

Análisis y evaluación de resinas de *p*-Terc-Butilfenol en viscosímetro de cono y plato para muestras intermedias y producto terminado

Valeria Correa Mesa

Informe práctica académica para optar por el título de Ingeniera Química

Asesores

Jaime Andrés Becerra Chalá, Ingeniero Químico, PhD (asesor UdeA)

David García, Ingeniero de procesos (asesor externo)

Universidad de Antioquia
Facultad de Ingeniería
Ingeniería Química
Medellín
2022

Cita (Correa Mesa, 2022)

Referencia Correa Mesa, V (2022). Análisis y evaluación de resinas de p-Terc-

Butilfenol en viscosímetro de cono y plato para muestras

intermedias y producto terminado [Semestre de industria].

7 (2020) Universidad de Antioquia, Medellín.



Akzonobel - Interquim S.A. Laboratorio Control de Calidad



Estilo APA



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		9
	Abstract		10
	Introducción		11
1	Objetivos	13	
	1.1 Objetivo general		13
	1.2 Objetivos específicos		13
2	Marco teórico	14	
	2.1 Resina de p-terc-butilfenol		14
	2.2 Condiciones de un equipo de cono y plato		15
	2.3 Métodos de medición de viscosidad de las resinas		16
	a) Método de Anillo y Bola		16
	b) Método viscosidad cono y plato		17
	2.4 Repetibilidad y reproducibilidad		18
3	Metodología	20	
	3.1 Experimento 1: Acondicionamiento del equipo de cono y plato		20
	3.2 Experimento 2: Obtención de modelo matemático comparativo en por anillo y bola con respecto a viscosidad por cono y plato	ntre tempera	tura 20
	3.3 Estudio R&R del método de análisis		23
	3.4 Comparación de costos del método de cono y plato con respecto a anillo y bola 24	al método de	;
4	Análisis y Resultados	25	
	4.1 Experimento 1: Acondicionamiento del equipo de cono y plato		25
	Tamaño de muestra.		25
	Efecto de la temperatura.		25

Efecto del número de cono y la velocidad de rotación del cono	26
Condiciones de Hold time y Run time	
4.2 Experimento 2: Obtención de modelo matemático comparativo entre temperat por anillo y bola con respecto a viscosidad por cono y plato	ura 30
4.3 Estudio R&R del método de análisis	31
4.4 Comparación de costos del método de cono y plato con respecto al método de anillo y bola 38	
5 Conclusiones	40
Referencias	42
Anexos	44

Lista de tablas

Гаbla 1	. 14
Гаыа 2	. 15
Гаыа 3	. 32
Гаbla 4	. 33
Гаbla 5	
Гаbla 6	
Гаbla 7	
Гаbla 8	
1 avia o	. 35
Гаbla 9	. 39

Lista de figuras

Figura 1	16
Figura 2	17
Figura 3	18
Figura 4	21
Figura 5	25
Figura 6	26
Figura 7	26
Figura 8	26
Figura 9	27
Figura 10	28
Figura 11	28
Figura 12	29
Figura 13	30
Figura 14	31
Figura 15	31
Figura 16	33
Figura 17	34
Figura 18	34
Figura 19	35
Figura 20	35
Figura 21	35
Figura 22	36
Figura 23	36

Lista de figuras

Figura 25	37
Figura 26	38
Figura 27	38
Figura 28	44
Figura 29	45
Figura 30	45
Figura 31	47
Figura 32	48
Figura 33	49
Figura 34	50
Figura 35	52
Figura 36	56

Siglas, acrónimos y abreviaturas

PhD Philosophiae Doctor

R&R Repetibilidad y Reproducibilidad

UdeA Universidad de Antioquia

VIM Vocabulario Internacional de Metrología

Resumen

La medición de la *viscosidad* es un método indirecto para estimar el peso molecular de las resinas; estas últimas se producen por reacciones exotérmicas muy influenciadas por la temperatura, lo que origina cambios de viscosidad que requiere un seguimiento continuo para garantizar la calidad de la resina final. En el presente informe se evaluó la viscosidad de resinas de *p*-terc-butilfenol (resina 682, 684 y 688) por medio de dos métodos: i) el método de anillo y bola utilizado actualmente para determinar el *punto de ablandamiento* de la resina, y ii) usando el equipo de cono y plato, el cual se adaptó para hacer análisis a este tipo de resinas y se obtuvo un modelo matemático, con el fin de remplazar el método de anillo y bola. Ambos métodos se compararon en función de varios parámetros: tiempo de análisis, costos asociados, reproducibilidad, y repetibilidad. De acuerdo con los resultados se observó una disminución en tiempo de análisis y en los costos al implementar el método de cono y plato. Teniendo en cuenta los resultados de repetibilidad y reproducibilidad se pudo concluir que el método de cono y plato se pudo utilizar para reemplazar al método de anillo y bola para el análisis de resinas de *p*-terc-butilfenol (682, 684, 688).

Palabras clave: Cono y plato, Anillo y bola, resinas, análisis, calidad, viscosidad.

Abstract

Viscosity measurement is an indirect method to estimate the molecular weight of resins; these last are produced by exothermic reactions highly influenced by temperature, which cause changes in viscosity that require continuous monitoring to guarantee the quality of the final resin. In this report, the viscosity of p-tert-butylphenol resins (resin 682, 684 and 688) was evaluated by two methods: i) by the ball and ring method currently used to determine the softening point of the resin, and ii) through the implementation of the Brookfield CAP 2000+ Viscomer, which was adapted to analyze this type of resins and a mathematic model obtained, in order to replace the ball and ring method. Both methods were compared considering several parameters: time of analysis, costs, reproducibility, and repeatability. Based on the results there was observed a decreasing in the time of analysis and costs after the implementation of the cone and plate. From the repeatability and reproducibility results is concluded that the cone and plate method may replace the ring and ball method in the analyzed samples.

Keywords: Cone and plate, Ball and ring, resin, analysis, control, quality, viscosity.

Introducción

El área de calidad de la empresa Interquim S.A. tiene ingreso constante de diferentes muestras (materia prima, producto intermedio o productos finales) para controlar que tengan las características adecuadas para seguir con el proceso y/o validar las especificaciones requeridas por los clientes; por dicha razón, la agilidad, el tiempo y el óptimo análisis de estas muestras, juegan un papel fundamental dentro de la línea de producción.

La medición de viscosidad es un método indirecto para medir el peso molecular de los polímeros como, por ejemplo, las resinas. Estas resinas se producen por reacciones exotérmicas muy influenciadas por la temperatura, esto causa cambios de viscosidad que requiere un seguimiento continuo. Si la reacción es demasiado rápida, la calidad del polímero final es baja (Sofraser, 2014)

Uno de los análisis que se llevan a cabo en el Laboratorio de Calidad, está la determinación de punto de ablandamiento de resina 682, 684 y 688, (Resinas de p-tercbutilfenol) por medio del método de Anillo y bola (basado en el método ASTM E28 VOL 06.03 DE 1986). El método de Anillo y bola es un montaje donde se tiene glicerina en calentamiento y en esta una muestra en forma de pastilla en un anillo y sobre él una bola. Se denomina punto de ablandamiento a la temperatura a la cual la resina alcanza una determinada consistencia y es utilizada para medir la calidad de la resina (Departamento de ingeniería civil transporte y territorio, 2015). Es considerada la menor temperatura a la que una muestra, suspendida en un anillo horizontal de dimensiones específicas, es forzada a caer una altura determinada por el peso de una bola de acero especificada, cuando la muestra se calienta mediante incrementos a una velocidad prescrita, en un baño de agua o glicerina (Velazco Padilla, 2015). Una de las desventajas de este método es la contaminación que se genera, además el tiempo de análisis es aproximado de 25 minutos, considerado alto debido a que cuando se analiza una muestra intermedia se requiere tener un resultado de análisis que permita seguir con la producción en el menor tiempo posible. Es por lo que se planteó utilizar un nuevo método, viscosidad por cono y plato basado en el método ASTM D4287, que pretende reducir tiempo de análisis y por ende tiempo de producción y con el cual se va a poder determinar la calidad de las resinas 682, 684 y 688. El viscosímetro de cono y plato consiste en una delgada placa, donde se encuentra en

este caso la resina, cuya viscosidad es medida dentro de un cono invertido que se sitúa sobre la muestra hasta que su vértice toca la placa (Perez Herrera, 2014).

En el presente proyecto se expone el análisis que se realiza a la viabilidad y ventaja que presenta el método de viscosidad por cono y plato con respecto al método de anillo y bola; para ello en ambos métodos se compara, además del tiempo de análisis, como se mencionó anteriormente, los costos asociados a cada método, como el costo energético, costos de operación, repetibilidad y reproducibilidad. Además, se obtiene un modelo matemático que permite por medio de la obtención de la viscosidad conocer la temperatura asociada al método de anillo y bola para evaluar la calidad de las resinas.

1 Objetivos

1.1 Objetivo general

Evaluar y analizar la viscosidad de resinas de p-terc-butilfenol en un equipo de cono y plato.

1.2 Objetivos específicos

- Determinar condiciones óptimas de temperatura, tiempo de preparación, tiempo de operación y cantidad de muestra con que operará el equipo de cono y plato para análisis de muestras intermedias y producto terminado de resinas de p-terc-butilfenol.
- Definir un modelo matemático de forma experimental, que permita comparar el método de anillo y bola con el método de viscosidad por cono y plato.
- Comparar el análisis de viscosidad en equipo de cono y plato con el utilizado actualmente (anillo y bola) y sus variaciones a partir de herramientas como repetitividad, reproducibilidad y variables como tiempo de análisis, costos de materias primas, costos energéticos, entre otros.

2 Marco teórico

2.1 Resina de p-terc-butilfenol

Las resinas de p-terc-butilfenol son resinas fenólicas que actúan como elastómeros en la producción de adhesivos de policloropreno (adhesivo de contacto), como su componente principal. Las resinas actúan como reductores de la viscosidad, agentes de mojada, promotores de adhesión, tacktificantes y agentes reforzantes, prolongando a su vez el tiempo de retención de la pegajosidad del adhesivo.

Las resinas fenólicas se preparan mediante reacción de un alquil fenol con un exceso de formaldehído. Las resinas de este tipo más comúnmente usadas son las resinas terciarias butil fenólicas (p-terc-butilfenol), ya que, en general, son las que ofrecen mejores propiedades cohesivas (Interquim S.A., 2022).

Lo que diferencia a las resinas 682, 684 y 688, producidas a partir de p-terc- butilfenol, es su contenido de metiloles, es decir, la cantidad de grupos metilol presentes en la resina; según el contenido de metiloles la resina tiene un mayor o menor tiempo abierto (tiempo que la resina permanece con pegajosidad después de aplicada). Sin embargo, las resinas 682, 684 y 688, presentan el mismo punto de fusión o ablandamiento por el método de anillo y bola. La aplicación de estas resinas, como ya se mencionó, es en la producción de adhesivos de policloropreno y se utiliza una u otra según la característica que se quiera lograr en el adhesivo, como se sintetiza en la **Tabla** *1*.

Tabla 1Características de las resinas de p-terc-butilfenol

Resina	682	684	688
Temperatura por	05.115	05.115	05.115
anillo y bola (°C)	95-115	95-115	95-115
Contenido de Metilol		10.16	42.10.2
(%)	7-15	12-16	4.2-10.2
Tiempo abierto	40.50	45.00	2/ 11
(Minutos)	40-60	45-90	>3⁄4 Hr

	Tiempo abierto	Tiempo abierto	
Comontonísticos	intermedio y	intermedio y	Muy alto tiempo
Características	buen desempeño	buen desempeño	abierto
	térmico	térmico	

Fuente. (Interquim S.A., 2022)

2.2 Condiciones de un equipo de cono y plato

Los viscosímetros de serie CAP 2000+ son instrumentos de velocidad de corte media alta con geometría de placa cónica y control de temperatura integrado. La selección de velocidad de rotación varía de 5 a 1000 RPM. Los rangos de medición de la viscosidad dependen el número del cono y de la velocidad de rotación (velocidad de corte). El control de temperatura de la muestra es posible entre 50°C y 235°C. El equipo Brookfield AMETEK recomienda que las mediciones de viscosidad se realicen entre 10 y 100% de torque, sin embargo, para obtener resultados con mayor precisión, sin embargo, en las mediciones se recomienda trabajar con torques entre 10 y 80% (Brookfield Ametek, s.f). La precisión garantizada por el equipo se muestra en la **Tabla 2**.

 Tabla 2

 Precisión del viscosímetro

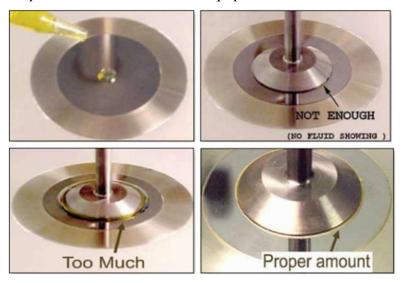
Número de cono	≤ 400 RPM	750 RPM	900 RPM	900 RPM
	10-100% FSR	10-100% FSR	≤ 50% FSR	> 50% FSR
4	± 2%	± 3%	±3%	± 6%
6	$\pm 2\%$	± 5%	$\pm 5\%$	± 10%

^{*}FSR se refiere a el porcentaje del rango de escala completa, hace referencia a la viscosidad máxima que se puede medir y ocurre cuando el porcentaje de torque es 100.

Nota. Adaptado de Brookfield Ametek (s.f.)

Para seleccionar el tamaño de muestra correcta se hace tomando como referencia lo ilustrado en la **Figura 1**.

Figura 1Dispersión de la muestra en el equipo



Nota. Fuente (Brookfield Ametek, s.f)

2.3 Métodos de medición de viscosidad de las resinas

a) Método de Anillo y Bola

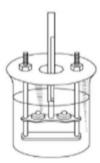
El punto de fusión se determina como la temperatura a la que un polímero pasa del estado cristalino al estado de flujo viscoso. A diferencia de las sustancias de bajo peso molecular, en las que el proceso se desarrolla de manera similar al salto, en el caso de los polímeros, la fusión se observa en un rango de temperatura (Mexipolimeros, 2022).

Típicamente, el punto de fusión de determina en el laboratorio por el método de Anillo y bola. El método de anillo y bola es un método que determina el punto de ablandamiento. El punto de ablandamiento (también llamado temperatura de anillo y bola) es la temperatura a la cual el producto alcanza una determinada consistencia en las condiciones normalizadas del ensayo (Departamento de ingeniería civil transporte y territorio, 2015).

La prueba consta de dos anillos donde se coloca la muestra y dos bolas de acero, que atraviesan el anillo encima de la muestra. Todo se coloca en un baño de glicerina, cuando la bola de acero cae a través de la muestra y toca el fondo, se obtiene el punto de fusión (Intercol, 2020). Este análisis está basado en el Método ASTM E28 VOL 06.03 DE 1986.

Figura 2

Montaje Anillo y bola de dos anillos



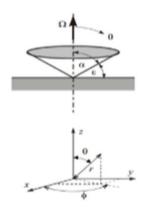
Fuente (Velazco Padilla, 2015)

b) Método viscosidad cono y plato

Los instrumentos más ampliamente usados en la medida de viscosidades se pueden dividir en tres tipos: capilares, rotacionales y de cuerpo móvil. En el caso de los viscosímetros rotacionales, estos constan básicamente de dos partes que se encuentran separadas por el fluido a estudiar. El movimiento de una de estas partes provoca la aparición de un gradiente de velocidades a lo largo del fluido. Para determinar la viscosidad del fluido se mide el esfuerzo necesario para producir una determinada velocidad angular.

Uno de ellos es el viscosímetro de cono y plato, su funcionamiento se basa en la cizalla presente en un líquido situado en el espacio comprendido entre un cono y un plato, siendo el ángulo (α) entre ambos muy pequeño (inferior a 4°, ya que, para ángulos mayores, los cálculos se complicarían excesivamente). Si el cono gira con cierta velocidad angular (Ω), se generará un movimiento de rotación en el fluido de tal forma que éste girará a una velocidad mayor cerca de las paredes del cono. En la mayoría de los viscosímetros rotacionales la velocidad de cizalla cambia con la distancia al centro de rotación. Sin embargo, en el viscosímetro de cono-placa la velocidad de cizalla a lo largo del espaciado del cono es constante, ya que el espaciado entre el cono y el plato aumenta al aumentar la distancia al centro (Carlos, 2008).

Figura 3Representación de un viscosímetro de cono y plato



Fuente (Carlos, 2008)

2.4 Repetibilidad y reproducibilidad

Un estudio R&R permite verificar si la variabilidad de un sistema evaluado es significante con respecto a la variación del producto que se controla en sus parámetros de calidad. Tanto la reproducibilidad como la repetibilidad son medidas de la precisión.

La evaluación de la repetibilidad en el proceso brinda una medida de la dispersión de la distribución de los resultados. La repetibilidad se define, de acuerdo con el VIM (Vocabulario Internacional de Metrología), como la proximidad de concordancia entre los resultados de mediciones sucesivas del mismo mensurado bajo las mismas condiciones de medición, donde:

- 1. Estas condiciones son llamadas condiciones de repetibilidad.
- 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, repeticiones en un periodo corto de tiempo.

La evaluación de la reproducibilidad definirá la variabilidad del promedio de resultados cuando se ejecuta a diferentes condiciones de una misma propiedad para un mismo método, es decir, y según la VIM la reproducibilidad representa la proximidad de concordancia entre los resultados de mediciones sucesivas del mismo mensurado bajo condiciones de medición que cambian (ORGANISATION INTERNATIONALE DE MÉTROLOGIE LÉGALE, 2012).

Donde:

- 1. Una declaración válida de reproducibilidad requiere que se especifique la condición que cambia.
- 2. Las condiciones que cambian pueden incluir: principio de medición, método de medición, observador, instrumento de medición, patrón de referencia, lugar, condiciones de uso, tiempo.

3 Metodología

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

3.1 Experimento 1: Acondicionamiento del equipo de cono y plato

En este primer experimento se evaluó las condiciones óptimas (temperatura, cantidad de muestra, tiempo de preparación, tiempo de operación y número de cono) a las cuales se debió operar el equipo de cono y plato para obtener una respuesta acertada del valor de viscosidad, es decir valores de viscosidad con torques entre 10 y 80%; lo que permitió caracterizar y avalar resina 682, 684 y 688, producidas en la empresa Interquim, a partir de pterc-butilfenol. Es importante mencionar que en el laboratorio de control calidad de la empresa Interquim S.A solo se tienen 2 tipos de Cono (4 y 6), por lo que el acondicionamiento está sujeto a esta restricción; es importante tener en cuenta este aspecto, ya que para mayores viscosidades se utiliza un número de cono mayor, es decir, el Cono 4 es recomendado para resinas con baja viscosidad y con este se obtienen valores de torque menores, el Cono 6 se utiliza para resinas de alta viscosidad y se obtienen torques de mayor valor.

3.2 Experimento 2: Obtención de modelo matemático comparativo entre temperatura por anillo y bola con respecto a viscosidad por cono y plato

Para obtener el modelo matemático que permitió comparar los métodos de análisis en cuestión, se requirió realizar para varios lotes, la prueba de viscosidad por medio del equipo de cono y plato. Estos lotes presentaban valores conocidos de temperatura de ablandamientos, los cuales se habían realizado previamente con el método de anillo y bola. Con estos datos se realizó una gráfica de temperatura versus viscosidad; a estos datos se ajustó una línea de tendencia y por medio de esta se obtuvo una ecuación que permite obtener datos de temperatura o punto de ablandamiento, midiendo viscosidad en equipo de cono y plato.

A continuación, se expone como se realiza cada uno de los métodos de análisis mencionados.

Método anillo y bola

Para implementar el método de anillo y bola se lleva a cabo el siguiente procedimiento:

- 1. Preparación de la pastilla:
- Seleccionar una muestra representativa, fresca y libre de partículas extrañas.

- Pulverizar la muestra en el molino IKA A-10 y pasarla por malla 50 y 200 (Norma
 ASTM E 11). Utilizar la muestra que permanece en la malla 200 para la preparación de la pastilla.
 - Pesar 1.5 gramos de muestra.
- Ensamblar el anillo con el soporte en el mortero de acero inoxidable, dejar descubierto el estuche del émbolo.
- Verter la muestra, tomar el émbolo y compactar el polvo con el gato manual con una presión de 250 psi.
 - 2. Chequeo del punto de ablandamiento o punto de fusión anillo y bola.
- Llenar un Beaker de 800 mL con 650 mL de glicerina y colocar una barra agitadora en el interior del Beaker.
- Colocar la pastilla en el montaje Anillo y bola, ver **Figura 4**, e introducir este en el baño de glicerina con la esfera.
- Colocar el sistema anterior en una plancha de calentamiento previamente calentada, e iniciar agitación.
 - Colocar el termómetro a nivel del anillo.
 - Tomar la temperatura cuando la resina toque la base del contenedor.
 - Reportar la temperatura en la cual la resina tocó la base del contenedor.

Nota: La esfera debe tener un peso entre 3.45 y 3.55 g y un diámetro de 9.53 mm.

Figura 4

Montaje análisis método de anillo y bola



Fuente (Interquim S.A., 2022)

Método cono y plato

Para implementar el método de determinación de viscosidad con equipo de cono y plato, se lleva a cabo el siguiente procedimiento:

- 1. Preparación del equipo
- Encender el equipo con el botón ubicado en la parte posterior del equipo.
- Acondicionar el equipo a la temperatura optima encontrada en el experimento N°1,
 pulsando una vez el botón de TEMP, seguido con el teclado numérico ingresar el valor y
 finalmente pulsando una vez la tecla ENTER.
- Sujetar con una mano el eje del viscosímetro, evitando que gire bruscamente mientras se acopla el cono con la otra mano, introducir el cono alineando la muesca de este con el tornillo del eje, hasta que este no avance más y se escuche un "clic", seguido se debe fijar el cono girando el tornillo en sentido de las manecillas del reloj hasta que este no avance más.
- Una vez posicionado el cono se debe seleccionar el número de este en el equipo, para esto se debe realizar lo siguiente:
 - o Pulsar la tecla SPINDLE.
- o Con el teclado numérico ingresar el número del cono con el cual se va a trabajar; 04 para el CONO 4 y 06 para el CONO 6 (únicos disponibles dentro del laboratorio).
 - o Pulsar la tecla ENTER
 - o Pulsar la tecla 3 en el teclado numérico.
 - o Pulsar la tecla ENTER.
 - 2. Análisis de la muestra
- Pesar la cantidad de muestra de acuerdo con los resultados obtenidos en el experimento $N^\circ 1$
- Posicionar el trozo de roca pesado en el plato del equipo de forma centrada, bajar la palanca con el cono puesto, pero sin tocar la muestra para garantizar que esta esté muy bien centrada
- Dejar que la muestra se funda completamente, hasta ver que el último trozo de roca ha pasado a un estado líquido.
- Una vez centrada la muestra bajar completamente la palanca del equipo, hasta que el cono está en contacto con la muestra.

- Presionar la tecla RUN y esperar que inicie el análisis
- Pasado el tiempo de preparación (HOLD TIME, definido en el experimento N°1) el cono empezará a girar durante el tiempo de operación (RUN TIME, definido en el experimento N°1) momento en el cual se detendrá y se presentará en la pantalla el resultado de viscosidad en parte superior izquierda y porcentaje de torque en la parte superior derecha.

3.3 Estudio R&R del método de análisis

Posterior a la obtención del modelo matemático se procede a realizar pruebas tanto de punto de ablandamiento como de viscosidad a diferentes lotes de las diferentes especies de resina, estos datos permitieron hacer una comparación de los métodos y ver que tan cercanos eran los datos obtenidos para ambos métodos y como era el comportamiento del método de viscosidad con respecto al método de punto de ablandamiento.

- Las mediciones se realizaron a 9 lotes diferentes de resinas de cada especie (9 de 682, 9 de 684 y 9 de 688).
- Para la prueba de viscosidad se toman 5 muestras de cada lote, las cuales actúan como variables del proceso de medición, ya que además de ser muestras diferentes, su medición se lleva a cabo en diferentes periodos de tiempo.
- Para cada muestra se realizan 3 análisis seguidos (unos tras otro), lo que permite que las condiciones de medición, tiempo y equipos sean iguales.
- Con los datos obtenidos se realiza el cálculo estadístico de R&R por medio del Software
 Minitab 18 y se analizan los resultados obtenidos.

Se eligió esta validación del método, debido a que este busca verificar la variación de las mediciones realizadas por un mismo operador a una misma muestra (repetibilidad) y la variación de las mediciones tomadas a varias muestras en diferentes momentos (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 a que parte de la muestra o en qué momento se aplica, para

posteriormente focalizar los esfuerzos en disminuir el efecto sólo de aquellos factores que más aportan a la variabilidad (Capitulo 1: Estudio R&R , s.f).

Para comparar que tan viable es aplicar el método de cono y plato en remplazo del método de anillo y bola se compara tanto la desviación del modelo obtenido, como el resultado del estudio R&R realizado.

- 3.4 Comparación de costos del método de cono y plato con respecto al método de anillo y bola

 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 (otros recursos requeridos)

Con base en los valores obtenidos se pretende concluir si el método obtenido representa una ventaja a nivel de productividad, tiempo y/o en cuanto a los recursos utilizados.

4 Resultados y Análisis

Las mediciones y anotaciones utilizadas para cada una de las partes experimentales se encuentran en Anexos.

4.1 Experimento 1: Acondicionamiento del equipo de cono y plato

Tamaño de muestra.

Se parte de los tamaños de muestra para análisis ya desarrollados en el viscosímetro de cono y plato el laboratorio, es decir, para un Cono 4 se emplean muestras de 0.14 g y para un Cono 6 se emplean muestras de 0.028 g.

Cualitativamente, y según la especificación del equipo (2.2 Condiciones de un equipo de cono y plato), se define entonces, un tamaño de muestra de 0.08 más o menos 0.0010 g para un Cono 4, y un tamaño de muestra de 0.025 más o menos 0.0010 g para un Cono 6.

Efecto de la temperatura.

Selección de la temperatura: se realiza la medición a una especie de resina, con un Cono 6, a diferentes velocidades de rotación y se varia las temperaturas de acondicionamiento de la muestra, teniendo en cuenta la información conocida sobre la resina y su punto de fusión aproximado de 115°C, se selecciona una temperatura inicial de 150°C (temperatura a la cual se realiza experimentación actualmente en el equipo para resinas fenólicas solidas) y se disminuye 10°C para cada experimentación hasta llegar a 130°C. Se busca obtener valores de torque entre 10 y 80%.

Condición de temperatura 1 (150 °C).

Figura 5 *Resultados de torque a 150°C*

RPM	Torque (%)	
5	0,1	
50	0,5	
300	5,7	
1000	22,1	

A 150°C presentó valores pequeños de torque incluso a la mayor velocidad de rotación.

Condición de temperatura 2 (140 °C).

Figura 6 *Resultados de torque a 140°C*

RPM	Torque (%)	
	300	12,8
	600	34,5
	1000	40,9

A 140°C presentó valores de torque apropiados para lo que se busca con la experimentación.

Condición de temperatura 3 (130 °C).

Figura 7 *Resultados de torque a 130°C*

RPM	Torque (%)	
	300	EEE
	600	EEE

A 130°C presentó torques mayores al 100%, no es posible adaptar un número de cono para viscosidades más altas debido a que no se cuenta con él en el laboratorio.

Efecto del número de cono y la velocidad de rotación del cono

Para la selección del Cono se toma una serie de mediciones, con las cuales se pretende que el torque esté en un **rango entre 10 y 80%**, y que se presente la menor variación posible entre los datos.

Condiciones 1

Figura 8Resultado torques a condiciones 1

Temperatura	140 °C
Spin	4
RPM	300



Estas condiciones presentan valores del torque muy altos, fuera del rango, incluso se obtienen errores por torques que exceden el 100%. Como solución se plantea disminuir la velocidad de giro del Cono.

Condiciones 2

Figura 9 *Resultado torques a condiciones 2*

Temperatura	140 °C
Spin	4
RPM	200



Estas condiciones siguen presentando valores del torque muy altos, fuera del rango y con error por torque mayor al 100%. Se plantea nuevamente disminuir la velocidad de giro del Cono.

Condiciones 3

Figura 10 *Resultado torques a condiciones 3*

Temperatura	140 °C
Spin	4
RPM	100



Con respecto a las condiciones anteriores se utiliza una menor velocidad de rotación; aunque los valores de torque disminuyen, aún se obtienen valores con una gran variación y datos por fuera del rango de especificación del equipo, por lo que se requiere utilizar un Cono para viscosidades más altas.

Condiciones 4

Figura 11 *Resultado torques a condiciones 4*

Temperatura	140 °C
Spin	6
RPM	600



Al utilizar un Cono para viscosidades más altas se espera una disminución significativa en los valores de torque, por lo que se decide aumentar la velocidad de rotación, sin embargo, como se observa en los resultados, se obtienen valores de torque muy altos y por fuera del rango, incluso valores mayores al 100%, lo que indica que se debe disminuir la velocidad de rotación.

Condiciones 5

Figura 12 *Resultado torques a condiciones 5*

Temperatura	140 °C
Spin	6
RPM	300



Se obtienen valores dentro del rango, y cercanos entre sí (entre 15 y 50%), por lo que se decide trabajar bajo estas condiciones.

Condiciones de Hold time y Run time

El tiempo de estabilización de la temperatura define el Hold time, en este caso se encontró que este tiempo fue aproximado de 120 segundos. El tiempo de estabilización de la viscosidad define el Run time, en este caso se encontró, que al igual que el Hold time, este tiempo fue de 120 segundos.

4.2 Experimento 2: Obtención de modelo matemático comparativo entre temperatura por anillo y bola con respecto a viscosidad por cono y plato

El valor de R² en la **Figura 13**, **Figura 14** y **Figura 15**, representa la dispersión de los datos alrededor de la curva de regresión, un valor de R² de 0 indica que el modelo no explica ninguna porción de la variabilidad de los datos de respuesta en torno a su medida, mientras que un R² de 1 indica que el modelo explica toda la variabilidad de los datos de respuesta en torno a su medida. Aunque un R² alto (cercano a 1) no indica necesariamente que el modelo tiene un buen ajuste, en este caso, se puede afirmar que la curva obtenida funciona como un buen modelo matemático para relacionar la viscosidad con la temperatura que se obtiene del método de anillo y bola, sin embargo, como se observa en las figuras hay zonas de la curva donde no se tienen datos reportados, esto se podría solucionar generando más datos intermedios entre valores de temperaturas y así poder obtener un mejor modelo matemático. La variabilidad de la viscosidad obtenida por el método de cono y plato explica en más del 98% la variación de la temperatura suministrada por método de anillo y bola. Estas dos variables están directamente correlacionadas.

Figura 13 *Resultado curva 682*

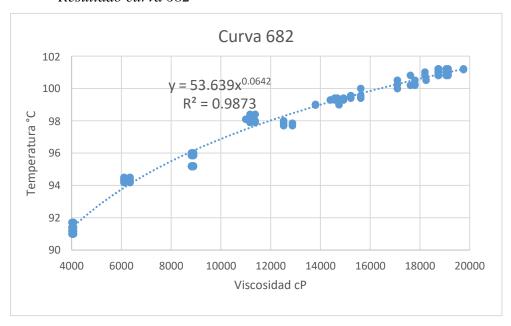


Figura 14 *Resultado curva 684*

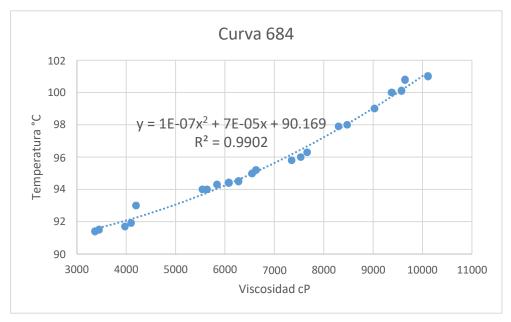
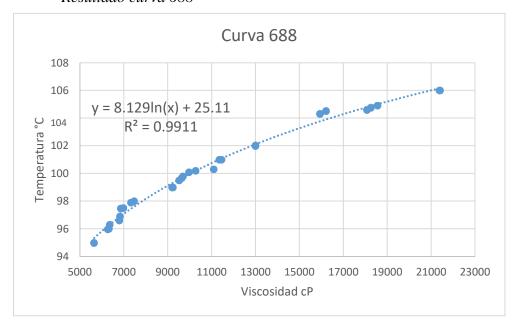


Figura 15 *Resultado curva 688*



4.3 Estudio R&R del método de análisis

A partir del estudio R&R se obtuvo el siguiente análisis estadístico:

Variación de cada fuente de error de medición: A partir de la **Tabla 3**, **Figura 16**, la **Tabla 4**, **Figura 17** y la **Tabla 5**, **Figura 18** para resina 682, 684 y 688 respectivamente, es posible evaluar la variación de cada fuente de error de medición, donde se halla que la porción de la variabilidad causada por la repetibilidad es muy pequeña (0.97% para 682, 1.16% para 684 y 0.52% para 688), la porción de variabilidad de reproducibilidad es baja (8.06% para 682, 11.28% para 684 y 4.57% para 688), lo que genera una contribución del R&R total del sistema de medición de **9.03%** para la resina 682, **12.44%** para la resina 684 y de **5.09%** para la resina 688. Mientras que la mayor proporción es causada por las diferencias entre las partes (aproximadamente 90% para cada una de las especies de resina), lo que indica que la variación entre los resultados obtenidos por medio del método es debido a su capacidad de diferenciar entre los lotes, es decir, que identifica de manera asertiva cada uno de los lotes debido a sus diferentes puntos de ablandamiento.

Tabla 3

Componentes de la varianza en el método de análisis para la resina 682

		%Contribución
Fuente	CompVar	(de CompVar)
Gage R&R total	0,71483	9,03
Repetibilidad	0,07669	0,97
Reproducibilidad	0,63814	8,06
Muestra	0,00474	0,06
Prueba	0,00000	0,00
Lote*Muestra	0,63340	8,00
Parte a parte	7,20364	90,97
Lote	7,20364	90,97
Variación total	7,91847	100,00

Tabla 4Componentes de la varianza en el método de análisis para la resina 684

		%Contribución
Fuente	CompVar	(de CompVar)
Gage R&R total	1,6270	12,44
Repetibilidad	0,1520	1,16
Reproducibilidad	1,4750	11,28
Muestra	0,0000	0,00
Prueba	0,0108	0,08
Lote*Muestra	1,4642	11,20
Parte a parte	11,4504	87,56
Lote	11,4504	87,56
Variación total	13,0774	100,00

Tabla 5Componentes de la varianza en el método de análisis para la resina 688

Fuente	CompVar	%Contribución (de CompVar)
Gage R&R total	0,6992	5,09
Repetibilidad	0,0716	0,52
Reproducibilidad	0,6276	4,57
Muestra	0,0288	0,21
Prueba	0,0428	0,31
Lote*Muestra	0,5560	4,05
Parte a parte	13,0316	94,91
Lote	13,0316	94,91
Variación total	13,7308	100,00

Figura 16Contribución de variación para la resina 682

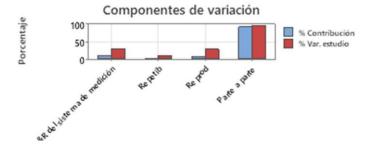


Figura 17Contribución de variación para la resina 684

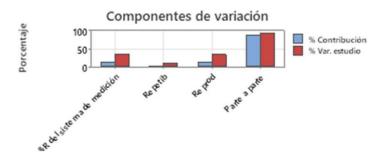
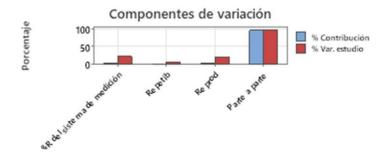


Figura 18Contribución de variación para la resina 688



Información adicional del método de análisis a partir de las gráficas obtenidas por medio del software: En la **Figura 19**, **Figura 20** y **Figura 21** se presenta la interacción Lote*Muestra para cada resina respectivamente. Aunque las líneas se siguen muy de cerca entre sí, existen algunas inconsistencias, es decir no son exactamente igual, esto es lo que causa que, a pesar de obtener una buena reproducibilidad para las resinas, el porcentaje de variación aporte un valor mayor al 5% para cada una de las 3 especies de resina. La reproducibilidad que se obtiene indica una tendencia o patrón en los resultados de todas las muestras, por lo que se concluye que la variación del método no depende significativamente del momento del día, temperatura ambiente o tiempo en que se analice la resina.

Figura 19 Interpretación lote*muestra para la resina 682

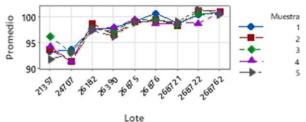


Figura 20

Interpretación lote*muestra para la resina 684

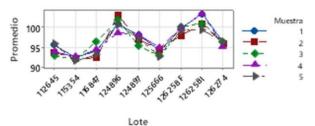
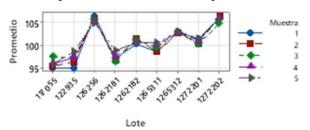


Figura 21

Interpretación lote*muestra para la resina 688



En la gráfica R por muestra de la **Figura 22**, **Figura 23** y **Figura 24** podemos observar, el rango (diferencia entre el mayor y menor valor de temperatura obtenido a partir del modelo para cada lote) de los datos tomados para cada muestra, lo que permite evidenciar que la mayor parte de los datos se encuentran dentro del límite de control, por lo que nos permite afirmar que cada muestra genera datos consistentes, sin embargo, el valor de reproducibilidad se ve un poco afectado (valores mayores al 5%) debido a los datos que se encuentran por fuera de los límites del rango, si el valor está más alejado del rango se obtiene una mayor variabilidad debida a este aspecto. Por otra parte, en la gráfica Xbarra por muestra para cada resina se evidencia que la mayoría de los datos están por fuera de los límites, lo que indica la variación que se presenta

entre los valores obtenidos a partir del modelo entre cada uno de los lotes y que, en efecto, el método de análisis identifica el cambio, es decir, se relaciona adecuadamente la relación que tiene cada lote con la temperatura que identifica a cada uno.

Figura 22Rango y Xbarra por muestra para resina 682

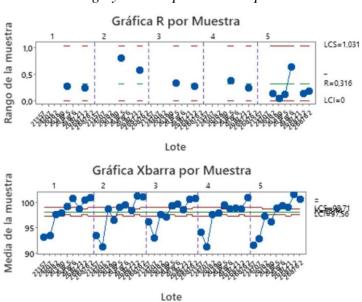
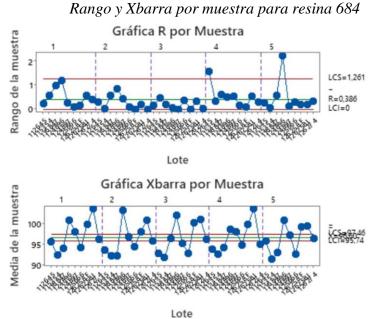


Figura 23



Rango y Xbarra por muestra para resina 688 Gráfica R por Muestra Rango de la muestra LCS=1,414 0,8 R=0,549 Lote Gráfica Xbarra por Muestra Media de la muestra Lote

Figura 24

Para finalizar el análisis de R&R, en la Figura 25, Figura 26 y Figura 27 se puede observar la horizontalidad de la línea recta entre las muestras, esto indica que las medias de las mediciones de cada muestra son similares, es decir, para cada lote las mediciones de cada muestra varían en una proporción muy similar entre cada prueba.

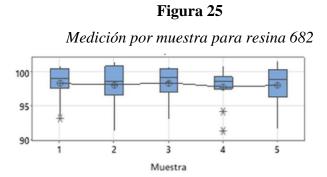


Figura 26 Medición por muestra para resina 684

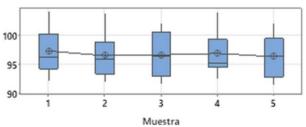
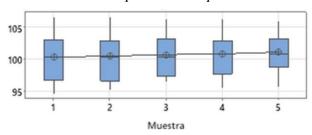


Figura 27

Medición por muestra para resina 688



- 4.4 Comparación de costos del método de cono y plato con respecto al método de anillo y bola
- Reactivos empleados

Tabla 6 *Costo de materias primas*

Costo materias primas y/o reactivos por análisis							
	Materia prima necesaria	Cantidad de materia	(Cost	o materia	Tota	l costo materias
Método de analisis	para el análisis	prima (g)	ı	prim	a (COP/kg)	prim	as
Anillo y bola	Tolueno	35	5	\$	5.841	\$	204
	Gliserina	190	0	\$	4.245	\$	807
Cono y plato	Tolueno	Ę	5	\$	5.841	\$	29

- Valor de mano de obra requerida

Tabla 7 *Costo de mano de obra*

Costo mano de obra por análisis							
	Salario promedio analista			Tiempo de	Costo total	de mano	
Método de analisis	al año	Salario por hora		análisis (h)	de obra		
Anillo y bola	\$ 2.500.000	\$	10.417	0,166666667	\$	1.736	
Cono y plato	\$ 2.500.000	\$	10.417	0,1	\$	1.042	

Costo energético

Tabla 8

Costo energético

Costo energetico por análisis									
		Energía que consume	Precio	Tiempo de utilización	Total costo				
Método de analisis	Máquinas empleadas	la máquina (Watts)	(COP/kWh)	de la maquina (h)	energético (COP)				
Anillo y bola	Plancha de calentamiento	630	\$ 700	0,5	\$ 221				
	Molino IKA	160	\$ 700	0,016666667	\$2				
Cono y plato	Viscosimetro	300	\$ 700	0,066666667	\$ 14				

Los gastos totales requeridos para cada análisis se registran en la **Tabla 9**, y como se puede observar la disminución de costos totales del análisis por el método de cono y plato es de más del 50%.

Tabla 9 *Total costos por análisis para cada método*

Método de analisis	Tota	al costos por análisis
Anillo y bola	\$	2.969
Cono y plato	\$	1.085

5 Conclusiones

- La variabilidad de la viscosidad obtenida por el método de cono y plato explica en más del 98% la variación de la temperatura suministrada por método de anillo y bola. Lo que permite concluir que es posible encontrar un valor de temperatura de ablandamiento por medio de la medición de viscosidad en equipo de cono y plato.
- Se da una disminución de más del 50% en costos totales de análisis implementando el método de cono y plato en reemplazo del método de anillo y bola.
- La contribución del R&R total del sistema de medición es de 9.03% para la resina 682, 12.44% para la resina 684 y de 5.09% para la resina 688. Mientras que el 90% de la variación es causada por las diferencias entre las partes, lo que indica que tanto el modelo como el análisis estadístico identifica de manera asertiva cada uno de los lotes debido a sus diferentes puntos de ablandamiento.
- Se logra una disminución de tiempo de análisis, lo que garantiza menor tiempo de producción y una entrega más pronta de producto terminado para la venta a clientes de la empresa Interquim S.A.
- Tanto la disminución de tiempo de análisis, la disminución del costo de análisis como la buena reproducibilidad y excelente repetibilidad del método de cono y plato permiten que este sea utilizado en reemplazo del método de anillo y bola, garantizando una buena caracterización de la resina, evitando producto por fuera de especificación y reclamaciones posteriores de clientes a la empresa Interquim S.A.

Referencias

- Brookfield Ametek. (s.f). *Brookfield CAP 2000+ Viscosimeter Operating Instructions Manual No.***M02-313-I0916*. Obtenido de https://www.brookfieldengineering.com//media/ametekbrookfield/manuals/lab%20viscometers/cap2000%20instructions.pdf?la=e

 n
- Capitulo 1: Estudio R&R . (s.f). Obtenido de http://tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/9130/capitulo1.pdf
- Carlos, J. (2008). TEMA 5. Técnicas reométricas.
- Departamento de ingeniería civil transporte y territorio. (2015). *Determinación del punto de reblandecimiento. Método del anillo y bola*. Obtenido de LCweb: http://www2.caminos.upm.es/departamentos/ict/lcweb/ensayos_ligantes/temp_anilloybola.html
- Intercol. (2020). *Método de anillo y bola*. Obtenido de https://adhesive.intercol.eu/es/ring-ball-method/index.html.
- Interquim S.A. (2022). Resinas de p-Terbutilfenol. adhesivos de policloropreno.
- Mexipolimeros. (2022). *Ensayos térmicos*. Obtenido de https://www.mexpolimeros.com/punto-de-fusion--tf-.html#:~:text=En una resina con una
- Minitab. (s.f). ¿Qué es un estudio de repetibilidad y reproducibilidad (R&R) del sistema de medición? Obtenido de https://support.minitab.com/es-
- ORGANISATION INTERNATIONALE DE MÉTROLOGIE LÉGALE. (2012). *International Vocabulary of Metrology Basic and General Concepts and Associated Terms (VIM)*. Obtenido de https://www.oiml.org/en/files/pdf_v/v002-200-e12.pdf
- Perez Herrera, P. (2014). *EJEMPLO: VISCOSÍMETRO DE CONO Y PLACA*. Obtenido de https://pdfcoffee.com/viscosimetro-placa-y-cono-exposicion-4-pdf-free.html
- Sofraser. (2014). *Medición de viscosidad: Producción por lotes de resinas fenólicas*. Obtenido de https://www.viscosimetro-de-proceso.es/medicion-de-viscosidad-produccion-por-lotes-de-resinas-fenolicas/
- Velazco Padilla, P. (2015). *MÉTODO PARA DETERMINAR EL PUNTO DE ABLANDAMIENTO*CON EL APARATO DE ANILLO Y BOLA (ASTM D 36 AASHTO T53-96). Obtenido de

http://www.sitecal.com.bo/files/3. METODO PARA DETERMINAR EL PUNTO DE ABLANDAMIENTO CON EL APARATO DE ANILLO Y BOLA.pdf

Anexos

Anexo A. Condiciones del equipo de cono y plato

A.1 Tamaño de muestra

Figura 28Datos recolectados para obtención del tamaño de muestra

	SPIN 4				
Resina	682 1/2				
	Peso de muestra (g)				
Lote 24707	0,1391	NO OK Alta			
	0,1271	NO OK Alta			
	0,1285	NO OK Alta			
	0,1257	NO OK Alta			
	0,1153	NO OK Alta			
	0,1098	NO OK Alta			
	0,0887	OK Alta			
	0,0812	ОК			
	0,08	OK	_		
Resina	682 Final			SPIN	6
	Peso de muestra (g)		Resina	682 1/2	
Lote 26568	0,0879	OK		Peso de mu	estra (g)
Resina	684 1/2		Lote 24707		0,0242 OK Alta
	Peso de muestra (g)				0,0235 OK
Lote 116847	0,1073	NO OK Alta	Resina	682 Final	
	0,0993	NO OK Alta		Peso de mu	estra (g)
	0,0809	ОК	Lote 26568		0,0218 OK
Lote 112645	0,0818	OK	Resina	684 1/2	
Resina	684 Final			Peso de mu	
	Peso de muestra (g)		Lote 112645		0,0254 NO OK Alta
Lote 111750	0,1083	NO OK Alta			0,0225 OK
	0,098	OK Alta	Resina	684 Final	
	0,1052	NO OK Alta		Peso de mu	estra (g)
	0,105	NO OK Alta	Lote 111886		0,0235 OK
	0,0803	OK	Resina	688 1/2	
Lote 111687	0,0818	OK		Peso de mu	estra (g)
Resina	688 1/2		Lote 117055		0,0287 NO OK Alta
	Peso de muestra (g)				0,023 OK
Lote 117055		NO OK Baja	Resina	688 Final	
	0,0952	NO OK Baja		Peso de mu	estra (g)
	0,1002		Lote 106744		0,0284 NO OK Alta
		NO OK Baja			0,0189 NO OK Baja
Resina	688 Final				0,0264 OK Alta
	Peso de muestra (g)				0,0199 NO OK Baja
Lote 106744		OK Alta			0,0254 OK Alta
Lote 122935	0,0828	OK	Lote 122935		0,0221 OK

A.2 Temperatura, Hold time y Run time

Figura 29

Datos recolectados para la selección de la temperatura el Hold time y el Run time de operación

Temperatura Spin	150 °C 6
Resina	682 1/2
Lote	24707

RPM		Hold Time (s)	Run time (s)	Tamaño de muestra	Viscosidad (Cp)	Torque (%)	Observaciones
	5	150	60	0,0227	1500	0,1	Tamaño de muestra Ok Alta, Hold Time Ok, Run Time Bajo, Valor no confiable por bajo torque
	50	200	60	0,0232	750	0,5	Tamaño de muestra Ok Alta, Hold Time Ok, Run Time Bajo, Valor no confiable por bajo torque
	300	180	90	0,021	1425	5,7	Tamaño de muestra Ok, Hold Time Ok, Run Time Ok Bajo, Valor no confiable por bajo torque
	1000	150	60	0,022	1658	22,1	Tamaño de muestra Ok, Hold Time Ok, Run Time Bajo

Temperatura	140 °C
Spin Resina	6
Resina	682 1/2
Lote	24707

RPM		Hold Time (s)	Run time (s)	Tamaño de muestra	Viscosidad (Cp)	Torque (%)	Observaciones
	300	170	90	0,0223	3200	12,8	Tamaño de muestra Ok, Hold Time Ok, Run Time Ok Bajo
	600	160	80	0,0222	4312,5	34,5	Tamaño de muestra Ok, Hold Time Ok, Run Time Bajo
	1000	150	120	0,0218	3068	40,9	Tamaño de muestra Ok, Hold Time Ok, Run Time OK

Temperatura	130 °C
Spin	6
Resina	682 1/2
Lote	24707

RPM		Hold Time (s)	Run time (s)	Tamaño de muestra	Viscosidad (Cp)	Torque (%)	Observaciones
	300	120	120	0,0223	EEE	EEE	Torque mayor a 100%, equipo no muestra resultados
	600	120	90	0,022	EEE	EEE	Torque mayor a 100%, equipo no muestra resultados

A.3 Número de cono y Velocidad de giro

Figura 30

Datos recolectados para la selección del número de cono y la velocidad de rotación

Temperatura	140 °C
Spin	4
Spin RPM	300
HT	120 s
RT	90 s

Resina	Ball and ring reporta do (°C)	Viscosidad (cP)	Torque (%)	Observaciones
682 1/2	91	3435	68,7	Muy alto torque teniendo en cuenta un ball and ring más bajo
682 Final	100	EEE	EEE	Condiciones no aptas
684 1/2	94	2485	49,7	
684 Final	99	EEE	EEE	Condiciones no aptas
688 1/2	95	4990	99,8	Condiciones no aptas
688 Final	98	4870	97,4	Condiciones no aptas

INFORME FINAL: ANÁLISIS Y EVALUACIÓN DE RESINAS DE P-TERC-BUTILFENOL EN ...46

Temperatura	140 °C
Spin	4
RPM	200
нт	120 s
RT	120 s

Resina	Ball and ring reportado (°C)	Viscosidad (cP)	Torque (%)	Observaciones
682 1/2	91	3472	46,3	
682 Final	100	5370	71,6	OK Se corre nuevamente para verificar
682 Final	100	EEE	EEE	Condiciones no aptas
684 1/2	94	3870	51,6	Rango pequeño de torque para diferentes valores de ball and ring
684 Final	99	4387	58,5	
688 1/2	95	4673	02,3	Rango pequeño de torque para diferentes valores de ball and ring
688 Final	98	5010	66,8	

Temperatura	140 °C
Spin RPM	4
RPM	100
HT	120 s
RT	120 s

Resina	Ball and ring reportado (°C)	Viscosidad (cP)	Torque (%)	Observaciones
682 1/2	91	3225	21,5	Resultado Ok teniendo en cuenta que es el valor más bajo reportado de ball and ring para esta especie y se obtiene bajo torque
682 1/2	99	12585	83,9	Condiciones no aptas, alto torque y no es el mayor valor de ball and ring posible
682 Final	100	8639,9	57,6	
684 1/2	94	3360	22,4	Rango pequeño de torque para diferentes valores de ball and ring
684 Final	99	5685	37,9	Kango pequeno de torque para diferentes valores de ball and ring
688 1/2	95	4635	30,9	
689 1/2	98	4500	30	Denote the second of the secon
690 1/2 Promedio	98	4567,5	30,45	Rango pequeño de torque para diferentes valores de ball and ring
688 Final	98	5940	39,6	

Temperatura	140 °C
Spin	6
RPM	600
HT	120 s
RT	120 s

Resina	Ball and ring reportado (°C)	Viscosidad (cP)	Torque (%)	Observaciones
682 1/2	91	5312,5	42,5	
682 Final	100	10362	82,9	Condiciones no aptas
684 1/2	94	EEE	EEE	Condiciones no aptas
684 Final	99	6975	55,8	
688 1/2	95	7512,5	00,1	Rango pequeño de torque para diferentes valores de ball and ring
688 Final	98	7262,5	58,1	

Temperatura	140 °C
Spin	6
RPM	300
HT	120 s
RT	120 s

Resina	Ball and ring reportado (°C)	Viscosidad (cP)	Torque (%)	Observaciones
682 1/2	91	5650	22,6	Resultado Ok teniendo en cuenta que es el valor más bajo reportado de ball and ring para esta especie y se
682 Final	100	12125	48,5	obtiene bajo torque, rango pequeño para diferentes valores de ball and ring
684 1/2	94	3900	13,0	Rango pequeño de torque para diferentes valores de ball and ring
684 Final	99	6200	24,8	
688 1/2	95	8425	33,1	Rango pequeño de torque para diferentes valores de ball and ring
688 Final	98	8750	35	

Anexo B. Datos para obtención del modelo matemático

B.1 Resina 682

Figura 31Datos recolectados para la obtención del modelo matemático para la resina 682

Viscosidad por	Temperatura por		
cono y plato (cP)	anillo y bola (°C)	1	
4075	91	14925	99,3
4025	91	14400	99,3
4075	91,2	14675	99,3
4025	91,2	14575	99,4
4075	91,4	14925	99,4
4025	91,4	15225	99,4
4075	91,7	14675	99,4
4025	91,7	15625	99,4
6350	94,2	15225	99,56666667
6120	94,2	15625	99,56666667
6350	94,35	15625	100
6120	94,35	17100	100
6350	94,5	17800	100,2
6120	94,5	17625	100,2
8825	95,2	17100	100,25
8900	95,2	17800	100,25
8825	95,87	17100	100,5
8900	95,87	17800	100,5
8825	96	18245	100,5
8900	96	19050	100,8
12525	97,7	18725	100,8
12875	97,7	19125	100,8
12525	97,85	18200	100,8
12875	97,85	17625	100,8
11175	97,9	18745,83333	100,8
11375	97,9	19050	101
12525	98	18725	101
11375	98	19125	101
11200	98,1	18200	101
11000	98,1	18745,83333	101
11175	98,4	19050	101,2
11375	98,4	19750	101,2
13800	99	18725	101,2
14750	99	19125	101,2
14575	99,3	18745,83333	101,2

B.2 Resina 684

Figura 32Datos recolectados para la obtención del modelo matemático para la resina 684

Viscosidad por	Temperatura
cono y plato	por anillo y
(cP)	bola (°C)
94,4	6072,718182
94,3	5838,745
94,5	6275
91,4	3368,75
91,5	3450
91,7	3975
91,9	4096,25
94	5635,416667
98	8475
101	10105
97,9	8300
95,8	7350
99	9025
96,3	7664,266667
93	4200
95	6550
95,2	6625
94	5541,666667
100	9375
100,1	9575
100,8	9641,666667
96	7533,333333

B.3 Resina 688

Figura 33Datos recolectados para la obtención del modelo matemático para la resina 688

Viscosidad	Temperatura		
por cono y	por anillo y		
plato (cP)	bola (°C)		
95	5650		
96,3	6359,71667		
96,6	6795,81667		
95,97	6272,49667		
96	6324,9		
99,8	9700		
100,2	10275		
97,9	7332,49333		
101	11350		
99	9241,66667		
99	9200		
99,67	9644,11765		
101	11453,8462		
98	7475		
96,9	6825		
97,5	6988,22941		
97,47	6865,32667		
100,1	9975		
100,3	11097		
99,5	9525		
102	13000		
104,3	15950		
104,5	16225		
104,9	18550		
104,6	18075		
104,75	18250		
106	21400		

Anexo C. Datos para comparación estadística

C.1 Resina 682

Figura 34Datos recolectados para comparación estadística de resina 682

		l	Int	ermedias			
	Ball and Ring			Viscosidad		Error con el	Error con cada
Lote	У	Prueba		cone and	Modelo	promedio	valor del
	verificación			plate (cP)		del modelo	modelo
21357	94,2		1	5425	93,1678427		1,25%
	94,5		2	5750	93,535292		0,86%
			3	8825	96,209801		1,97%
			4	6350	94,1597743		0,20%
			5	4250	91,6148174		2,90%
Promedio	94,35			6120,00	93,74	0,65%	1,44%
Deviación estandar	0,21213203				1,6704615		
error relativo	0,22%				1,78%		
24707	91		1	5725	93,507809		2,34%
	91,4		2	4075	91,3453976		0,02%
	91,7		3	5275	92,990391		1,78%
	91,2		4	4025	91,2661853		0,11%
	-		5	5175	92,869125		1,64%
Promedio	91,37			4855,00	92,40	1,13%	1,18%
Deviación estandar	0,30				1,02390351		
error relativo	0,33%				1,11%		
26872	98		1	13400	98,7672661		0,94%
	97,7		2	12525	98,356996		0,52%
			3	12875	98,5245902		0,69%
			4	13500	98,8123634		0,98%
			5	13975	99,0219199		1,20%
Promedio	97,85			13255,0	98,70	0,87%	0,87%
Desviación estandar	0,21213203				0,25939648		
error relativo	0,22%				0,26%		
26876	99		1	18475	100,702129		1,72%
	99		2	15025	99,4599167		0,46%
			3	15300	99,5693577		0,58%
			4	13225	98,6874939		0,32%
		5.	1	13800	98,945592		0,05%
		5.	2	15325	99,579205		0,59%
		5.	3	14750	99,3483655		0,35%
		5.	4	15550	99,6670834		0,67%
		5.	5	15925	99,8106408		0,82%
Promedio	99			15263,9	99,53	0,54%	0,62%
Deviación estandar	0,00				0,5662001		
error relativo	0,000000				0,57%		

			Finales			
Lote	Ball and Ring y verificación	Prueba	Viscosidad (cP)	Modelo	Error con el promedio del modelo	Error con cada valor del modelo
26182	98	1	11000	97,5647488		0,55%
	98,4	2	13200	98,676008		0,59%
	97,9	3	11175	97,6613085		0,45%
		4	10925	97,5228737		0,59%
		5,1	10575	97,3234008		0,79%
		5,2	10325	97,1766498		0,94%
Promedio	98,10		11200	97,65	0,45%	0,65%
Desviación Estandar	0,26			0,53		
Error relativo	0,27%			0,54%		
26875	100	1	14575	99,2762428		0,29%
	99,3	2.1	14925	99,4196009		0,15%
	99,4	2.2	13075	98,6182358		0,95%
		3.1	14400	99,2032108		0,37%
		3.2	15225	99,539715		0,03%
		4.1	14675	99,3175657		0,25%
		4.2	15625	99,6960817		0,13%
		5.1	13375	98,7559369		0,81%
		5.2	13650	98,8793597		0,69%
		5.3	13925	99,0002141		0,57%
		5.4	12675	98,4294134		1,14%
Promedio	99,57		14193	99,10	0,47%	0,49%
Desviación estandar	0,38			0,40		
	0,38%			0,40%		
26872	100	1	17100	100,238629		0,01%
	100,5	2.1	21000	101,466531		1,21%
		2.2	19050	100,885387		0,63%
		3.1	17800	100,479259		0,23%
		3.2	18625	100,750503		0,50%
		4.1	13650	98,8793597		1,37%
		4.2	13100	98,6298363		1,62%
		5.1	21250	101,536941		1,28%
		5.2	20775	101,402412		1,15%
Promedio	100,25		18039	100,47	0,22%	0,89%
Desviación estandar	0,35			1,07		
	0,35%			1,07%		

26876	101	1	19050	100,885387		0,08%
	101,2	2	19750	101,100854		0,30%
	100,2	3	18725	100,782527		0,02%
		4	19125	100,908864		0,11%
		5.1	18200	100,612372		0,19%
		5.2	17625	100,420039		0,38%
Promedio	100,80		18746	100,79	0,01%	0,18%
Desviación estandar	0,53			0,24		
	0,52%			0,24%		
26390	96	1	11500	97,8365139		2,05%
	95,2	2	9325	96,5500162		0,71%
	96,4	3	10200	97,1018756		1,29%
		4	11650	97,9156411		2,14%
		5.1	8825	96,209801		0,36%
		5.2	8900	96,2620997		0,41%
		5.3	10250	97,1318996		1,32%
		5.4	11975	98,0834934		2,31%
		5.5	11025	97,5786409		1,79%
Promedio	95,87		10406	97,19	1,38%	1,38%
Desviación estandar	0,61			0,72		
	0,64%			0,74%		

C.2 Resina 684

Figura 35Datos recolectados para comparación estadística de resina 684

	Intermedias							
Lote	Ball and Ring Y verificación	Prueba	Viscosidad (cP)	Modelo	Error con el promedio del modelo	Error con cada valor del modelo		
112645		1.1	6925	95,4493125		1,11%		
	94,4	1.2	7075	95,6698125		1,35%		
	94,3	2.1	5475	93,5498125		0,90%		
	94,5	2.2	5725	93,8473125		0,59%		
		3.1	4925	92,9393125		1,55%		
		3.2	4775	92,7833125		1,71%		
		4.1	5025	93,0458125		1,43%		
		5.2	6324,9	94,612179		0,22%		
		5.3	7050	95,63275		1,31%		
		5.4	7225	95,8948125		1,58%		
Promedio	94,40		6052	94,34	0,06%	1,18%		
Desviación estandar	0,10			1,25				
Error relativo	0,11%			1,33%				

115354	93	1.1	4050	92,09275		0,21%
	91,4	1.2	4650	92,65675		0,82%
	91,5	2.1	4200	92,227		0,36%
	91,7	2.2	4175	92,2043125		0,33%
		3.1	4025	92,0708125		0,19%
		4.1	4400	92,413		0,56%
		4.2	4750	92,75775		0,93%
		5.1	3450	91,60075		0,33%
		5.2	3250	91,45275		0,49%
		5.3	3325	91,5073125		0,43%
Promedio	91,90		4028	92	0,22%	0,46%
Desviación estandar	0,74			0,46		
Error relativo	0,81%			0,50%		
116847	94	0	4775	92,7833125		0,07%
	91,7	1.1	6275	94,5458125		1,83%
		1.2	5500	93,579		0,79%
		2.1	3925	91,9843125		0,93%
		2.2	4550	92,55775		0,31%
		3.1	7475	96,2798125		3,69%
		3.2	7600	96,477		3,91%
		4.1	5800	93,939		1,17%
		4.2	6275	94,5458125		1,83%
		5.1	4775	92,7833125		0,07%
		5.2	5300	93,349		0,54%
		5.3	5375	93,4343125		0,63%
		5.4	6300	94,579	1	1,86%
Promedio	92,85		5687	94	1,14%	1,36%
Desviación estandar	1,63			1,36		
Error relativo	1,75%			1,45%		
126258	98	1.1	11500	104,199		6,76%
	96,8	1.2	11325	103,787313		6,34%
	98	2.1	9950	100,76575		3,24%
		2.2	10050	100,97275		3,46%
		3.1	8625	98,2118125		0,63%
		4.1	11100	103,267		5,81%
		4.2	11325	103,787313		6,34%
		5.1	9175	99,2293125		1,67%
		5.2	9275	99,4208125		1,87%
		5.3	9525	99,9083125		2,37%
		5.4	10175	101,234313		3,72%
Promedio	97,60		10184	101,34	3,84%	3,84%
Desviación estandar	0,69			2,11		
Error relativo	0,71%			2,08%		

		Finales				
	Ball and Ring		Viscosidad		Error con el	Error con cada
Lote	У	Prueba	(cP)	Modelo	promedio del	valor del
	verificación		(CF)		modelo	modelo
124896	101	1.1	10275	101,445813		0,44%
	103,2	1.2	9700	100,257		0,74%
	98,8	2.1	11425	104,021813		2,99%
		2.2	11225	103,554813		2,53%
		2.3	10850	102,70075		1,68%
		3.1	10500	101,929		0,92%
		3.2	10475	101,874813		0,87%
		3.3	10375	101,659313		0,65%
		4.1	9000	98,899		2,08%
		4.2	8750	98,43775		2,54%
		4.3	9025	98,9458125		2,03%
		5.1	9375	99,6143125		1,37%
		5.2	10450	101,82075		0,81%
		5.3	11850	105,04075		4,00%
Promedio	101,00		10234	101,442978	0,44%	1,69%
Desviación estandar	2,20			2,01		
Error relativo	2,18%			1,99%		
124897	99	1.1	7750	96,71775		0,33%
	95,8	2.1	6673	95,0890029		2,00%
	96,3	3.1	8450	97,90075		0,89%
		3.2	8600	98,167		1,17%
		4.1	7950	97,04575		0,01%
		4.2	7675	96,5968125		0,45%
		4.3	8400	97,813		0,80%
		5.1	7775	96,7583125		0,28%
		5.2	7775	96,7583125		0,28%
		5.3	8700	98,347		1,35%
		5.4	8075	97,2548125		0,23%
Promedio	07.03	5.5	8000	97,129	0.100/	0,10%
Desviación estandar	97,03		7985	97,1314586	0,10%	0,66%
Error relativo	1,72 1,77%			0,88 0,91%		
		1 1	E02E			0.229/
125666	93 95	1.1 1.2	5925 6000	94,0943125		0,32% 0,22%
	95,2	1.3	6450	94,78075		0,22%
	93,2	2.1	6200	94,78073		0,40%
		2.1	6100	94,447		0,03%
		2.2	6275	94,5458125		0,03%
		3.1	4600	92,607		1,90%
		3.2	4950	92,96575		1,52%
		4.1	6450	94,78075		0,40%
		4.2	6575	94,9523125		0,59%
		5.1	4800	92,809		1,69%
		5.2	4475	92,4848125		2,03%
		5.3	4500	92,509		2,00%
Promedio	94,40	2.3	5638	93,8063462	0,63%	
Desviación estandar	1,22		2220	0,97	2,2370	0,0170
Error relativo	1,29%			1,03%		
	_,,			_,00,0		

126258	100	1.1	9525	99,9083125		0,39%
	100,1	1.2	9450	99,76075		0,54%
	100,8	1.3	9750	100,35775		0,06%
		2.1	8575	98,1223125		2,17%
		2.2	8500	97,989		2,30%
		2.3	8500	97,989		2,30%
		3.1	9675	100,206813		0,09%
		3.2	9675	100,206813		0,09%
		4.1	9450	99,76075		0,54%
		4.2	9500	99,859		0,44%
		4.3	9250	99,37275		0,92%
		5.1	8775	98,4833125		1,81%
		5.2	9200	99,277		1,02%
		5.3	9775	100,408313		0,11%
		5.4	9175	99,2293125		1,07%
		5.5	9150	99,18175		1,11%
		5.6	9250	99,37275		0,92%
Promedio	100,3		9246	99,381511	0,92%	0,94%
Desviación estandar	0,44			0,81		
Error relativo	0,43%			0,82%		
126274	96	1.1	7250	95,93275		0,21%
	96,5	1.2	7500	96,319		0,19%
	95,9	1.3	7850	96,88075		0,78%
		2.1	7200	95,857		0,29%
		2.2	7200	95,857		0,29%
		2.3	7125	95,7443125		0,40%
		3.1	7500	96,319		0,19%
		3.2	7475	96,2798125		0,15%
		3.3	8225	97,5098125		1,43%
		4.1	6775	95,2333125		0,94%
		4.2	6575	94,9523125		1,23%
		4.3	7100	95,707		0,44%
		5.1	6200	94,447		1,75%
		5.2	7625	96,5168125		0,40%
		5.3	7425	96,2018125		0,07%
		5.4	7350	96,08575		0,05%
		5.5	7475	96,2798125		0,15%
Promedio	96,13		7285	96,00725	0,13%	0,53%
Desviación estandar	0,32			0,71		
Error relativo	0,33%			0,74%		

C.3 Resina 688

Figura 36Datos recolectados para comparación estadística de resina 688

		Interme	dias			
	Ball and Ring		VC		Error con el	Error con cada
Lote	У	Prueba	Viscosidad	Modelo	promedio del	valor del
	verificación		(cP)		modelo	modelo
117055	95	1.1	5275	94,7814963		1,23%
	96,3	1.2	5275	94,7814963		1,23%
	96,6	1.3	6025	95,8621559		0,11%
		2.1	5525	95,1579062		0,84%
		2.2	5725	95,4469677		0,54%
		2.3	5900	95,6917303		0,29%
		3.1	7200	97,3104473		1,40%
		3.2	7100	97,1967532		1,28%
		3.3	8025	98,1922865		2,32%
		4.1	5725	95,4469677		0,54%
		4.2	6275	96,1926485		0,24%
		5.1	6025	95,8621559		0,11%
		5.2	5825	95,5877332		0,39%
		5.3	6324,9	96,2570362		0,30%
		5.4	7100	97,1967532		1,28%
		5.5	7600	97,7499598		1,86%
		5.6	7900	98,06467		2,19%
Promedio	95,97		6401	96,2811273	0,33%	0,95%
Desviación estandar	0,85			1,12		
Error relativo	0,89%			1,16%		
126218	96	1.1	6650	96,6644831		1,26%
	99,8	1.2	7200	97,3104473		0,60%
		2.1	6450	96,41625		1,52%
		2.2	6850	96,90536		1,02%
		2.3	7050	97,1393042		0,78%
		3.1	6400	96,352989		1,58%
		3.2	6725	96,7556504		1,17%
		4.1	7600	97,7499598		0,15%
		4.2	7300	97,4225732		0,49%
		4.3	7550	97,6963028		0,21%
		5.1	8550	98,7074181		0,82%
		5.2	9075	99,1918422		1,32%
Promedio	97,90		7283	97,3593817	0,55%	0,91%
Desviación estandar	2,69			0,88		
Error relativo	2,74%			0,90%		

126531	101	1.1	8300	98,4661837		1,20%
	99	1.2	8350	98,5150067		1,16%
	99	1.3	8650	98,8019424		0,87%
		2.1	8575	98,7311524		0,94%
		2.2	8150	98,3179304		1,35%
		2.3	8650	98,8019424		0,87%
		3.1	8575	98,7311524		0,94%
		3.2	9950	99,9401099		0,27%
		4.1	10225	100,161732		0,50%
		4.2	10500	100,377472		0,71%
		5.1	10400	100,299682		0,64%
		5.2	10600	100,454525		0,79%
		5.3	10600	100,454525		0,79%
		5.4	11075	100,81087		1,15%
		5.5	11800	101,326324		1,67%
Promedio	99,67		9627	99,6127034	0,05%	0,92%
Desviación estandar	1,15			1,01		
Error relativo	1,16%			1,02%		
127220	101	1.1	11725	101,274491		0,27%
	103,7	1.2	11750	101,291806		0,29%
	98,3	1.3	12275	101,647136		0,64%
		2.1	10375	100,280118		0,71%
		2.2	10550	100,41609		0,58%
		2.3	10675	100,511839		0,48%
		3.1	10400	100,299682		0,69%
		4.1	11200	100,902106		0,10%
		4.2	11450	101,081561		0,08%
		4.3	12000	101,462949		0,46%
		5.1	11300	100,974364		0,03%
		5.2	12250	101,630563		0,62%
		5.3	12950	102,08229		1,07%
Promedio	101,00		11454	101,065769	0,07%	0,46%
Desviación estandar	2,70			0,57		
Error relativo	2,67%			0,56%		

		Finales				
	Ball and Ring		Viscosidad		Error con el	Error con cada
Lote	У	Prueba	Viscosidad	Modelo	promedio del	valor del
	verificación		(cP)		modelo	modelo
122935	98	1.1	5100	94,507239		2,54%
	96,9	1.2	5375	94,9341581		2,10%
	97,5	1.3	5825	95,5877332		1,43%
	95,5	2.1	6525	96,510228		0,48%
		2.2	6600	96,6031318		0,38%
		2.3	6324,9	96,2570362		0,74%
		3.1	6750	96,7858137		0,20%
		3.2	7025	97,1104267		0,14%
		3.3	7950	98,1159573		1,18%
		4.1	6475	96,4476969		0,54%
		4.2	7825	97,9871273		1,04%
		5.2	7375	97,5056643		0,55%
		5.3	8275	98,4416619		1,51%
		5.4	8425	98,5876957		1,66%
		5.5	8650	98,8019424		1,88%
Promedio	96,98		6967	96,9455675	0,03%	1,09%
Desviación estandar	1,08			1,31		
Error relativo	1,12%			1,35%		
126218	100,3	1.1	10100	100,061743		0,50%
	100,1	1.2	10500	100,377472		0,19%
	101,3	2.1	12075	101,513597		0,94%
		2.2	11825	101,343528		0,77%
		2.3	12575	101,843419		1,27%
		3.1	11275	100,95636		0,39%
		3.2	11450	101,081561		0,51%
		3.3	12075	101,513597		0,94%
		4.1	11175	100,88394		0,32%
		4.2	10675	100,511839		0,05%
		4.3	11475	101,099291		0,53%
		5.1	10700	100,530854		0,04%
		5.2	10750	100,568752		0,00%
		5.3	11000	100,755633		0,19%
		5.4	11925	101,411983		0,84%
Promedio	100,57		11305	100,963571	0,39%	0,50%
Desviación estandar	0,64			0,50		
Error relativo	0,64%			0,50%		

126531	102	1.1	13900	102,657767		0,48%
	104,3	1.2	14475	102,987269		0,16%
		2.1	13900	102,657767		0,48%
		2.2	14375	102,930916		0,21%
		2.3	14275	102,874168		0,27%
		3.1	14550	103,02928		0,12%
		3.2	14175	102,817022		0,32%
		3.3	14800	103,167767		0,02%
		4.1	14325	102,902592		0,24%
		4.2	13575	102,465443		0,66%
		4.3	14200	102,831347		0,319
		5.1	14600	103,057167		0,09%
		5.2	14500	103,001297		0,149
Promedio	103,15		14281	102,875369	0,27%	0,27%
Desviación estandar	1,63			0,19	,	,
Error relativo	1,58%			0,19%		
1277220	106	1	21600	106,241067		1,029
	104,9	2.1	22700	106,644847		1,419
	104,6	2.2	21900	106,353193		1,13%
	104,0	2.3	21900	106,353193		1,13%
		3.1	18125	100,333133		0,33%
		3.1				0,36%
			18075	104,792775		
		3.3	18550	105,003642		0,169
		4.1	20275	105,726463		0,539
		4.2	20850	105,953793		0,75%
		4.3	21925	106,362467		1,149
		5.1	20650	105,87544		0,67%
		5.2	20200	105,696337		0,50%
		5.3	20950	105,992688		0,79%
		5.4	21250	106,108268		0,90%
Promedio	105,17		20639	105,851386	0,65%	0,779
Desviación estandar	0,74			0,59		
Error relativo	0,70%			0,56%		
126256	106	1.1	21450	106,184418		
	104,3	1.2	21875	106,343908		
	106	1.3	22650	106,626922		
		2.1	20100	105,655994		
		2.2	20725	105,904911		
		3.1	19600	105,451223		
		3.2	20975	106,002382		
		3.3	21950	106,371731		
		4.1	19025	105,209176		
		4.2	19725	105,502901		
		4.2	20125	105,666098		
		4.5 5.1	18325	103,000038		
		5.1 5.2				
			18275	104,882229		
		5.3	19050	105,219851		
		5.4	19650	105,471933		
		5.5	20850	105,953793		
		5.6	21325	106,136908		
Promedio	105,43		20334	105,734636	0,29%	
Desviación estandar	0,98			0,52		
Error relativo	0,93%			0,49%		