲)

$W_5 = 0,2999 \text{ g}$

$N_5 = 10,15\%$

$U_5 = 21,76\%$

RESULTADOS EXPERIMENTO N°2

ANALISTA: Rodrigo A. Echazur FECHA: 17-02-2022

PARÁMETROS

Catalizadores:

K ₂ SO ₄	2.4
Na ₂ SO ₄	2.4
TiO ₂	0.3
CuSO ₄ * 5H ₂ O	0.3

Muestra=Aproximadamente 0.3 g

Ácido sulfúrico= 20 mL

Potencia de la estufa= 10 en todo momento

Tiempo= 30 minutos

DATOS

Muestra 1 (▲)

W₁= 0,3223

N₁= 8,77

U₁= 18,80

Muestra 2 (▲)

W₂= 0,3286

N₂= 10,35

U₂= 22,19

Muestra 3 (■)

W₃= 0,3073

N₃= 4,86

U₃= 10,42

Muestra 4 (●)

W₄= 0,2874

N₄= 22,041

U₄= 10,287

Muestra 5 (♥)

W₅= 0,2968

N₅= 9,05

U₅= 19,40

RESULTADOS EXPERIMENTO N°3

ANALISTA: Rodrigo A. Echeverri FECHA: 18-02-2022

PARÁMETROS

Catalizadores:

K_2SO_4	2.4
Na_2SO_4	2.4
TiO_2	0.3
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	0.3

Muestra=Aproximadamente 0.3 g

Ácido sulfúrico= 20 mL

Potencia de la estufa= 10 en todo momento

Tiempo= 30 minutos

DATOS

Muestra 1 (■)

$$W_1 = 0,3279$$

$$N_1 = 4,71$$

$$U_1 = 10,10\%$$

Muestra 2 (▲)

$$W_2 = 0,3021$$

$$N_2 = 10,13\%$$

$$U_2 = 21,71\%$$

Muestra 3 (■)

$$W_3 = 0,3430$$

$$N_3 = 8,65$$

$$U_3 = 18,54$$

Muestra 4 (♥)

$$W_4 = 0,3674$$

$$N_4 = 8,96$$

$$U_4 = 19,21\%$$

Muestra 5 (○)

$$W_5 = 0,3297$$

$$N_5 = 10,27\%$$

$$U_5 = 22,01\%$$

• **Resultados de Analista N°4 (Sara Gaitán Pineda)**

RESULTADOS EXPERIMENTO N°1

ANALISTA: Sara Gaitán Pineda FECHA: 22/02/2022

PARÁMETROS

Catalizadores:

K ₂ SO ₄	2.4
Na ₂ SO ₄	2.4
TiO ₂	0.3
CuSO ₄ * 5H ₂ O	0.3

Muestra=Aproximadamente 0.3 g

Ácido sulfúrico= 20 mL

Potencia de la estufa= 10 en todo momento

Tiempo= 30 minutos

DATOS

Muestra 1 (■)

W₁= 0,3158 g

N₁= 4,72%

U₁= 10,12%

Muestra 2 (▲)

W₂= 0,2901 g

N₂= 10,23%

U₂= 21,93%

Muestra 3 (▲)

W₃= 0,3380 g

N₃= 9,59%

U₃= 18,41%

Muestra 4 (♥)

W₄= 0,3522 g

N₄= 8,93%

U₄= 19,14%

Muestra 5 (●)

W₅= 0,2906 g

N₅= 10,30%

U₅= 22,08%

HJ = 9:48

HF = 10:18

RESULTADOS EXPERIMENTO N°2

ANALISTA: Sara Gaitań Pineda FECHA: 23/02/2022

PARÁMETROS

Catalizadores:

K_2SO_4	2.4
Na_2SO_4	2.4
TiO_2	0.3
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	0.3

Muestra=Aproximadamente 0.3 g

Ácido sulfúrico= 20 mL

Potencia de la estufa= 10 en todo momento

Tiempo= 30 minutos

DATOS

Muestra 1 (■)

$W_1 = 0,3044 \text{ g}$

$N_1 = 4,83\%$

$U_1 = 10,35\%$

Muestra 2 (▲)

$W_2 = 0,3092 \text{ g}$

$N_2 = 10,16\%$

$U_2 = 21,78\%$

Muestra 3 (▴)

$W_3 = 0,3062 \text{ g}$

$N_3 = 8,62\%$

$U_3 = 18,48\%$

Muestra 4 (♥)

$W_4 = 0,3108 \text{ g}$

$N_4 = 4,02\%$

$U_4 = 19,34\%$

Muestra 5 (●)

$W_5 = 0,3649 \text{ g}$

$N_5 = 10,16\%$

$U_5 = 21,78\%$

HI = 11:44

HF = 12:14

pH = 5,57

RESULTADOS EXPERIMENTO N°3

ANALISTA: Sara Gaitań Pineda FECHA: 24/02/2022

PARÁMETROS

Catalizadores:

K_2SO_4	2.4
Na_2SO_4	2.4
TiO_2	0.3
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	0.3

Muestra=Aproximadamente 0.3 g

Ácido sulfúrico= 20 mL

Potencia de la estufa= 10 en todo momento

Tiempo= 30 minutos

DATOS

Muestra 1 (■)

$$W_1 = 0,2813 \text{ g}$$

$$N_1 = 4,66\%$$

$$U_1 = 9,99\%$$

Muestra 2 (▲)

$$W_2 = 0,3103 \text{ g}$$

$$N_2 = 9,84\%$$

$$U_2 = 21,89\%$$

Muestra 3 (▲)

$$W_3 = 0,3071 \text{ g}$$

$$N_3 = 8,79\%$$

$$U_3 = 18,84\%$$

Muestra 4 (♥)

$$W_4 = 0,3047 \text{ g}$$

$$N_4 = 8,96\%$$

$$U_4 = 19,21\%$$

Muestra 5 (●)

$$W_5 = 0,3311 \text{ g}$$

$$N_5 = 10,12\%$$

$$U_5 = 21,69\%$$

$$HI = 10:14$$

$$HF = 10:44$$

$$pH = 5,46$$