



**Universidad de Valladolid**

Facultad de Ciencias



## **TRABAJO FIN DE MÁSTER**

Máster en Técnicas Avanzadas en Química. Control y  
Análisis de Calidad Químicos.

**CUANTIFICACIÓN DE INTERMEDIOS HIDRO MEDIANTE  
ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO CERCANO (NIR)**

**ALBERTO CEPEDA NIETO**

ESTER TRABAJO

DANIEL RINCÓN

PURIFICACIÓN CUADRADO

ALFONSO PÉREZ

# ÍNDICE

1.	INTRODUCCIÓN.....	1
1.1.	<b>Pintura</b> .....	1
1.2.	<b>Espectroscopía de Infrarrojo cercano (NIR)</b> .....	3
2.	OBJETIVOS .....	5
3.	MATERIALES Y EQUIPOS.....	6
4.	PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL .....	7
4.1.	<b>Intermedio 1</b> .....	10
4.2.	<b>Intermedio 2</b> .....	10
4.3.	<b>Intermedio 3</b> .....	11
4.4.	<b>Intermedio 4</b> .....	11
5.	RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIONES.....	12
5.1.	<b>Estudios del pH</b> .....	13
5.1.1.	<b>Intermedio 1</b> .....	13
5.1.2.	<b>Intermedio 2</b> .....	14
5.1.3.	<b>Intermedio 3</b> .....	15
5.1.4.	<b>Intermedio 4</b> .....	16
5.2.	<b>Estudios de la viscosidad</b> .....	18
5.2.1.	<b>Intermedio 1</b> .....	18
5.2.2.	<b>Intermedio 2</b> .....	20
5.2.3.	<b>Intermedio 3</b> .....	22
5.2.4.	<b>Intermedio 4</b> .....	24
5.3.	<b>Estudios mediante espectroscopía NIR</b> .....	26
5.3.1.	<b>Intermedio 1</b> .....	27
5.3.2.	<b>Intermedio 2</b> .....	30
5.3.3.	<b>Intermedio 3</b> .....	32
5.3.4.	<b>Intermedio 4</b> .....	34
5.4.	<b>Cuantificación de los intermedios</b> .....	36
5.4.1.	<b>Intermedio 1</b> .....	36
5.4.2.	<b>Intermedio 2</b> .....	36
5.4.3.	<b>Intermedio 3</b> .....	38
5.4.4.	<b>Intermedio 4</b> .....	38
6.	CONCLUSIONES.....	39

## **RESUMEN:**

Este trabajo se ha realizado en el departamento de Control de Calidad de Materias Primas en la planta de PPG Valladolid mediante un concepto Lean basado en la cuantificación mediante infrarrojo cercano (NIR) de cuatro intermedios en base acuosa con el fin de ganar tiempo de ciclo en el control de calidad de cada uno de ellos. De esta forma, pueden ser cuantificados el pH y la viscosidad, propiedades fisicoquímicas características de dichos intermedios, en el proceso de ajuste de éstos. Asimismo, una vez hecho el control de calidad, el intermedio permanece en el tanque de almacenamiento dentro de su especificación.

## **ABSTRACT:**

This work has been carried out in the Raw Material Quality Control department of the PPG Valladolid plant using a Lean concept based on the near infrared (NIR) quantification of four hydro-based intermediates in order to improve cycle time in the quality control of each one of them. In this way, the pH and viscosity, characteristic physicochemical properties of these intermediates, can be quantified in the process of adjusting them. Likewise, once the quality control is done, the intermediate remains in the storage tank within its specification.

# 1. INTRODUCCIÓN:

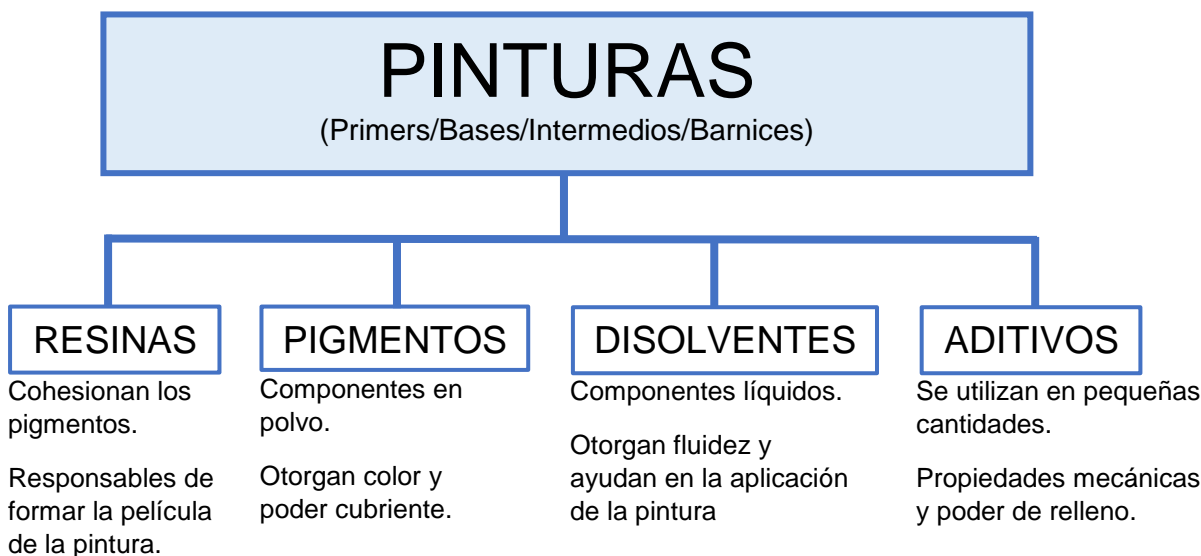
## 1.1. Pintura:

Las pinturas son un material importante usado a nivel mundial las cuales nos proporcionan una protección a los materiales para diferentes áreas y también cumplen con la función de estética la cual proporciona color y textura. Es una suspensión de diferentes materias primas en un medio líquido adecuado.

Hay varias técnicas de elaboración de pintura, según el tipo de base que se utiliza:

- *Base Hidrosolubles*: El disolvente utilizado mayoritariamente es el agua, también se utilizan disolventes orgánicos, pero en menor proporción.
- *Base Disolvente*: Los disolventes utilizados son orgánicos. Producen mayor contaminación ya que emiten COVs (compuestos orgánicos volátiles) al evaporarse y debido a la normativa medioambiental tienden a ser sustituidas.
- *Base sólida*: Directamente polvo que se fija por campo eléctrico<sup>1</sup>.

Las pinturas están formadas por diferentes materias primas:



Esquema 1. Materias primas utilizadas en las pinturas.

En la actualidad, las pinturas hidrosolubles (en base agua) se encuentran en auge y esto es debido a que su principal disolvente es el agua. Esto hace que se reduzca en gran medida el uso de disolventes orgánicos obteniendo así una pintura más “verde”, es decir, menos perjudicial no solo para el medioambiente, sino, también para la salud de las personas que trabajan con ellas.

<sup>1</sup> Rincón, Daniel. *Manual de acogida de iniciación en un laboratorio de control de pintura*. (2007).

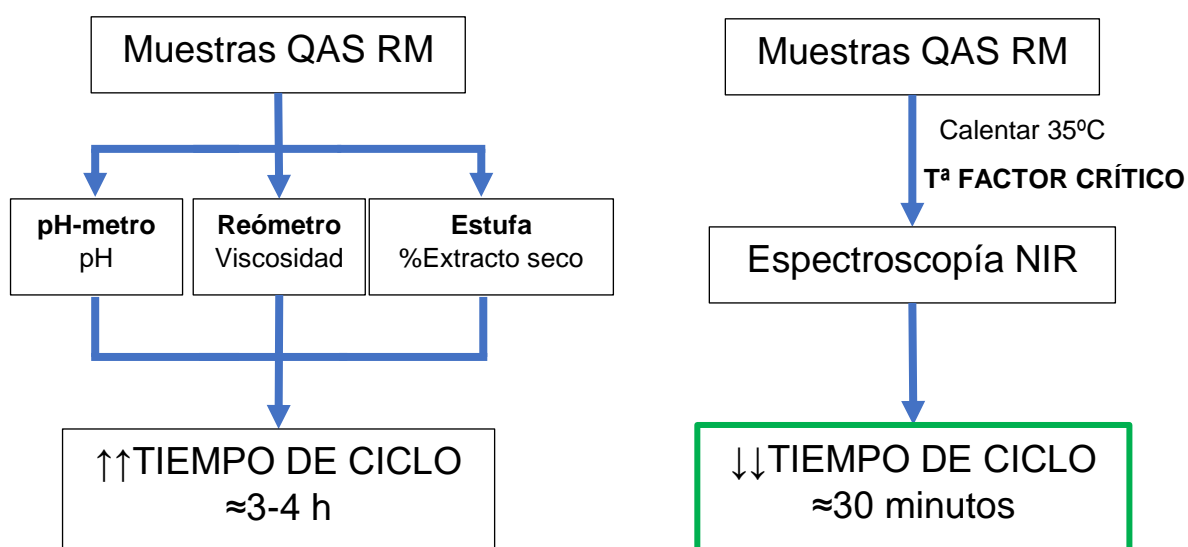
Un intermedio hidrosoluble (hidro) es un incoloro formado por resinas en base agua, una pequeña cantidad de disolventes orgánicos y, en pequeña proporción, aditivos. Estos intermedios posteriormente serán utilizados para la fabricación de bases hidrosolubles o primers.

Este proyecto se basa en la cuantificación mediante infrarrojo cercano (NIR) para el control de calidad de este tipo de intermedios. Se lleva a cabo en el departamento de Materias Primas de Control de Calidad y la fabricación de dichos intermedios se producirá en la nueva nave hidro de PPG Valladolid.

Los intermedios hidro deben de presentar valores en diferentes características fisicoquímicas dentro de ciertos rangos de especificación establecidos para que posteriormente la pintura, que será fabricada con dichos intermedios, presente las características adecuadas solicitadas por cada cliente. Las propiedades fisicoquímicas que presentan y las cuales trataremos en este trabajo son:

- **Viscosidad:** Es una medida de la resistencia a las deformaciones graduales de la pintura producidas por una fuerza de tensión. Su medición se realiza en el reómetro. En el caso de bases hidrosolubles, se presenta un comportamiento viscoso de tipo tixotrópico, es decir, la viscosidad cambia con la fuerza a la que es sometido el intermedio.
- **pH:** Es una medida de acidez o alcalinidad de una disolución acuosa. Indica la concentración de protones presentes en una disolución acuosa.
- **Concentración de secos:** es la parte sólida que resta de una pintura tras extraer todo disolvente relativamente volátil mediante un calentamiento hecho en condiciones de laboratorio. Su medición se realiza en la termobalanza o en una estufa.

En el siguiente esquema se compara el control de calidad de dichos intermedios de forma convencional (control completo de parámetros líquidos) con el control mediante modelos de cuantificación NIR que se logrará a partir de este trabajo:



Esquema 2. Diferencia tiempo de ciclo entre control de calidad convencional (izquierda) y espectroscopía NIR mediante cuantificación (derecha).

## 1.2. Espectroscopía de Infrarrojo cercano (NIR):

El infrarrojo cercano es la región de longitud de onda más corta del espectro de infrarrojo, situada entre la luz visible y el infrarrojo medio, entre 800-2500 nm.

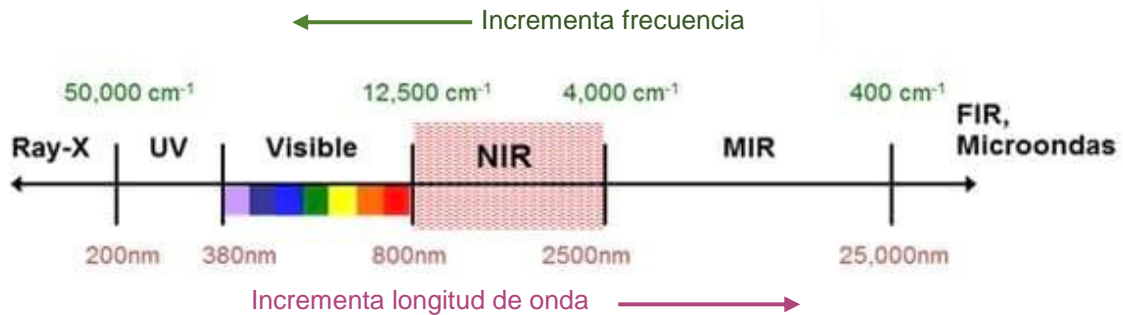


Imagen 1. Región de longitud de onda de infrarrojo cercano.

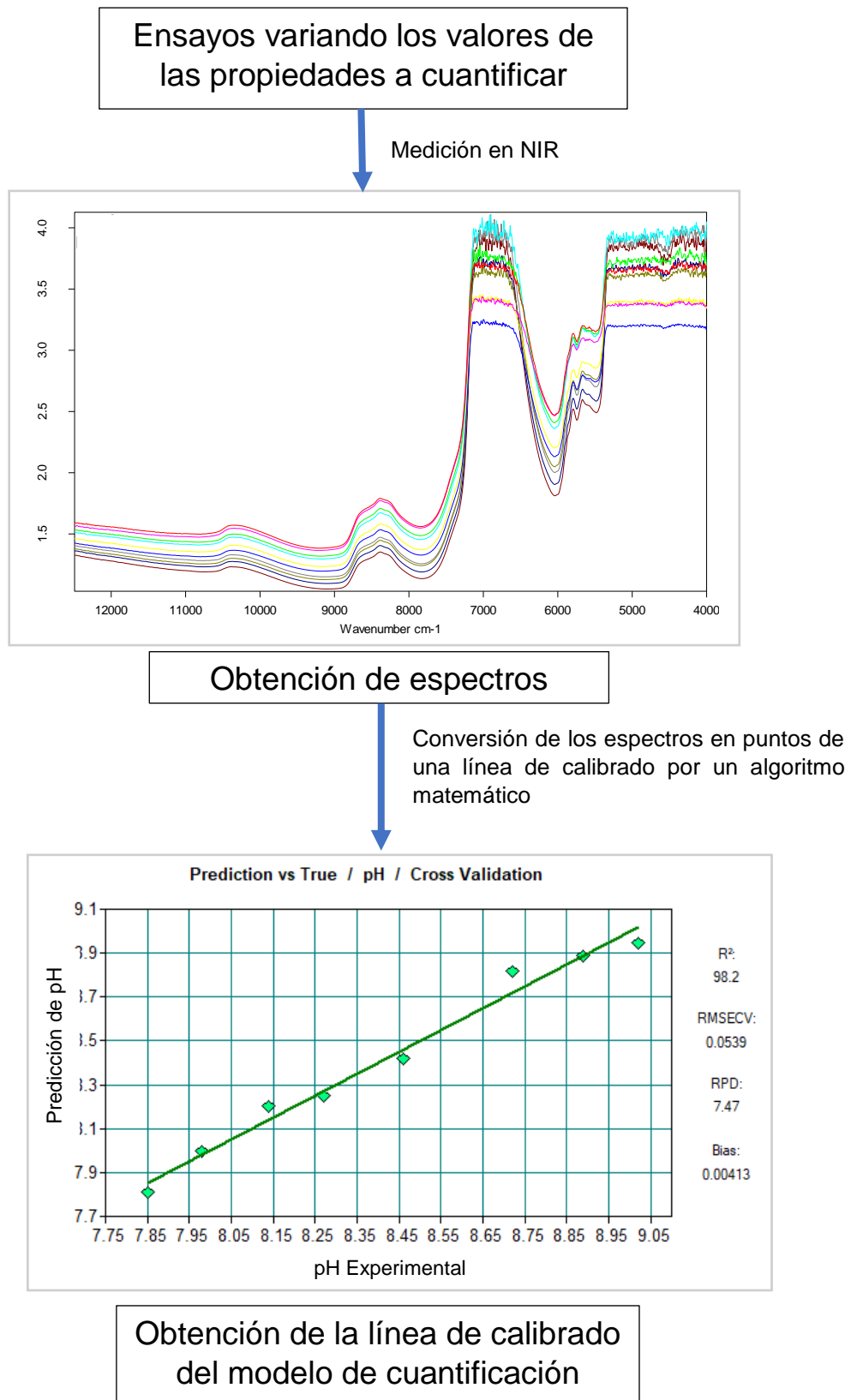
La espectroscopía NIR ofrece muchas ventajas en comparación con los análisis clásicos. Es rápida, rentable y segura ya que no se utilizan productos químicos peligrosos. Mide la absorción de luz del infrarrojo cercano de la muestra a diferentes longitudes de onda. El espectro NIR registrado se caracteriza por los sobretonos (transiciones vibracionales desde el estado fundamental a estados excitados superiores), y las combinaciones de las vibraciones moleculares fundamentales de moléculas que contengan los grupos funcionales<sup>2</sup>:

- N – H
- O – H
- C – H

Realizar la cuantificación mediante NIR conlleva un gran trabajo y dedicación en la construcción de modelos de cuantificación para diferentes componentes ya que se deben de realizar una gran cantidad de ensayos teniendo en cuenta los diferentes factores críticos para lograr obtener un modelo preciso. Una vez logrados los modelos, la cantidad de tiempo de ciclo se reduce enormemente en comparación al control de calidad convencional, como hemos visto anteriormente.

Para poder controlar mediante NIR un componente, hay que construir los modelos de cuantificación que predecirán las propiedades a controlar.

<sup>2</sup> Parker, Frank S. "Near-infrared spectroscopy." *Applications of Infrared Spectroscopy in Biochemistry, Biology, and Medicine* (1971).



Esquema 3. Ejemplo de cuantificación del pH mediante espectroscopía NIR.

La muestra para cuantificar se mediría en el NIR, se obtendría el espectro y el modelo la introduciría en la línea de calibrado para predecir los valores de la variable cuantificada.

## **2. OBJETIVOS:**

Realizar la cuantificación de 4 intermedios hidro con el fin de:

- Conocer el comportamiento de las distintas características fisicoquímicas de los mismos.
- Reducir el número de análisis a realizar y, por lo tanto, reducir el tiempo de análisis en control de calidad.
- Tener a disposición de fabricación los intermedios controlados dentro de especificación.



### 3. MATERIALES Y EQUIPOS:

Los materiales empleados fueron:

- Recipientes de plástico de diferentes pesos.
- Pipetas.
- Vasos de plástico.
- Agitadores.
- Materias primas necesarias para cada intermedio.
- Balanza analítica.

Los equipos analíticos utilizados para la cuantificación fueron:


EQUIPO	DESCRIPCIÓN
<b>pH-metro</b>	
	<p>Es un sensor utilizado para medir la acidez o alcalinidad, es decir el pH, de una solución acuosa, en nuestro caso, el pH de los diferentes intermedios hidro fabricados.</p>
<b>Reómetro</b>	
	<p>Es un equipo de medida de la resistencia que ofrece un fluido a una fuerza ejercida por el equipo. Realiza diferentes intervalos de medida donde aplica distintas fuerzas. Se utilizará para la medición de las viscosidades de los intermedios hidro fabricados.</p>
<b>Termobalanza</b>	
	<p>Es un equipamiento analítico compuesto por una balanza y un sistema de secado que determina el porcentaje de extracto seco de la muestra a analizar.</p>
<b>Espectrómetro de infrarrojo cercano (NIR)</b>	
	<p>La muestra se irradia con luz infrarroja a una longitud de onda entre 4000 y 12500 <math>\text{cm}^{-1}</math>. Se obtiene un espectro donde se pueden observar los sobretonos y combinaciones de las vibraciones moleculares de los enlaces N-H, C-H y O-H. Se realiza la cuantificación mediante espectroscopía NIR.</p>

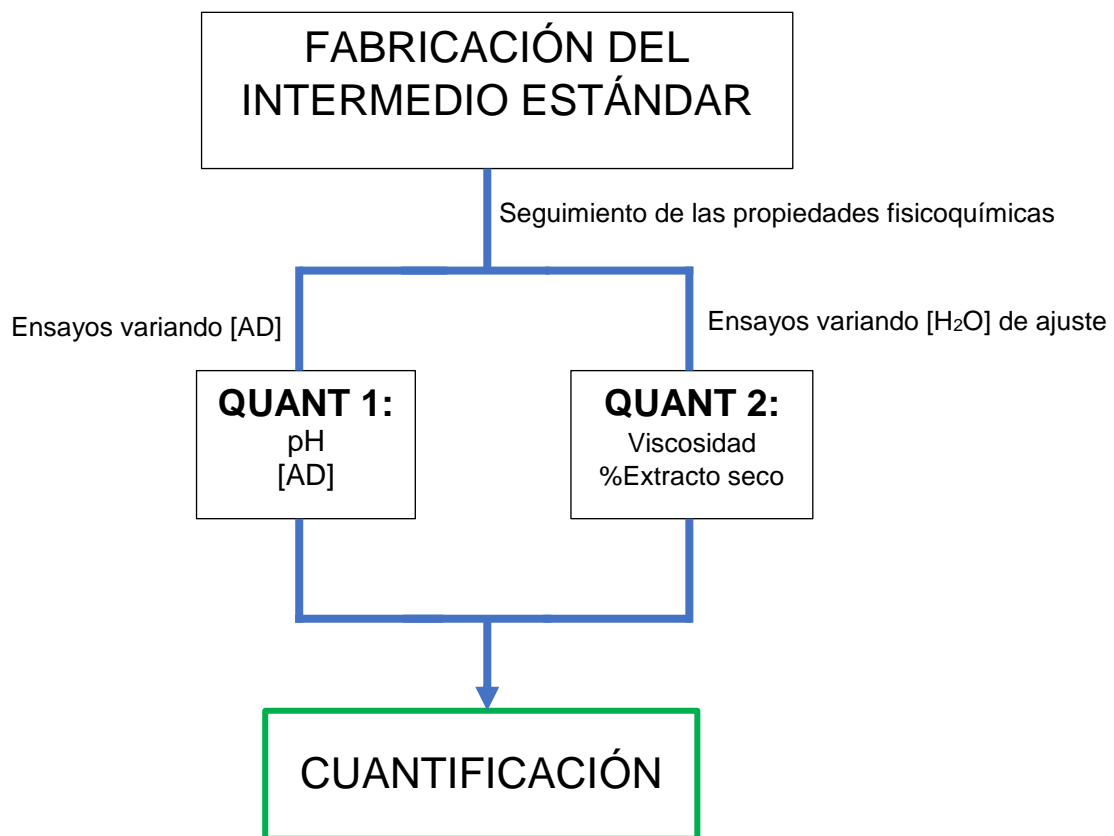
Tabla 1. Equipos analíticos utilizados en la cuantificación.

## 4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

Se han cuantificado cuatro intermedios y, para cada intermedio, se han realizado dos modelos de cuantificación. Esto es debido a que se quiere conocer con exactitud cómo van a afectar las distintas variables a las propiedades fisicoquímicas de los intermedios, además de esta forma se obtendrán unos resultados de cuantificación más precisos.

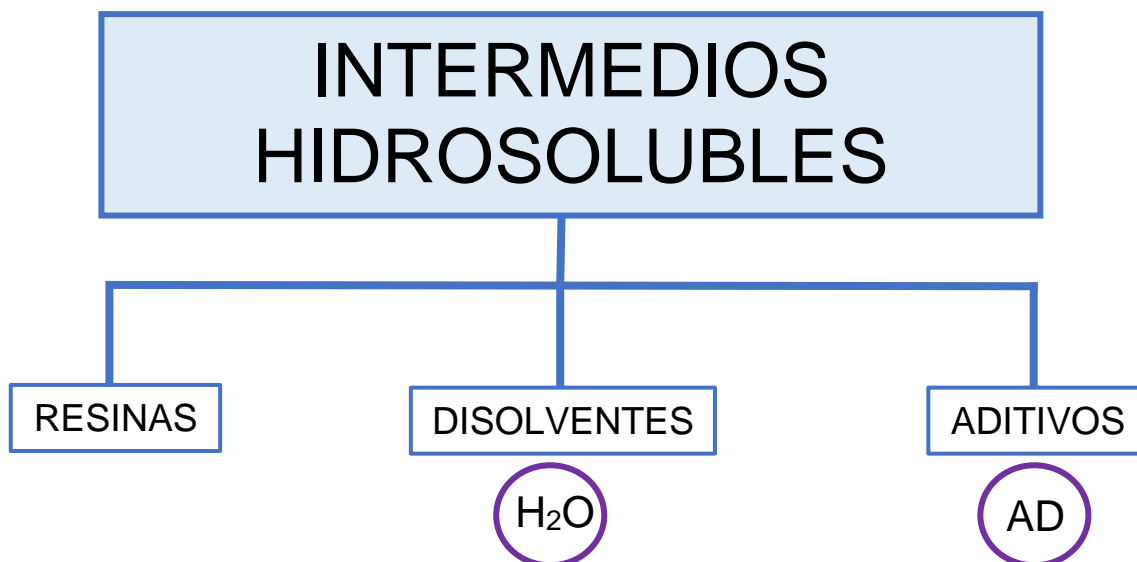
Los intermedios presentan dos variables principales que nos afectaran a la hora de obtener unas características de interés u otras. Estas variables son:

- La concentración de AD → aditivo para el ajuste del pH derivado de una amina.
- La concentración de agua de ajuste → agua adicionada a mayores de la fórmula del intermedio para reducir la viscosidad de este.



Esquema 4. Plan de trabajo para realizar la cuantificación mediante NIR.

Conociendo la composición de cada intermedio objeto de estudio, con su propia especificación, se quiere realizar su cuantificación para lograr un control de calidad más rápido reduciendo por tanto el tiempo de ciclo.



Esquema 5. Componentes empleados en la formación de los intermedios objeto de estudio.

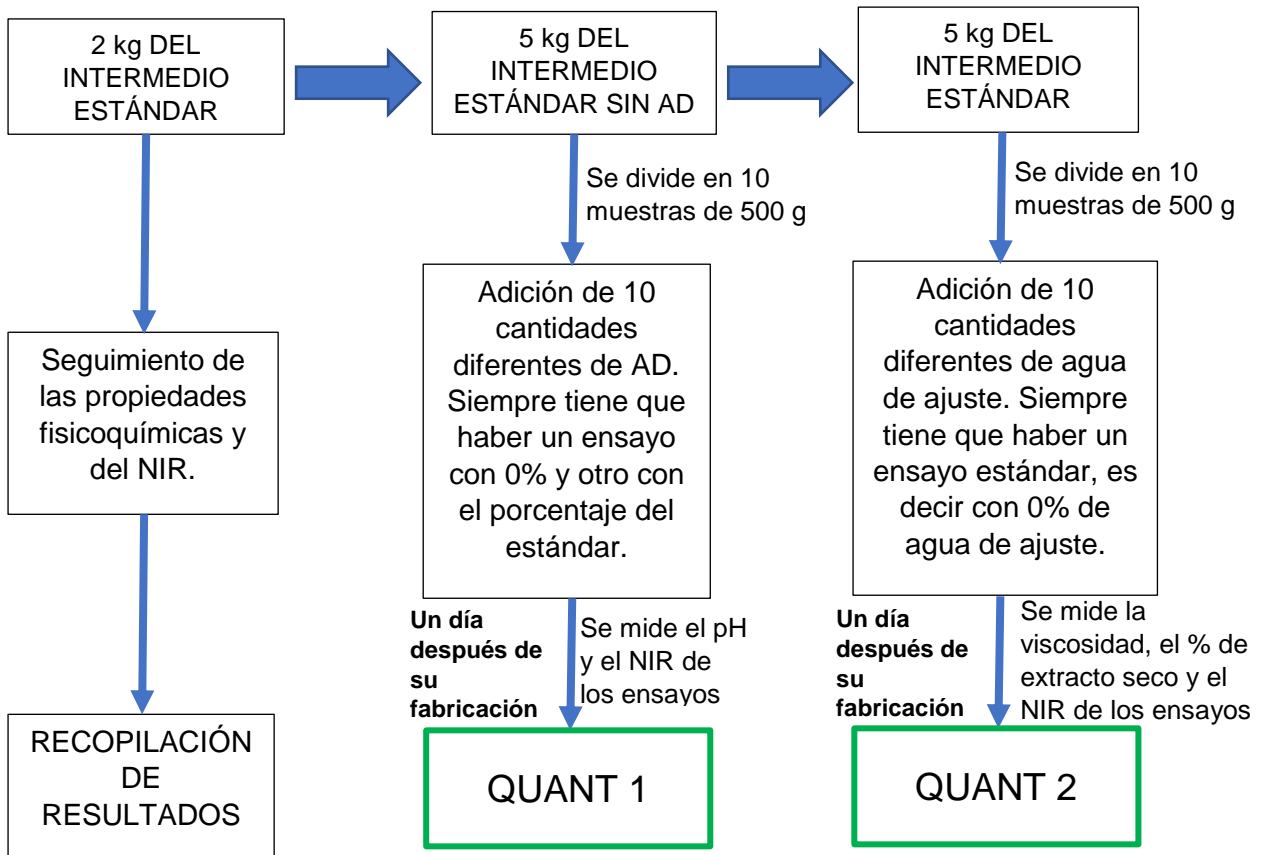
Por lo tanto, como se explicó anteriormente, se pretende realizar la cuantificación de los intermedios hidro mediante la variación del porcentaje de AD, **QUANT 1**, y la variación del porcentaje de agua de ajuste, **QUANT 2**, para lograr predecir con exactitud los valores de pH en el primer caso y viscosidad y % de extracto seco en el segundo modelo.

Con variaciones de AD lograremos predecir el pH creando una línea de calibrado mediante los espectros de distintos ensayos. Con variaciones de agua de ajuste se logrará predecir la viscosidad y el % de extracto seco creando líneas de calibrado con valores de dichas propiedades para distintos ensayos. A continuación, se describirá con más detalle la preparación de los ensayos para la cuantificación.

Se realizarán una serie de estudios generales para todos los intermedios, para conocer cómo afectan las materias primas a algunas de sus propiedades fisicoquímicas y detectar posibles factores críticos que afecten a la cuantificación:

1. Se realiza la medición del pH en continuo cada vez que se fabrica un nuevo intermedio, con esto se conseguirá conocer cómo influyen las materias primas en el pH.
2. El estudio de la fuerza de agitación en el control de la viscosidad se realizó a partir de una muestra estándar de los diferentes intermedios, sometida en primer lugar a una agitación suave, y midiendo la viscosidad en el reómetro, y posteriormente sometiéndola a una agitación agresiva, y de nuevo realizando la medida en el reómetro.
3. El estudio de la agitación en el NIR se realizó utilizando una muestra estándar de los diferentes intermedios. Primero se tomaba un vial con muestra sin agitar y posteriormente se agitaba la muestra de forma suave y se tomaba otro vial. Por último, se realizaba una agitación fuerte para tomar el último vial y poder diferenciar entre los espectros para comprobar si existían diferencias.

La metodología utilizada para la correcta cuantificación de los intermedios es la siguiente:



Esquema 6. Metodología general utilizada en la cuantificación de los intermedios hidro.

Cada intermedio presentaba unas concentraciones de AD diferentes y la concentración de agua de ajuste añadida dependía de si la viscosidad del estándar era muy superior al límite de especificación.

## 4.1. Intermedio 1:

Este fue el primer intermedio del cual se realizó la cuantificación y éste sirvió como base para la metodología de trabajo del resto.

Para dicho intermedio se realizó una primera cuantificación, con la cual se logró una predicción precisa del pH, pero no de la viscosidad. Esto fue debido a que la viscosidad evolucionaba en el tiempo. Además, se observó una formación de burbujas provocada por una agitación agresiva que provocaba errores en la medida de NIR y viscosidad. Por todo esto se decidió seguir el modelo de trabajo descrito en el **Esquema 6**.

Mediante el estándar fabricado se pudo observar que la viscosidad variaba de forma significativa en el primer día desde su fabricación. Además, utilizando una agitación suave no se observaban burbujas. Se realizó la cuantificación un día después de su fabricación gracias a los datos que se obtuvieron y que son presentados en el siguiente apartado.

Se realizó el modelo QUANT 1, mediante la fabricación de 10 ensayos variando la concentración de AD desde un primer ensayo sin adición de AD hasta un porcentaje elevado del mismo. Se realiza la medición del pH de estos ensayos.

Para realizar el modelo QUANT 2, se realizaron 10 ensayos con concentraciones de agua de ajuste desde un primer ensayo sin adición de agua hasta un exceso. Se realiza la medición de la viscosidad y el % de extracto seco de estos ensayos.

Con esto logramos obtener líneas de calibrado para las propiedades fisicoquímicas del intermedio y, por tanto, un modelo de cuantificación con unas primeras predicciones precisas para diferentes lotes de producción.

## 4.2. Intermedio 2:

Utilizando la metodología general, se realizó en primer lugar el estándar para seguir la evolución de las propiedades fisicoquímicas de este intermedio.

Se realizó el modelo QUANT 1 mediante la preparación de 10 ensayos donde se varió la concentración de AD desde un primer ensayo sin adición de AD hasta un porcentaje alto. Se realiza la medición de pH de todos los ensayos.

Siguiendo con el **Esquema 6**, se fabrican 10 ensayos variando la concentración de agua de ajuste, para la obtención del modelo QUANT 2, desde un primer ensayo sin adición de agua hasta un exceso. Se midieron la viscosidad y el % de extracto seco un día después de su fabricación.

Se logró una cuantificación precisa para diferentes lotes de producción.

### **4.3. Intermedio 3:**

Siguiendo la metodología general, se fabrica un estándar del intermedio para el seguimiento de la evolución de las propiedades fisicoquímicas.

Posteriormente se realiza el modelo QUANT 1, mediante la fabricación de 10 ensayos variando la concentración de AD desde un primer ensayo sin adición de AD hasta un porcentaje alto. Se realizó la medición del pH de todos los ensayos.

Para realizar el modelo QUANT 2, se fabrican 10 ensayos variando la concentración de agua de ajuste desde un primer ensayo sin adición de agua hasta un pequeño exceso. Se realizó la medición de la viscosidad y el % de extracto seco un día después de su fabricación.

No se pudo comprobar la cuantificación en este intermedio ya que no había lotes de producción fabricados, por lo que se probará posteriormente.

### **4.4. Intermedio 4:**

Se realizó el estándar de este intermedio, y se pudo comprobar como el pH obtenido era mucho menor que el rango de especificación inferior, por ello, se realizó una adición de AD elevada en comparación con el porcentaje estándar obteniendo un pH dentro de especificación, pero muy cercano al límite inferior, y una viscosidad muy alta en comparación con el límite superior, esto se podrá observar en el siguiente apartado de resultados.

Por ello, se realizó otro estándar, donde se añadió un exceso de AD el mismo día de su fabricación y se añadió un elevado porcentaje de agua de ajuste un día después de su fabricación para comprobar si con estas adiciones el pH y la viscosidad se encontraban dentro de los límites de especificación establecidos.

Por último, se fabricó un estándar con una adición alta de AD el mismo día de su fabricación y una adición de agua de ajuste elevado el mismo día de su fabricación y comprobar así las diferencias en la viscosidad con el intermedio anterior. Se logró un pH y una viscosidad dentro de límites.

No se logró la cuantificación de dicho intermedio por los inconvenientes anteriormente descritos. Estos valores de pH siguiendo la fórmula descrita pueden ser debido a que la fórmula es reciente y aún se encuentra en proceso de estudio.

## 5. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIONES:

Se presentarán los resultados obtenidos sobre los parámetros medidos en el seguimiento y cuantificación de los cuatro intermedios hidro de estudio.

En primer lugar, se estudió el *Intermedio 1*. Se realizaron dos primeros modelos de cuantificación mediante el procedimiento descrito en el apartado experimental. Se pudo obtener un primer modelo de cuantificación para el pH y la concentración de AD muy preciso para un lote de producción que utilizamos como patrón externo para la comprobación de la veracidad de nuestro modelo.

	RESULTADOS ANALÍTICOS	RESULTADOS QUANT 1
pH	8.5	8.4
[AD] (%)	1.0	0.9

Tabla 2. Primera aproximación del modelo QUANT 1.

Se puede observar cómo los resultados analíticos son muy similares a los predichos por el NIR QUANT 1. Esto no ocurrió en el modelo NIR QUANT 2, donde los valores de viscosidad predichos no coincidían con los resultados analíticos, obteniendo así una primera aproximación del modelo poco precisa. Esto fue debido a que la viscosidad evolucionaba a lo largo del tiempo, es decir, no tendría el mismo valor el mismo día de fabricación que pasados cinco días, por lo tanto, un modelo de cuantificación realizado con muestras de laboratorio fabricadas en el mismo día de su medición en el NIR no funcionaría con una muestra tomada 5 días después de su fabricación.

Debido a este factor, se decidió realizar un seguimiento de un estándar realizada en el laboratorio, y así:

- Conocer cómo va a ser la evolución de las diferentes características fisicoquímicas y cuándo se estabilizarán.
- Seguir la evolución de distintas muestras de producción, ya que los factores críticos no afectan igual en nave que en el laboratorio.
- Entender cómo afectan las materias primas al pH del intermedio y cómo es la evolución de este.
- Medir la viscosidad que le confieren al intermedio las diferentes materias primas, es decir, conocer cómo afectará a la viscosidad cada materia prima utilizada.
- Estudiar la influencia de la agitación en el intermedio, ya que se pudo observar cómo al realizar una agitación agresiva se producía la formación de burbujas que podría afectar a la medición en el NIR y en la viscosidad.

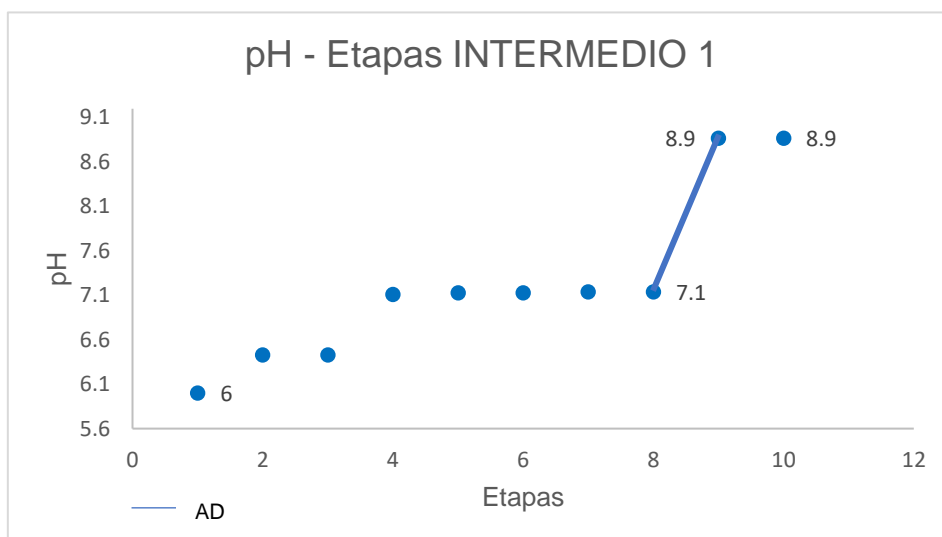
## 5.1. Estudios del pH:

Se realizaron dos estudios para cada intermedio relacionados con el pH y su variación en el tiempo y en el proceso de fabricación.

En primer lugar, un estudio sobre la influencia de las diferentes materias primas utilizadas en el proceso de fabricación de cada uno de los intermedios hidro, para ello se realizó la medición del pH en continuo durante el proceso de fabricación del intermedio. Se pretendía conocer que materias primas variaban el pH, como lo variaban, es decir si llevando el pH del intermedio a pH ácido o básico, y en qué medida provocaban dicha variación, es decir, cuanto influían.

Un segundo estudio donde se realizó la medición del pH durante varios días, conociendo así, si el pH se encontraría dentro de los límites de especificación establecidos, si se producirá una variación a lo largo del tiempo y, en caso de producirse, como sería dicha variación.

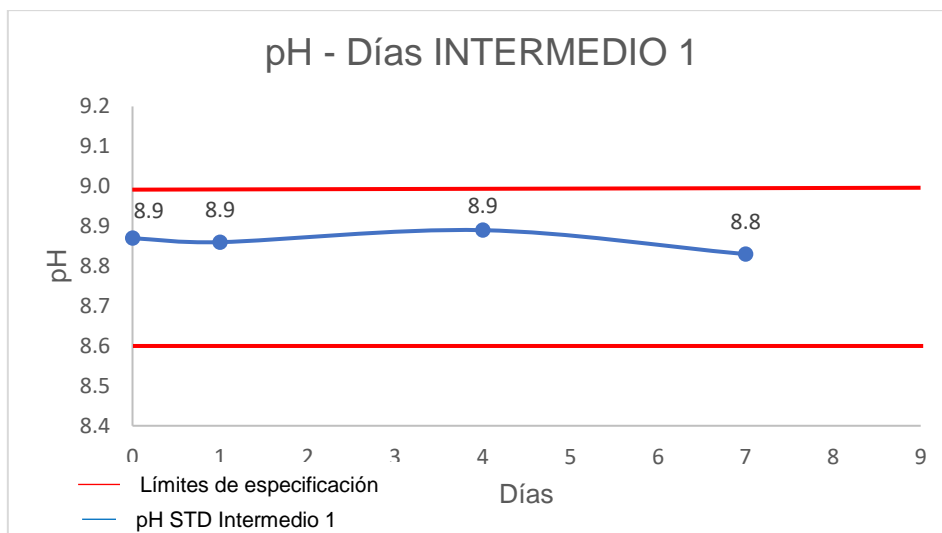
### 5.1.1. Intermedio 1:



Gráfica 1. Valores de pH entre las distintas etapas de fabricación del *Intermedio 1*.

El AD es la materia prima que presenta mayor influencia en el pH del *Intermedio 1*. En la primera adición de la fabricación del intermedio el pH es un poco ácido, debido al uso de un látex ácido. El mayor aumento en el pH es debido al AD ya que es un derivado de la amina, por lo que era de esperar ya que las aminas actúan como bases de Brønsted-Lowry, además de como nucleófilo, provocando un aumento en el valor de pH del intermedio y por lo tanto llevándolo a pH básico.

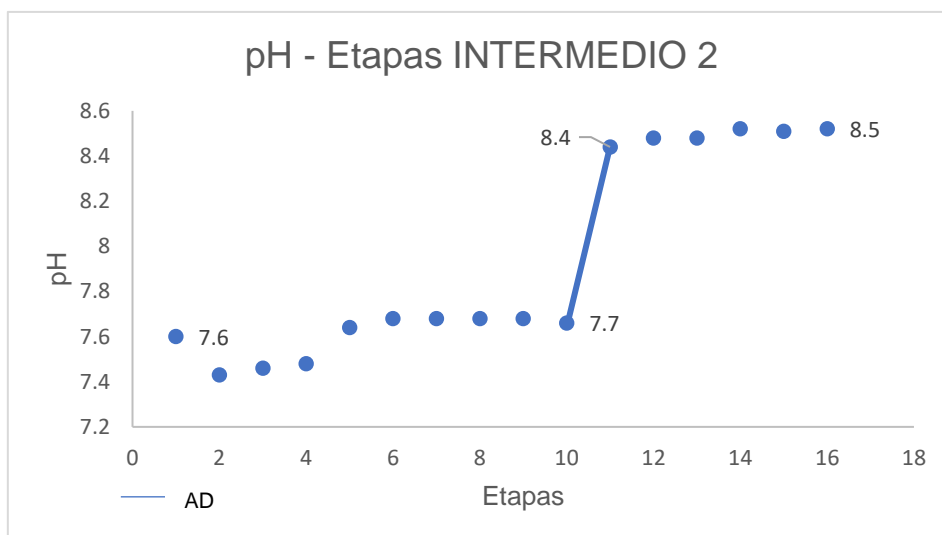




Gráfica 2. Evolución del pH del *Intermedio 1* a lo largo del tiempo.

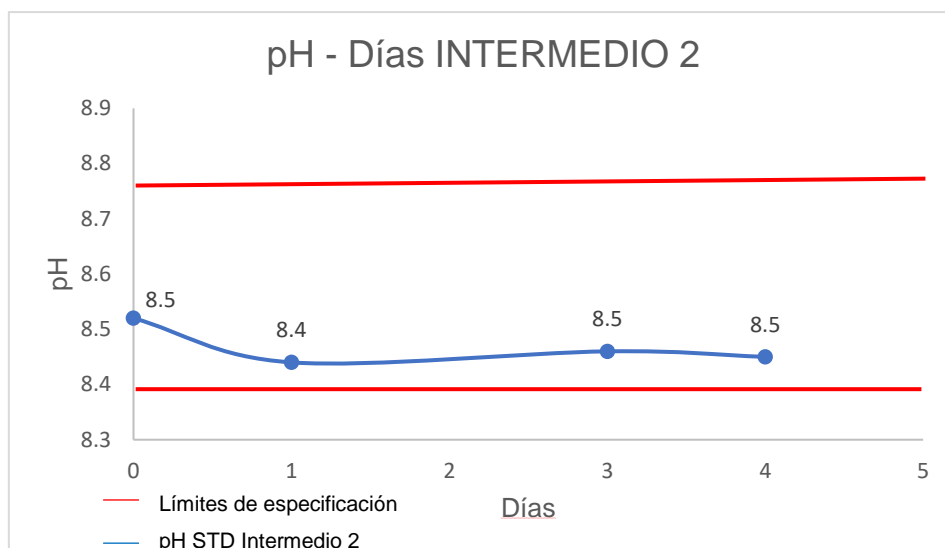
El pH del *Intermedio 1* no sufría variaciones a lo largo del tiempo, se encontraba en todo momento dentro de los rangos de especificación establecidos, por lo tanto, se dio por finalizado el estudio del pH en el *Intermedio 1*, concluyendo que AD es la materia prima más influyente en el pH de este intermedio, y que el pH está estable y dentro de límites.

### 5.1.2. Intermedio 2:



Gráfica 3. Valores de pH entre las distintas etapas de fabricación del *Intermedio 2*.

La influencia en el pH del *Intermedio 2* también es debida al AD, en este caso el pH aumenta en menor medida que en el anterior, esto es debido a que la concentración de AD es menor que para el *Intermedio 1*.

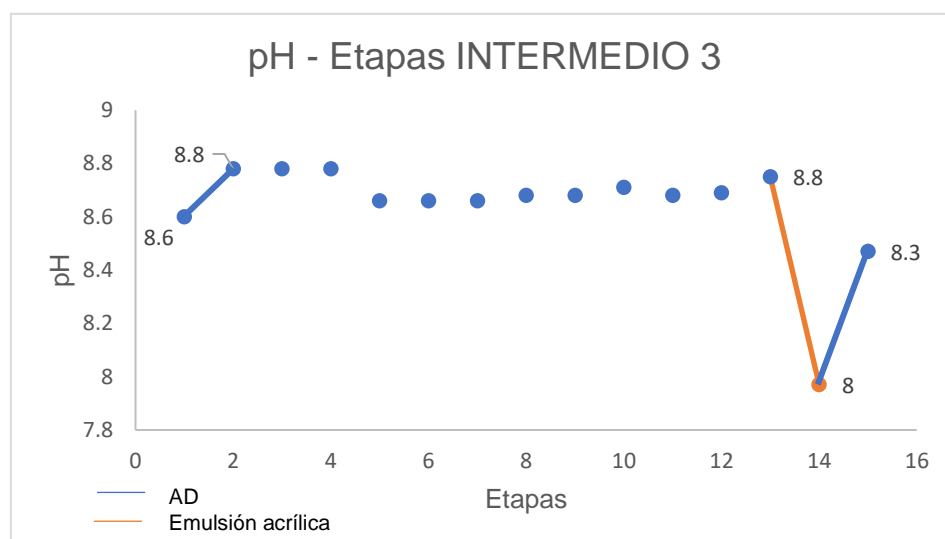


Gráfica 4. Evolución del pH del *Intermedio 2* a lo largo del tiempo.

No se produce una variación significativa del pH del *Intermedio 2* a lo largo del tiempo, y los valores de pH se encuentran en todo momento dentro de las especificaciones descritas para este intermedio. Cabe destacar, que el pH se encuentra muy cerca del límite inferior y que por lo tanto lo más aconsejable sería aumentarlo mediante una pequeña adición de AD.

Por lo tanto, el pH del *Intermedio 2* se ve influenciado, la igual que el *Intermedio 1*, en mayor medida por el AD. Su pH es estable y está dentro de los límites de especificación.

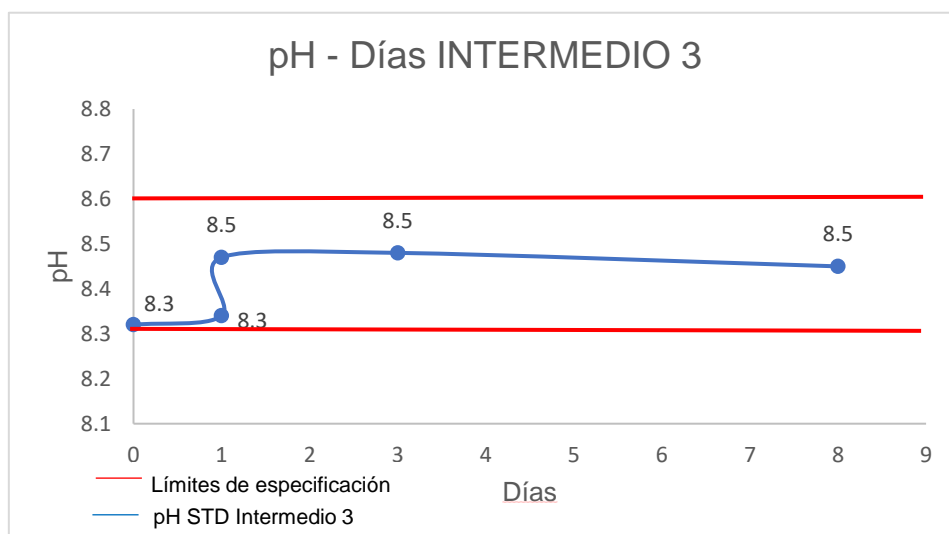
### 5.1.3. Intermedio 3:



Gráfica 5. Valores de pH entre las distintas etapas de fabricación del *Intermedio 3*.

Se puede observar como las dos materias primas que influyen en el pH del *Intermedio 3* son el aditivo derivado de amina, como en el caso de los anteriores, llevando el intermedio a pH básico, y una emulsión acrílica, que afecta al pH del intermedio

acidificándolo. Por ello, se realiza la última etapa de adición del aditivo, ya que si no el pH no se encontraría dentro de los límites de especificación establecidos (8.3 - 8.6).

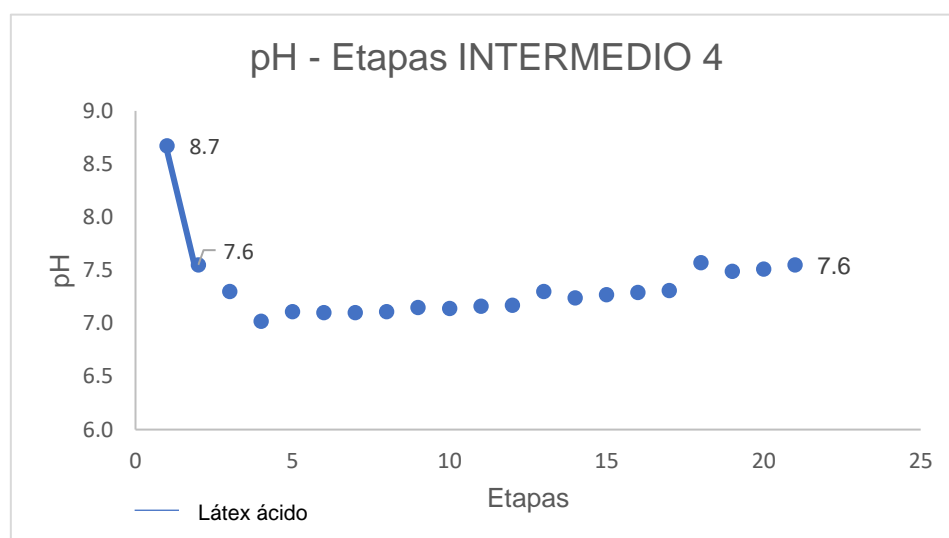


Gráfica 6. Evolución del pH del *Intermedio 3* a lo largo del tiempo.

El pH del *Intermedio 3* estaría dentro de los rangos de especificación, pero debido a que estaba muy cerca del límite inferior, se decidió añadir un pequeño porcentaje de aditivo derivado de la amina, llevando al intermedio a pH más básico y, por lo tanto, menos cerca de los límites de especificación. Como se puede comprobar en la **Gráfica 6**, el pH no varía a lo largo del tiempo, es decir, es estable.

Por tanto, en el *Intermedio 3*, presenta una materia prima, una emulsión acrílica capaz de acidificarlo, y sería recomendable la adición de un pequeño porcentaje de AD para obtener un valor de pH lejos del límite inferior.

#### 5.1.4. Intermedio 4:

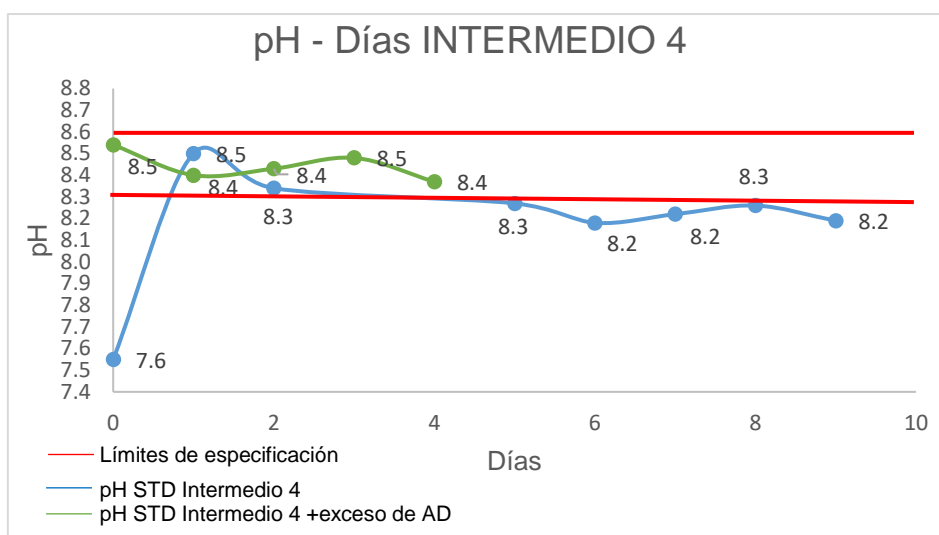


Gráfica 7. Valores de pH entre las distintas etapas de fabricación del *Intermedio 4*.

En primer lugar, el *Intermedio 4* presenta un valor de pH al finalizar su fabricación muy inferior a las especificaciones establecidas (límites de especificación 8.3 - 8.6), es decir, se encuentra fuera de rango y posiblemente se necesite una adición de aditivo derivado de la amina, a no ser que se produjera una evolución de pH al día siguiente.

Este valor de pH es debido a la adición inicial de un látex acrílico ácido, que presenta un pH de 6 y por lo tanto, debido a que la proporción entre la materia prima inicial de pH 8.7 y el látex acrílico es similar, el pH posterior a la adición de dicho látex es neutro. Además, se produce la adición de un porcentaje muy pequeño del aditivo derivado de la amina, pero no es suficiente para influir de forma significativa en el pH del intermedio.

Por lo tanto, como se observará a continuación, es necesaria la adición de un gran porcentaje de AD para lograr obtener los valores de pH dentro de los límites de especificación establecidos.



**Gráfica 8. Evolución del pH del *Intermedio 4* a lo largo del tiempo.**

El pH del *Intermedio 4* no se encontraba dentro de los límites de especificación después de la última etapa de su fabricación, pasadas 24h tampoco se encontraba dentro de los límites y por ello, se adicionó el aditivo derivado de la amina midiéndose el pH de manera continua a la adición.

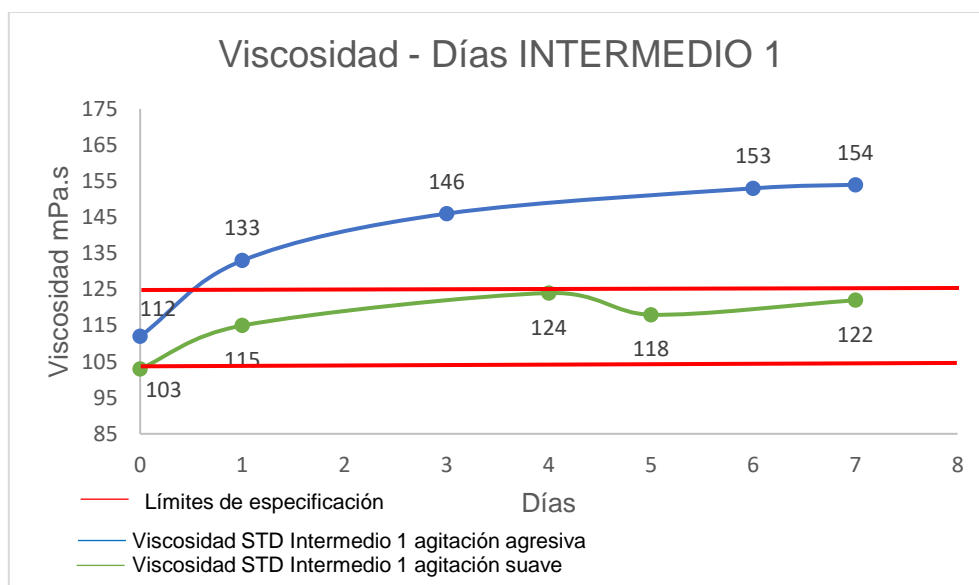
Se realizó una adición mayor de AD al utilizado en fórmula obteniendo un pH de aproximadamente 8.5, pero posteriormente disminuyó hasta 8.3 – 8.2. Las adiciones posteriores en las fabricaciones de otros estándares serán de un porcentaje mayor para poder tener un pH más alejado de los límites de cuantificación. Para ello, se realizaron dos adiciones con exceso de aditivo. Con estas dos últimas adiciones el pH estaría dentro de los rangos de especificación y se mantiene estable en el tiempo.

## 5.2. Estudios de la viscosidad:

Para conocer los valores de la viscosidad y su evolución a lo largo del tiempo en los intermedios a estudiar y poder lograr así una cuantificación correcta de éstos, se realizaron diferentes estudios.

Como hemos mencionado anteriormente, se comenzó el proyecto con el *Intermedio 1*, el cual asentó las bases del plan de trabajo a seguir. Se realizó un estudio de la evolución de la viscosidad con el tiempo, se quería conocer cuál sería el valor de la viscosidad, es decir, si estaría dentro de los límites de especificación establecidos. Cómo variaría dicha viscosidad, es decir, si aumentaría o disminuiría y en qué medida, y cuándo se produciría su estabilización. Además, como se observará posteriormente, se realizaron dos estudios relacionados con la agitación cómo factor crítico, tanto en el proceso de fabricación de los intermedios, como en la homogenización previa al control de la viscosidad, esto fue debido a la observación de la formación de burbujas.

### 5.2.1. Intermedio 1:



Gráfica 9. Evolución de la viscosidad del *intermedio 1* a lo largo del tiempo.

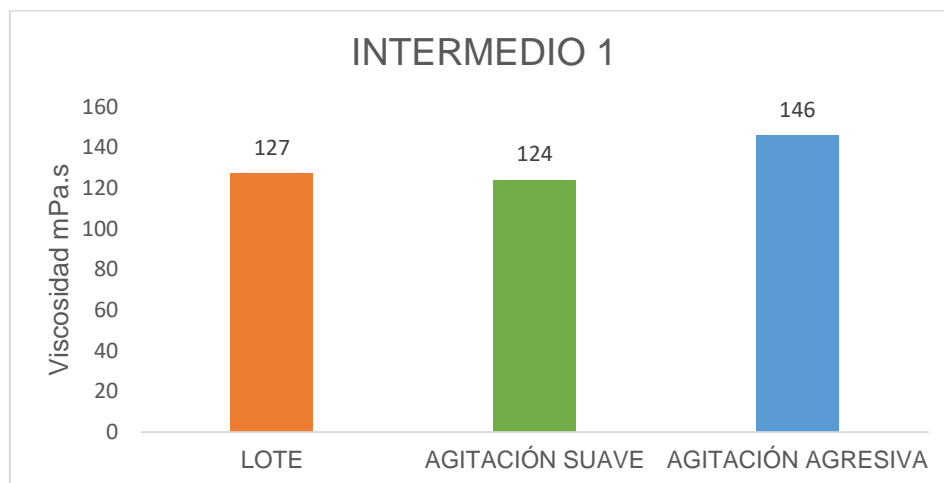
Podemos observar como la viscosidad del *Intermedio 1* incrementa en mayor medida durante las primeras 24h y que después de esas 24h de su fabricación, la viscosidad no presenta cambios significativos. Por lo que el intermedio tarda 24h en estabilizarse, esto podría ser debido a las interacciones que se puedan producir entre el derivado de la amina utilizada para el pH y los disolventes orgánicos que se utilizan en una de las etapas de fabricación.

En este caso, se realizó un seguimiento a un estándar fabricado con una agitación más suave, ya que se pudo observar la formación de burbujas en el intermedio, debido a la introducción de aire al agitar, que podrían interferir con las medidas.

Como se sospechaba, el resultado fue una menor viscosidad para el estándar fabricado con una agitación más suave. Esto lo podemos comprobar en la **Gráfico 9**. Luego, la

formación de burbujas en el *Intermedio 1* influía en el reómetro y su medida reológica, dando lugar a valores de viscosidad más altos.

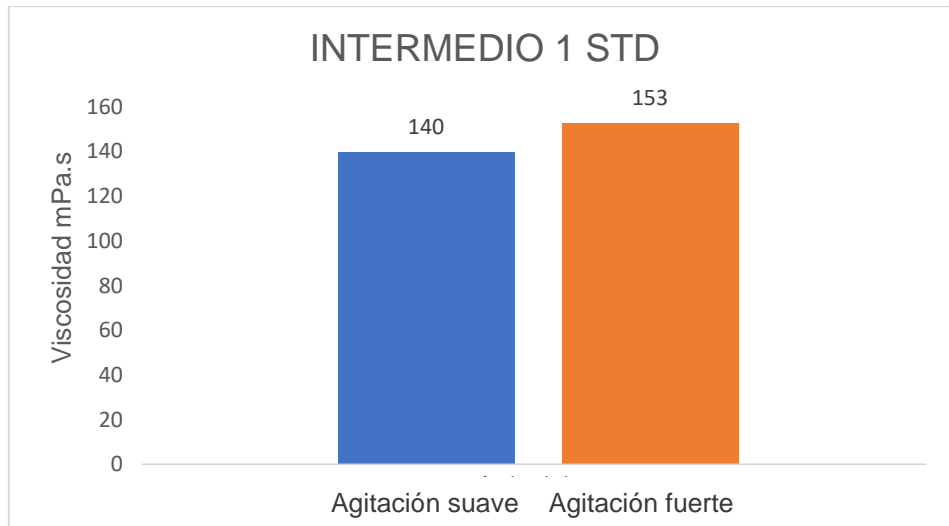
Se realizó la medición de la viscosidad del *Intermedio 1* en lotes de producción fabricados anteriormente en la planta, para poder compararlos con los estándares fabricados en el laboratorio, es decir con el estándar fabricado con agitación más agresiva y con el fabricado con agitación más suave. De esta manera observaríamos la influencia de la agitación en producción.



**Gráfica 10. Comparación de la viscosidad del *intermedio 1* entre lote de producción y estándares de laboratorio.**

Se puede observar cómo la viscosidad es igual en lote de producción que en el estándar fabricado con agitación más suave, y estos dos menores que el estándar con agitación más agresiva. Esto puede ser debido a que, en los tanques de agitación, aunque la agitación es más agresiva, no se produce la entrada de aire y por lo tanto la formación de burbujas es menor que en el laboratorio. En este caso la agitación durante el proceso de fabricación es un factor crítico para tener en cuenta, ya que nos podría llevar a errores en el control de calidad.

Debido a la observación de burbujas en la fabricación inicial del *Intermedio 1* cuando se realizaba una agitación agresiva, se decidió realizar un estudio a todos los intermedios sobre la agitación en la homogenización previa a la medición de la viscosidad, con esto se pretende conocer como deberá ser la agitación de homogenización, es decir, si se debería estandarizar el proceso de manera estricta.

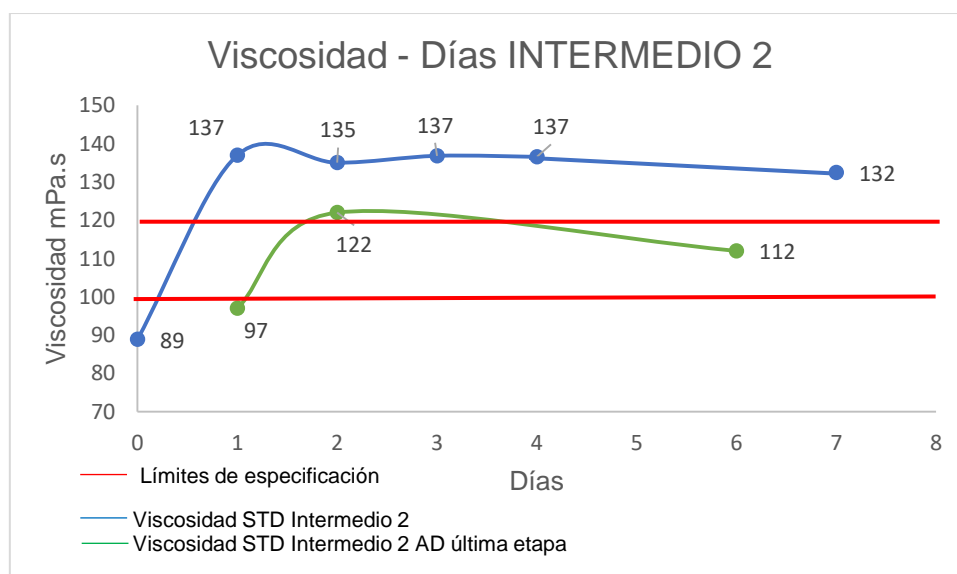


**Gráfica 11. Comparativa entre realizar el control de viscosidad en el *Intermedio 1* con agitación más suave o agresiva para una misma muestra.**

La viscosidad en el *Intermedio 1* es menor cuando la agitación es suave, esto es debido a que las burbujas formadas con una agitación agresiva provocan una interferencia con el aparato de medida de la reología, obteniendo así un valor erróneo. Por lo que se deberá estandarizar de manera estricta el control de la medida de viscosidad en el *Intermedio 1*, ya que, en caso contrario, se podrían obtener valores erróneos en la viscosidad que provocarían adiciones de agua innecesarias y debido al exceso de agua, formación de pinholes.

### 5.2.2. Intermedio 2:

Partiendo de las bases establecidas por los resultados obtenidos con el *Intermedio 1*, se realizarán estudios similares para observar cómo se comporta el *Intermedio 2*.



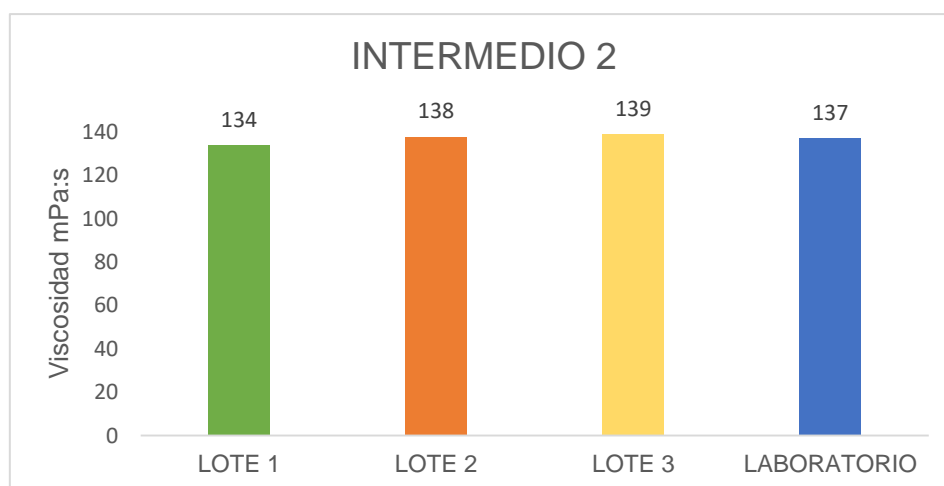
**Gráfica 12. Evolución de la viscosidad del *intermedio 2* a lo largo del tiempo.**

La viscosidad del *Intermedio 2* para el estándar no estaría dentro de especificaciones, aunque los valores no están muy alejados del límite superior, como se puede comprobar en la **Gráfica 12**. Por el contrario, el intermedio donde se añadió el aditivo derivado de la amina en el último paso de la fabricación, sí que estaría dentro de los límites de especificación establecidos.

En los dos casos, la viscosidad presenta una variación en las primeras 24-48h desde su fabricación, y posteriormente no se observan variaciones significativas. Luego la viscosidad evoluciona de manera similar al *Intermedio 1* presentado anteriormente.

No se realizó un estudio comparativo mediante muestras con diferente agitación en su fabricación debido a que no se observó la formación de burbujas en el proceso de fabricación.

Se realizó la medición de la viscosidad de los intermedios en lotes de producción fabricados anteriormente en la planta, para poder compararlos con el estándar fabricado en el laboratorio.

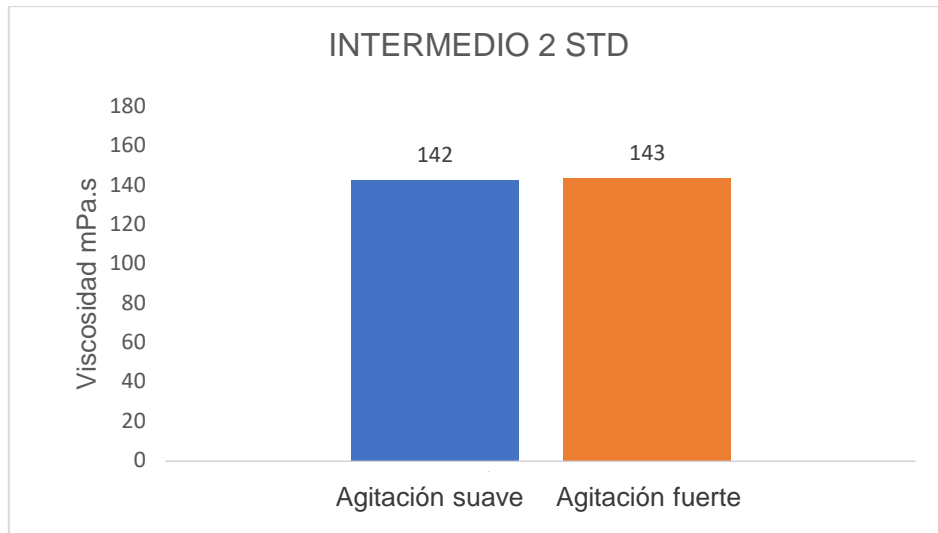


**Gráfica 13. Comparación de la viscosidad del *intermedio 2* entre lotes de producción y estándar de laboratorio.**

Las viscosidades para todas las muestras son iguales, luego cabe esperar que los factores críticos que aparecen al realizar la fabricación del intermedio en el laboratorio y, por tanto, al realizar su posterior medida de viscosidad, influyan de la misma manera en producción. En este intermedio, la agitación en el proceso de fabricación del intermedio no será un factor crítico.

Se realizó el estudio de la agitación en el control de la viscosidad, para observar si en este caso podría darnos lugar a valores diferentes.



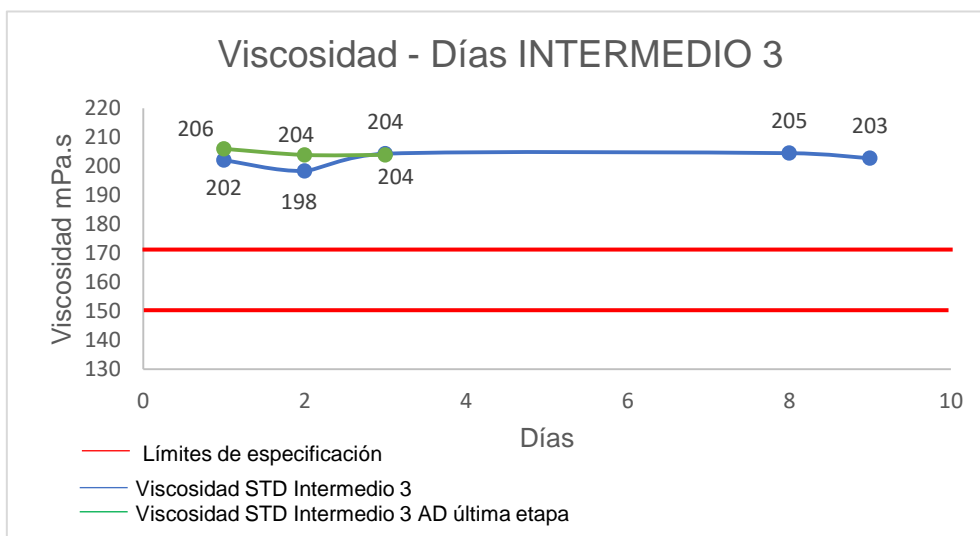


Gráfica 14. Comparativa entre realizar el control de viscosidad en el *Intermedio 2* con agitación más suave o agresiva para una misma muestra.

Como cabía esperar, ya que no se observó la formación de burbujas, los valores de viscosidad en el *Intermedio 2* entre una agitación suave y una agresiva en su control son iguales. Por ello, en el caso de este intermedio, no será necesario realizar una estandarización tan estricta a la hora de realizar la homogenización del intermedio anterior previa a la medición de su reología.

### 5.2.3. Intermedio 3:

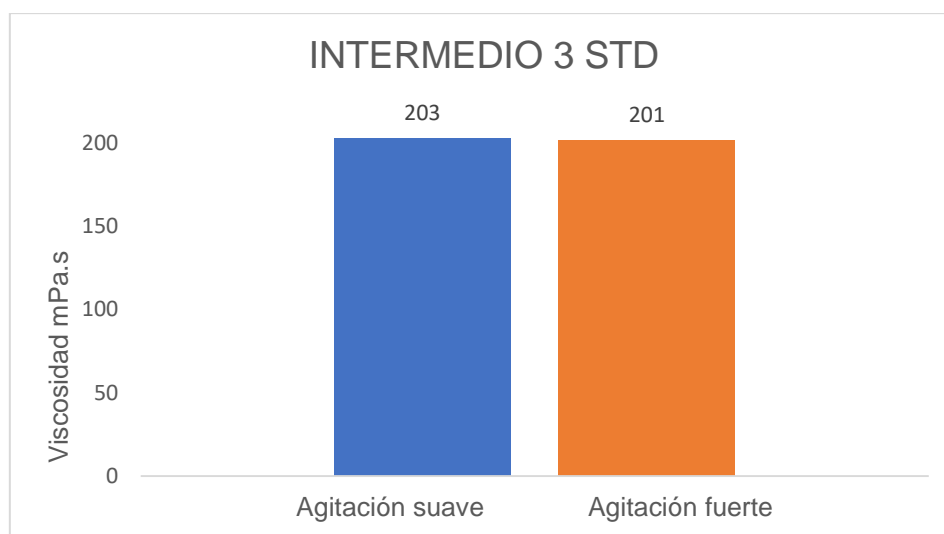
Realizamos de nuevo el seguimiento de la viscosidad del intermedio objeto de estudio con la intención de conocer su evolución.



Gráfica 15. Evolución de la viscosidad del *intermedio 3* a lo largo del tiempo.

Los valores de viscosidad para el *Intermedio 3* no varían de forma significativa después de 24h a su fabricación, al igual que en los demás intermedios. En este caso, el intermedio presenta una viscosidad muy superior a los límites de especificación establecidos, como se puede comprobar en la **Gráfica 15**, siendo una diferencia de entre 30-40 puntos entre la viscosidad del intermedio estándar y su límite superior de especificación. No se observaban burbujas o espumas en el intermedio que pudieran estar interfiriendo con el aparato de medición. Es recomendable una adición de agua como etapa final a su fabricación, para conseguir así que la viscosidad del intermedio este dentro de los rangos establecidos.

Se realizó el estudio de la fuerza de agitación en la homogenización previa a la medición de la viscosidad de la muestra estándar del *Intermedio 3*.

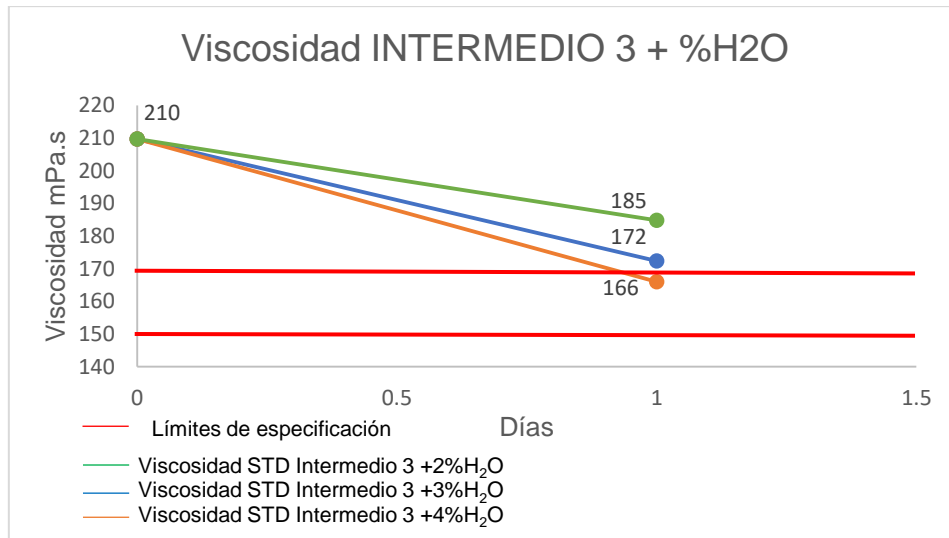


**Gráfica 16. Comparativa entre realizar el control de viscosidad en el *Intermedio 3* con agitación más suave o agresiva para una misma muestra.**

Se puede comprobar como el *Intermedio 3* no presenta diferencias en la viscosidad con la agitación, es decir, la viscosidad o los valores de viscosidad no cambiarán utilizando una agitación más suave o agresiva en el control de la muestra.

Por lo tanto, el *Intermedio 3* tampoco presentaría el factor crítico agitación para controlar su viscosidad. Era lo esperado debido a que no se observó la formación de espuma o burbujas en el intermedio.

Se realizó un estudio con el porcentaje de agua que se deberá añadir a los intermedios que presentaron valores de viscosidad muy superiores a los límites de especificación establecidos, para lograr que esta estuviera dentro de especificación. El *Intermedio 3* presenta valores superiores a 30-40 puntos de viscosidad por encima de su límite superior de especificación.

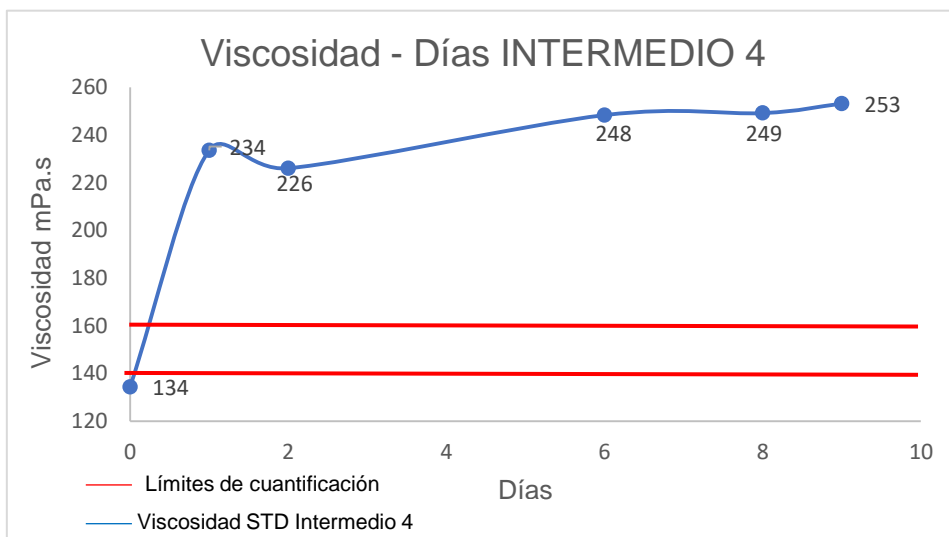


Gráfica 17. Comparación entre viscosidades con y sin adición de agua en el *Intermedio 3*.

Se puede observar como la adición mínima de agua al *Intermedio 3* para que la viscosidad esté dentro de los límites de especificación es del 4%, aun así, sería recomendable la adición de mayor cantidad de agua, entorno al 5%, para que la viscosidad no quede tan cerca del límite superior establecido para el *Intermedio 3*.

#### 5.2.4. Intermedio 4:

Se realiza de nuevo el seguimiento del *Intermedio 4*, ya que es importante conocer su comportamiento a lo largo del tiempo.

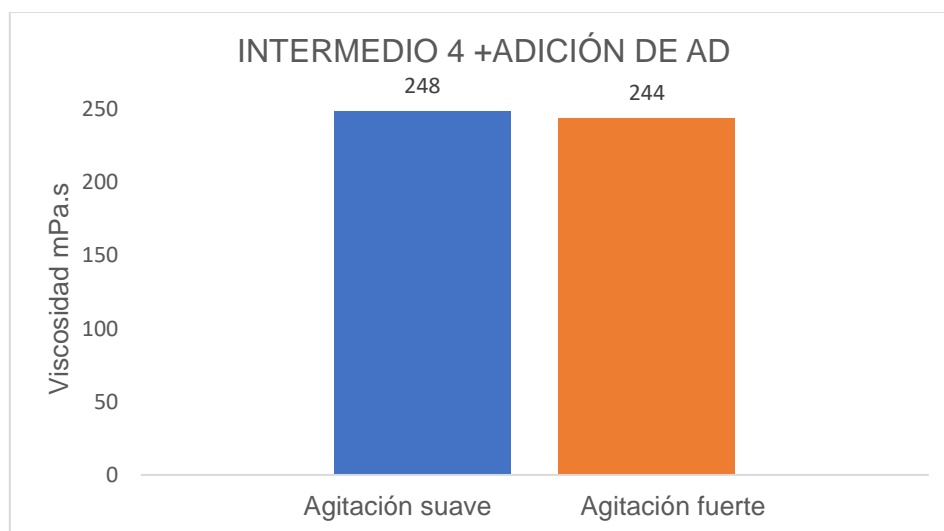


Gráfica 18. Evolución de la viscosidad del *intermedio 4* a lo largo del tiempo.

La muestra del *intermedio 4* estándar sin adición de AD presentaría valores de viscosidad muy cercanas al límite de especificación, pero debida a la adición de AD para

ajustar el pH, se produce una subida en la viscosidad, obteniendo valores más altos con respecto al límite superior de especificación establecido, por lo que se necesitará una adición de agua con la adición de AD para poder obtener valores de viscosidad dentro de los límites de especificación. La viscosidad es estable y no presenta variaciones significativas.

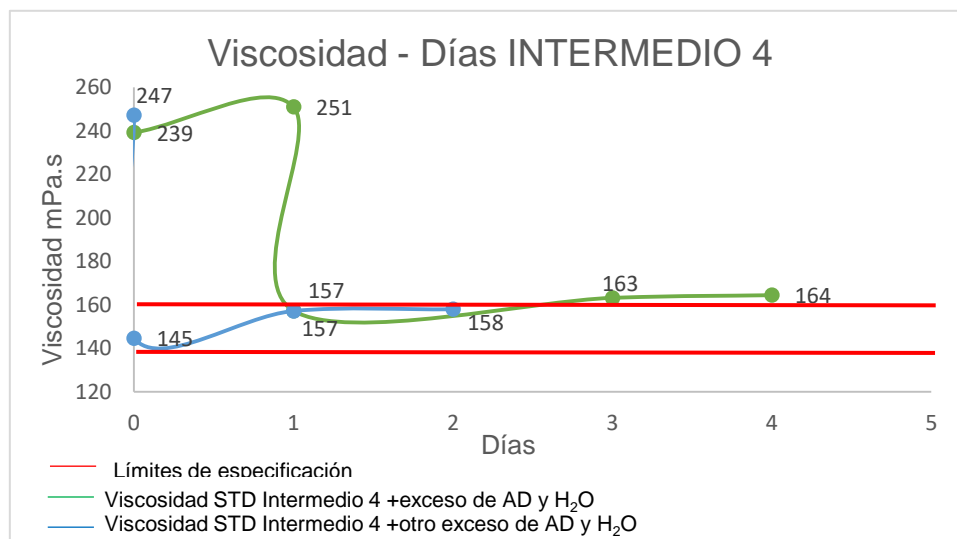
Se realizó el estudio de la fuerza de agitación para el control de la viscosidad mediante reología, comparando una misma muestra con dos agitaciones distintas de homogenización, se obtuvieron los siguientes resultados.



**Gráfica 19. Comparativa entre realizar el control de viscosidad en el *Intermedio 4* con agitación más suave o agresiva para una misma muestra.**

Se pudo comprobar como los valores de viscosidad del *Intermedio 4* al utilizar diferentes agitaciones en el control de la viscosidad no influían en la medida de esta, por lo que la agitación en el control de la viscosidad no será un factor crítico de medida. Esto era de esperar, ya que no se observó la formación de espumas.

Se realizó un estudio sobre la adición de agua necesaria para obtener los valores de viscosidad dentro de los límites de especificación, ya que al realizar la adición de AD, los valores de viscosidad aparecen mucho más altos que el límite de especificación superior.



**Gráfica 20. Comparación entre viscosidades con y sin adición de agua en el *Intermedio 4*.**

Se fabricó un segundo estándar del *Intermedio 4* donde se realizó la adición de agua el día siguiente a su fabricación, ya que se quería conocer cómo evolucionará la viscosidad el día después a la adición de AD (primer estándar con adición de gran exceso de AD). Se añadió un % de agua de ajuste alto y se lograron valores de viscosidad muy cercanos a los rangos de especificación, prácticamente dentro. La viscosidad no evolucionó después de dicha adición de agua.

En el tercer y último estándar fabricado del *Intermedio 4* (segundo estándar con adición de gran exceso de AD), se añadió un % de agua de ajuste igual al anterior estándar, el mismo día a su fabricación, se logró una viscosidad dentro de especificación cercana al límite inferior. Pasadas 24h se produjo un aumento significativo de la viscosidad con valores cercanos al rango superior de especificación. Después de 24h no se produjeron cambios significativos en la viscosidad.

Luego la adición de AD y de agua de ajuste en el *Intermedio 4*, provocan que el pH y la viscosidad se encuentren dentro de los límites de especificación.

Con los diferentes estudios realizados y los resultados obtenidos se tomaría como finalizado el estudio de la viscosidad y de los diferentes factores críticos posibles para los distintos intermedios hidro a cuantificar.

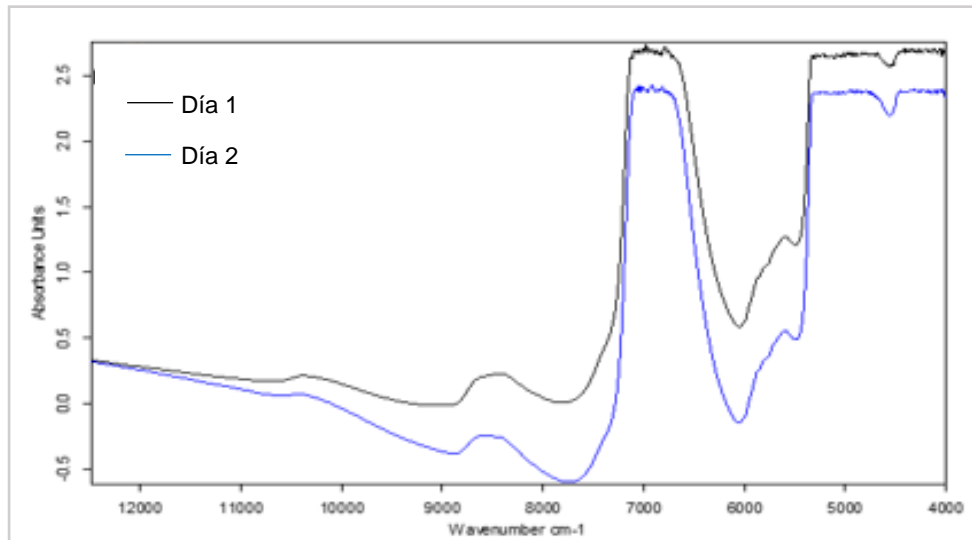
### 5.3. Estudios mediante espectroscopía NIR:

La cuantificación de los intermedios se realizó mediante espectroscopia de Infrarrojo cercano (NIR). A partir de ensayos con distintas concentraciones de las variables AD y ajuste de agua se obtendrán dos modelos de cuantificación para la predicción de las diferentes propiedades fisicoquímicas de los intermedios, pH, Viscosidad y % de extracto seco.

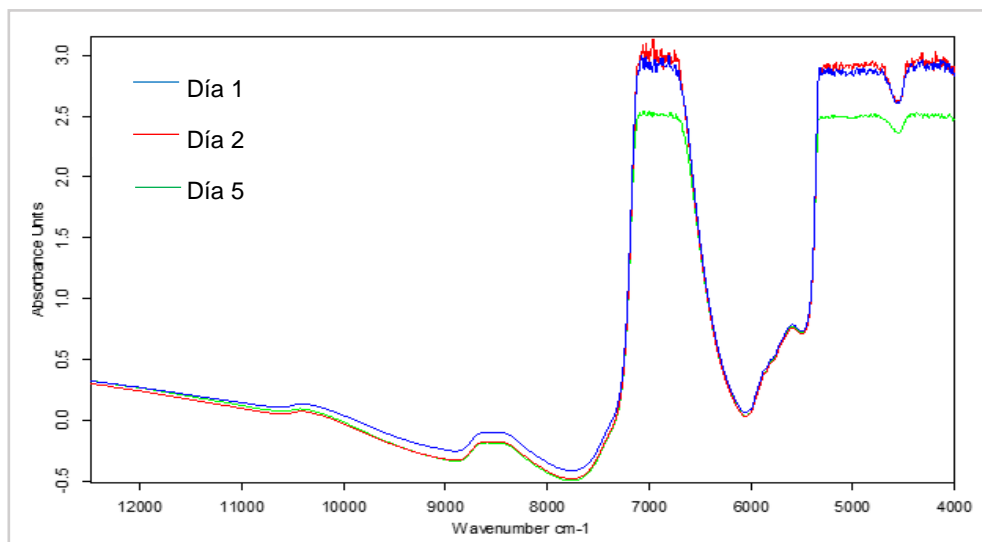
Mediante la realización de los siguientes estudios se pretende conocer cómo será el espectro de NIR, la evolución del espectro NIR en el tiempo y cómo afectarán los factores críticos encontrados en el espectro de los diferentes intermedios.

### 5.3.1. Intermedio 1:

Se realizó, como para las propiedades anteriores, un estudio sobre la evolución del espectro NIR a lo largo del tiempo. En el caso del *Intermedio 1*, debido a la formación de burbujas con la agitación, se realizaron dos seguimientos. Una muestra con una agitación más agresiva en el proceso de fabricación y otra con una agitación más suave.



Espectro 1. Espectro NIR del *Intermedio 1* variando el día de medición con agitación agresiva.



Espectro 2. Espectro NIR del *Intermedio 1* variando el día de medición con agitación suave.

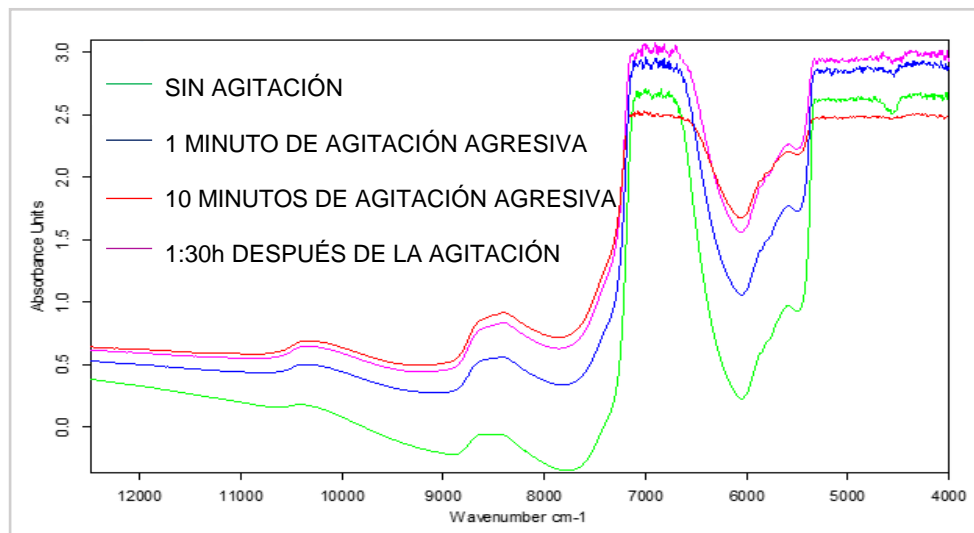
En el primer espectro donde realizamos una agitación agresiva en la fabricación podemos observar que:

1. Se produce una variación en el espectro de NIR en la medida del mismo día de su fabricación (espectro negro) comparado con la medida de un día después de su fabricación (espectro azul).

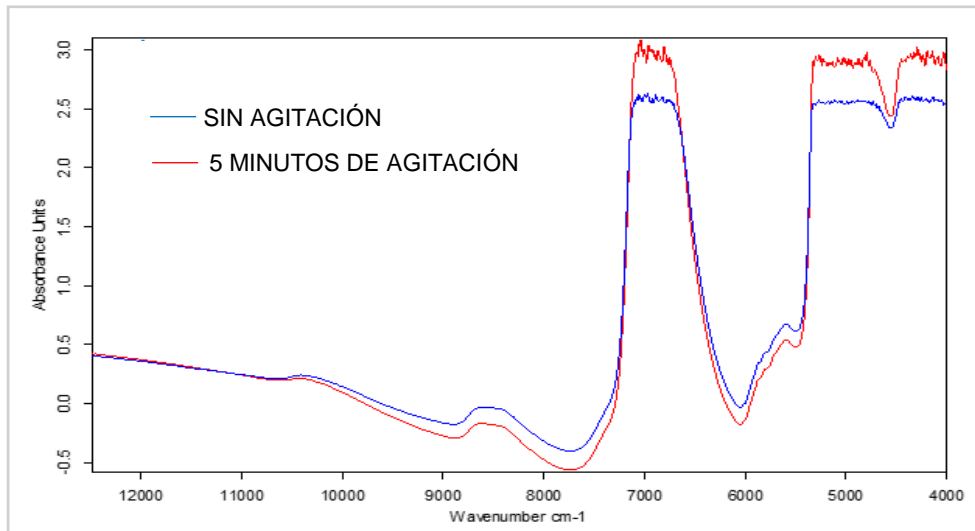
2. Se produce una disminución en la línea base. Pudiendo ser debido a que la muestra en el momento inicial está recién fabricada con una agitación formando vórtice y donde se ha generado espumas. Por el contrario, pasado un día la muestra estaría reposada, apareciendo menor cantidad de burbujas y por ello, se produce una bajada en la línea base. Este comportamiento es típico en los látex, se debe fabricar el producto con mucho cuidado para no generar burbujas en el proceso de fabricación.

En cambio, en el segundo espectro se puede observar como la variación que se produce es mucho menor, es decir, se produce una menor disminución de la línea base. Este hecho es debido a las burbujas que se han formado en la agitación agresiva que interfieren con las medidas NIR, en cambio, con una agitación suave no aparecen dichas burbujas y por tanto no interfieren en la medida.

Un factor crítico que se encontró en resultados anteriores principalmente en el *Intermedio 1*, ha sido la agitación previa al control de calidad. En el caso del NIR, cabe esperar que la agitación sea importante, ya que la muestra tomada deberá ser lo más homogénea posible. Por ello, se realizó un estudio sobre la influencia de la agitación en el NIR para los diferentes intermedios de estudio.



**Espectro 3. Espectro NIR del *Intermedio 1* variando el tiempo de agitación agresiva.**



**Espectro 4. Espectro NIR comparativo del *Intermedio 1* entre una muestra sin agitar y agitada de forma suave.**

Como se puede comprobar en el primer espectro del *Intermedio 1* en el espectro se produce una subida en la línea base por lo que, a mayor tiempo de agitación, con una agitación agresiva, se produce una mayor subida en la línea base. Esto es debido a que a mayor tiempo de agitación fuerte se produce una mayor introducción de aire en la muestra y, por lo tanto, una mayor formación de burbujas.

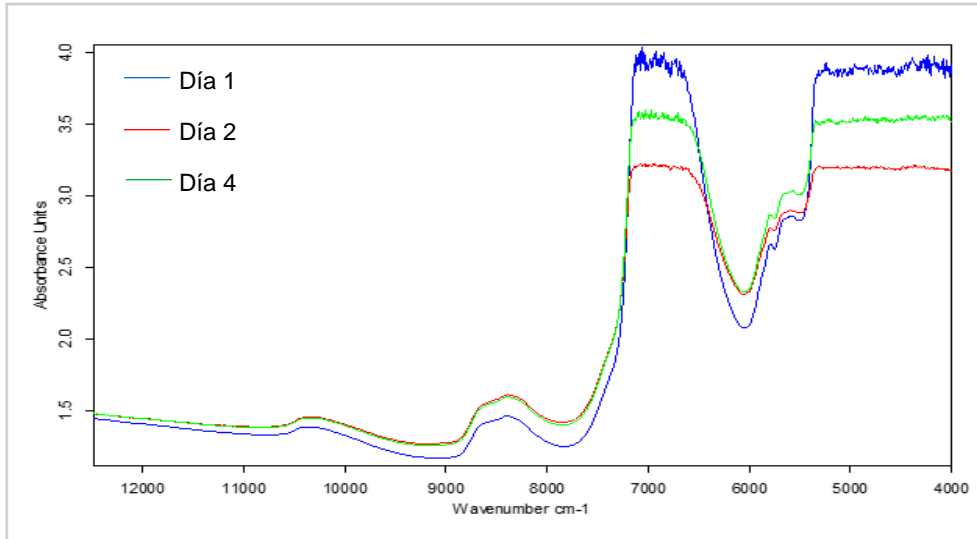
En el segundo espectro del *Intermedio 1* se puede observar como la línea base baja en el espectro cuando se realiza una agitación suave durante 5 minutos para su homogenización en comparación con la muestra sin agitación, y por lo tanto también es menor en comparación con una agitación fuerte en su control. Esto puede ser debido a que una agitación suave provoca la desgasificación de la muestra y por lo tanto una menor interferencia de las burbujas en la medida del NIR.

Luego se deberá realizar la correcta estandarización de control de calidad de la muestra para lograr que la agitación no afecte a las medidas y nos proporcionen resultados erróneos.



### 5.3.2. Intermedio 2:

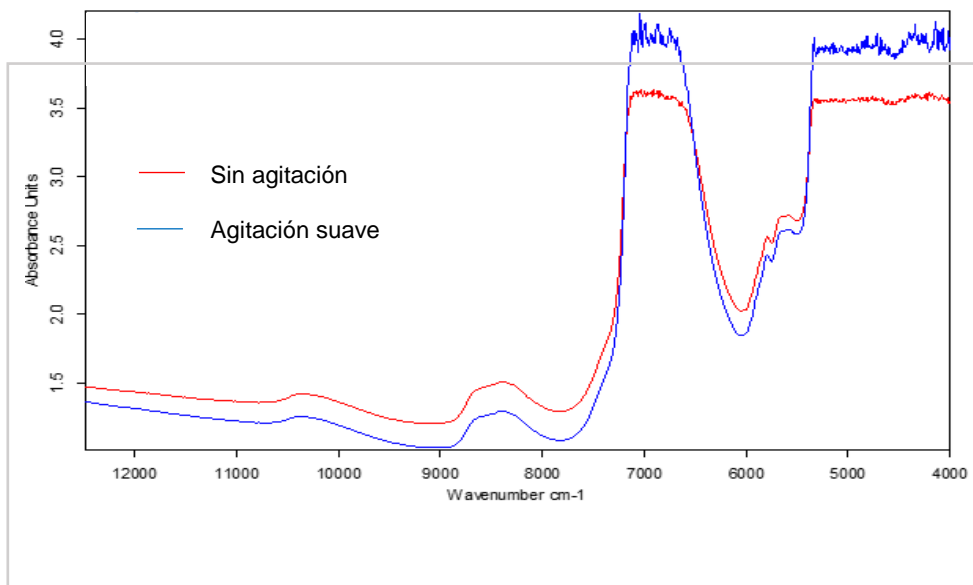
Se realiza el seguimiento de la muestra a lo largo del tiempo para conocer si se producirá una variación en la línea base.



Espectro 5. Espectro NIR del *Intermedio 2* variando el día de medición.

Cada espectro representa un día diferente de medición de la misma muestra. Se puede comprobar como la variación que se produce en la línea base del *Intermedio 2* es muy pequeña, de manera que se podría decir que no se observa variación de ésta con el paso del tiempo. La mayor variación se produce en el primer día.

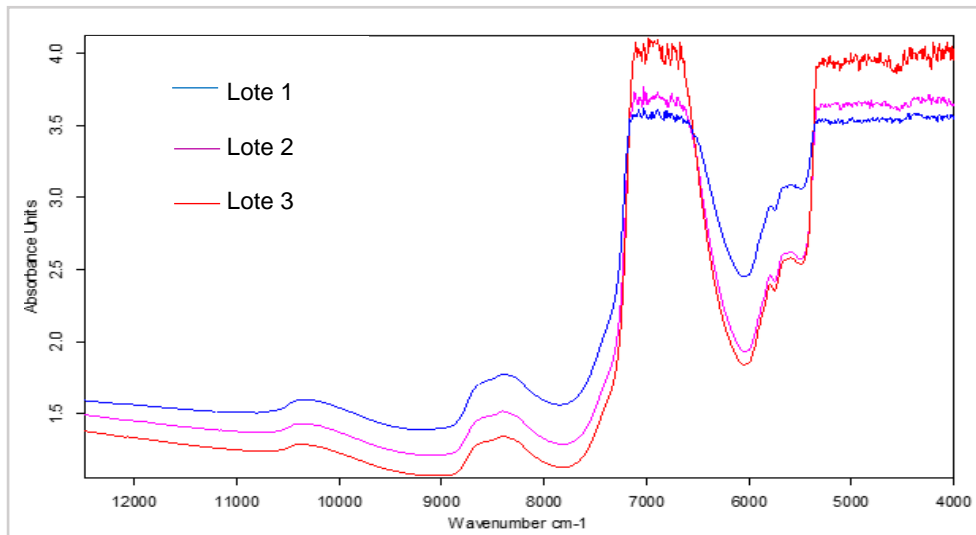
Se realizó el estudio de la agitación previa al control mediante NIR para conocer si dicho factor influiría en la medición y así tener que estandarizar el proceso de control de calidad.



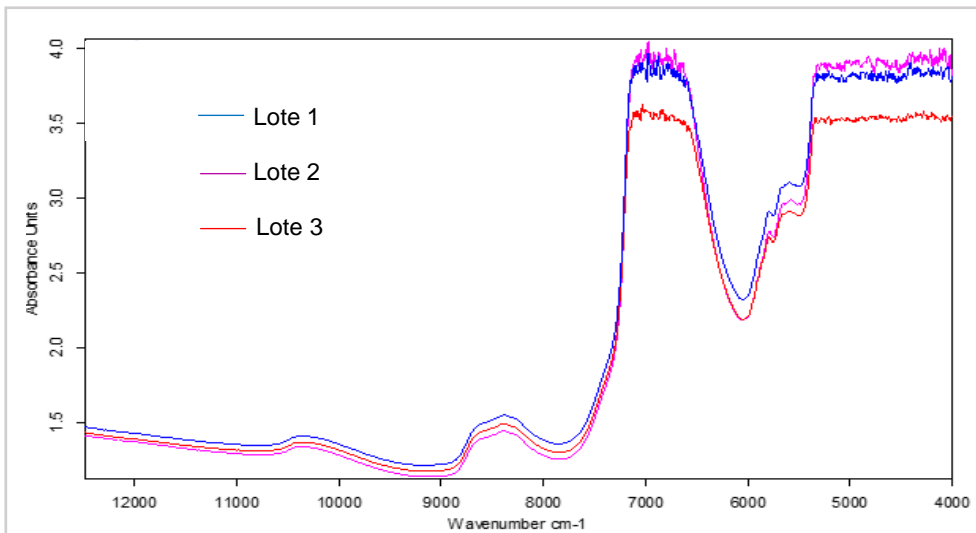
Espectro 6. Espectro NIR comparativo del *intermedio 2* entre una muestra sin agitar y agitada de forma suave.

Se puede observar como la agitación influye más, en la medida del NIR del *Intermedio 2*, en el estándar del intermedio pasado un día desde su fabricación, produciéndose una disminución en la línea base y por lo tanto en la absorbancia. Sin embargo, después de varios días casi no se apreciaba variación al realizar la agitación.

En este intermedio se realizó también un estudio de la agitación con los lotes de producción para conocer si se comportarán de la misma manera, obteniendo los siguientes resultados.



**Espectro 7. Espectro del NIR comparativo del *Intermedio 2* entre muestras de distintos lotes sin agitar.**



**Espectro 8. Espectro del NIR comparativo del *Intermedio 2* entre muestras de distintos lotes después de agitar.**

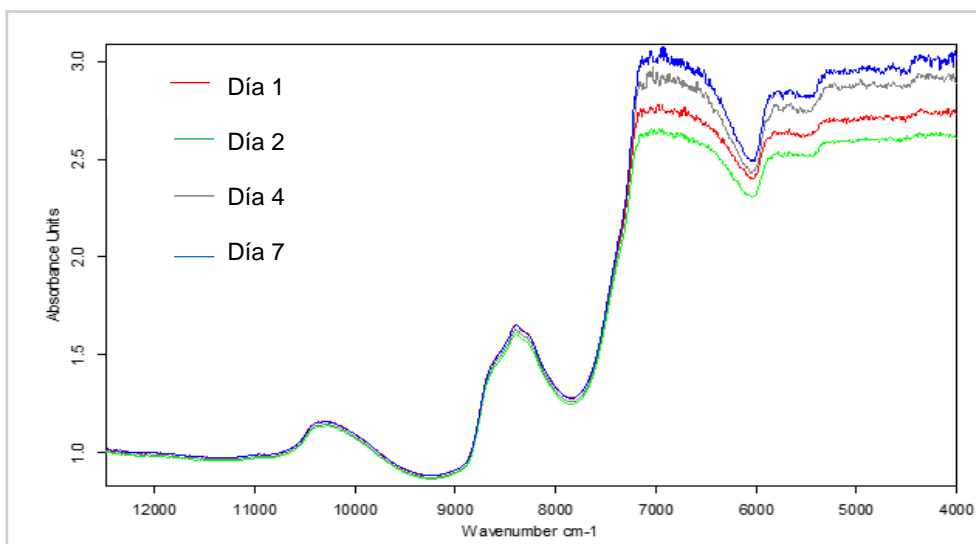
Al realizar la medición del NIR de los lotes de producción del *Intermedio 2* agitando y sin agitar, se puede observar como para dos lotes de producción con una fecha de

fabricación más antigua, la línea base aumenta, es decir se produce una mayor absorción, y como para un lote de fabricación más reciente la línea base disminuye.

Comparando los espectros de los tres lotes de fabricación antes y después de agitar se puede observar como las líneas base se juntan. Era de esperar que los tres lotes presentaran una línea base similar, ya que tienen las mismas composiciones, y por lo tanto deberán absorber igual a las distintas longitudes de onda. Esto puede ser debido a una falta de homogenización en la muestra. Se puede producir una sedimentación de los componentes más densos del intermedio.

### 5.3.3. Intermedio 3:

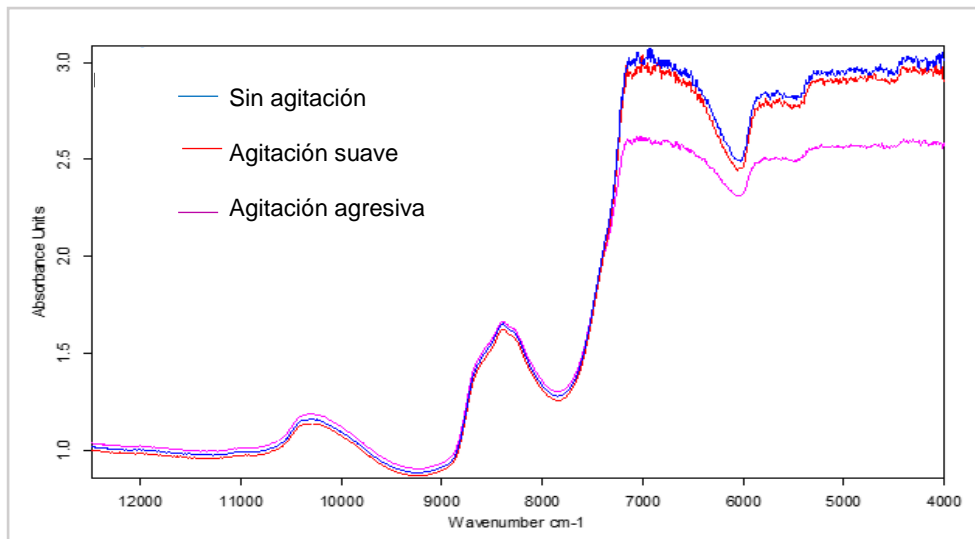
Al igual que en el resto de los intermedios se realiza el estudio de seguimiento de evolución del espectro NIR a lo largo del tiempo.



**Espectro 9. Espectro NIR del *intermedio 3* variando el día de medición.**

La línea base del *Intermedio 3* no presenta ninguna evolución a lo largo del tiempo, se realizó la misma agitación en todos los casos. El intermedio estándar absorbe igual a lo largo del tiempo en las zonas de interés de cuantificación de este intermedio.

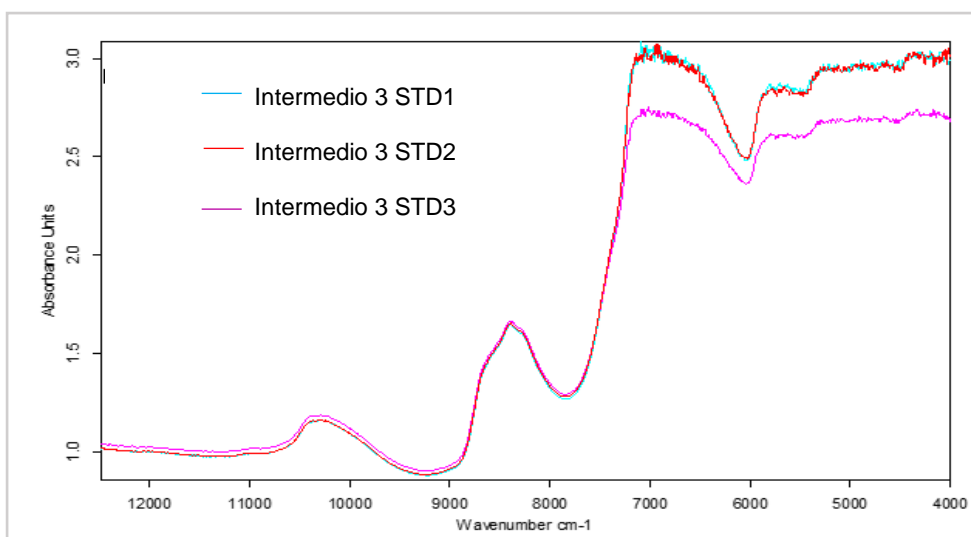
Se realizó el estudio sobre el control de agitación para conocer cómo se deberá realizar la preparación de la muestra cuando lleguen lotes de producción que analizar.



**Espectro 10. Espectro NIR comparativo del *intermedio 3* entre una muestra sin agitar, agitación agresiva y agitada suave.**

No hay diferencias significativas entre realizar la homogenización previa a la medición del NIR del *Intermedio 3*. Las líneas base son muy similares. Aun así, se deberá estandarizar el proceso de agitación de control mediante NIR.

Se comparó los espectros de tres muestras distintas del intermedio con la misma composición, es decir, tres estándares. Este estudio se realizó para conocer si el comportamiento del intermedio es reproducible en el NIR y encontrar otros factores críticos, ya que la agitación para fabricar cada uno no fue idéntica.



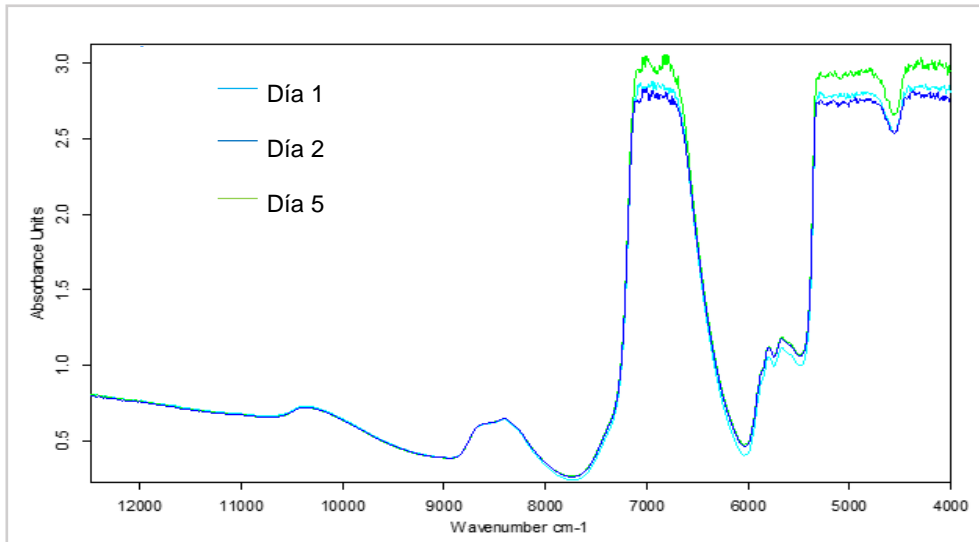
**Espectro 11. Espectro comparativo de tres muestras del *Intermedio 3* con la misma composición.**

Los resultados del *Intermedio 3* son reproducibles en el NIR, ya que presenta el mismo espectro para distintas muestras con la misma composición. Se descarta la agitación

como factor crítico, ya que los espectros son iguales habiendo utilizado distintas agitaciones para su fabricación.

#### 5.3.4. Intermedio 4:

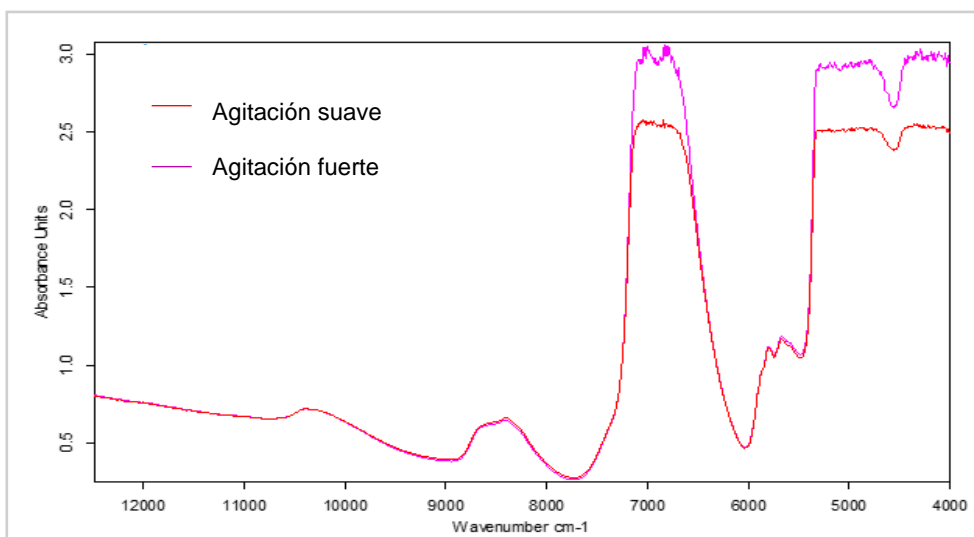
Se realiza el seguimiento de un estándar del Intermedio 4 en el NIR.



Espectro 12. Espectro NIR del *intermedio 4* variando el día de medición.

Cada línea base representa una medida del *Intermedio 4*, es decir un día diferente para una misma muestra. Se puede observar cómo no se produce una variación significativa en las absorbancias de las zonas de interés, por lo tanto, no se produce una evolución.

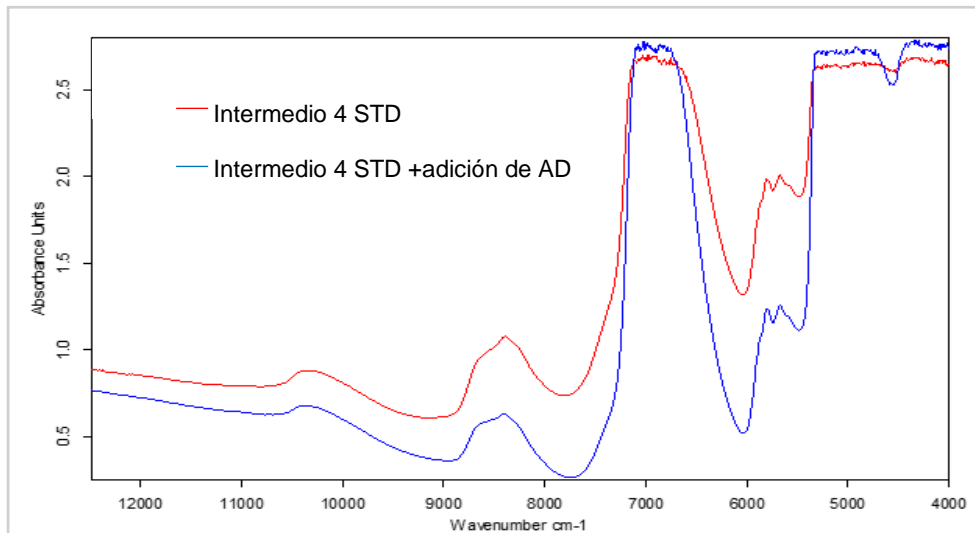
Se realiza, al igual que en los intermedios anteriores, el estudio sobre cómo influirá la agitación en el control mediante NIR.



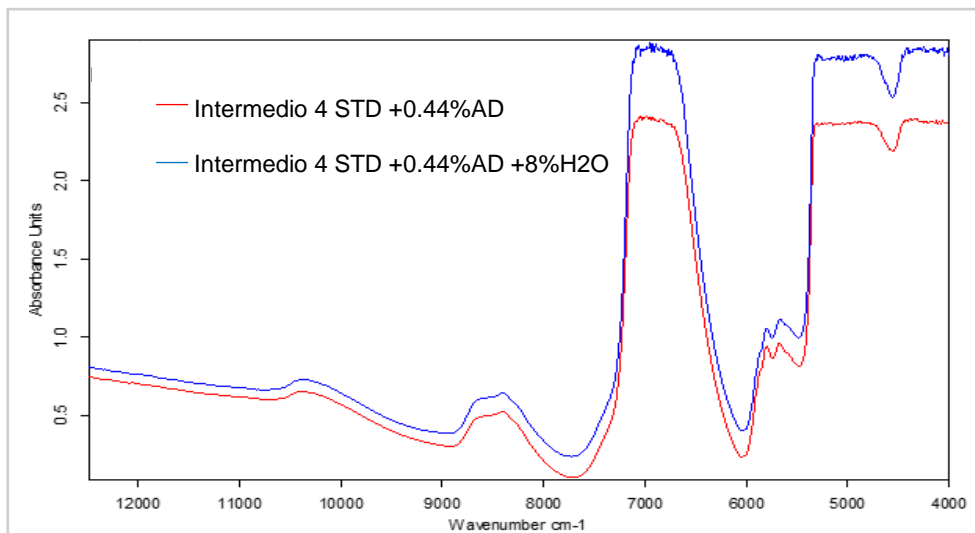
Espectro 13. Espectro de NIR comparativo en un mismo estándar del *Intermedio 4* con agitaciones distintas.

Se puede observar cómo no se produce variación con la agitación previa a la medida del NIR, por lo tanto, la agitación anterior a la medida del NIR no sería un factor crítico en este intermedio.

Además, se realizaron dos estudios sobre la influencia del AD y del agua en el espectro de NIR, ya que se necesitarán realizar adiciones tanto de AD como de agua en la fórmula, por ello, se quiere conocer si disminuirá la absorbancia o aumentará con cada una de estas adiciones.



**Espectro 14. Espectro de NIR comparativo del *Intermedio 4* entre dos muestras con distinta concentración de AD.**



**Espectro 15. Espectro de NIR comparativo del *Intermedio 4* entre dos muestras con distinta concentración de agua.**

Se pudo comprobar como la adición de AD provocaba una disminución en la absorbancia de la muestra, y por lo tanto una disminución en la línea base. Al contrario, al realizar una adición de agua, la absorbancia para el intermedio era mayor, provocando

un aumento en la línea base del espectro. La influencia en el espectro del NIR era mayor para la adición de AD que con la adición de agua.

Con esto finalizaríamos la presentación de resultados de espectros de NIR.

Gracias a los datos recabados en estos estudios, se pudo proceder con la cuantificación de los diferentes intermedios.

## 5.4. Cuantificación de los intermedios:

### 5.4.1. Intermedio 1:

Como se mencionó anteriormente se realizó un primer modelo de cuantificación del *Intermedio 1* con el que se obtuvieron unas primeras aproximaciones poco precisas para la viscosidad, por ello, posteriormente se repitió el modelo.

Una vez se han recopilado todos estos datos del *Intermedio 1* y se han obtenido dichas conclusiones, se vuelve a realizar los modelos de cuantificación tanto para el pH y la concentración de aditivo, como para la viscosidad, extracto seco y concentración de agua. Dicho modelo de cuantificación se pondrá a prueba y se mejorará al probarse con los lotes de producción que se fabricarán en la nueva nave hidro.

### 5.4.2. Intermedio 2:

Se realizó la cuantificación del *Intermedio 2* una vez realizado su estudio y obtenidas las conclusiones principales sobre las características fisicoquímicas del intermedio, su espectro en el NIR y su evolución.

El modelo de cuantificación se realizará como en el caso del *intermedio 1*, está descrito en el apartado experimental.

Dicho modelo de cuantificación se puso a prueba con los distintos lotes utilizados en los anteriores estudios, ya que como hemos podido comprobar no habrá evolución en la línea base en el tiempo. Se obtuvieron los distintos resultados para QUANT 1 y QUANT 2.

	RESULTADOS ANALÍTICOS	RESULTADOS QUANT 1
<b>LOTE 1</b>		
pH	8.3	8.2
[AD] (%)	0.3	0.2
<b>LOTE 2</b>		
pH	8.4	8.4
[AD] (%)	0.3	0.3
<b>LOTE 3</b>		
pH	8.2	8.2
[AD] (%)	0.3	0.2

Tablas 3. Predicciones realizadas por el modelo QUANT 1, para el *Intermedio 2*.

Se logra obtener un modelo de cuantificación, QUANT 1, con resultados precisos para la cuantificación del pH y concentración de aditivo derivado de la amina. Resultados más precisos en especial para el pH. Por lo que se logró una primera aproximación satisfactoria.

	RESULTADOS ANALÍTICOS	RESULTADOS QUANT 2
<b>LOTE 1</b>		
<b>Viscosidad</b>	139	138
<b>Extracto seco (%)</b>	20.4	20.2
<b>[H<sub>2</sub>O] (%)</b>	0	0.5
<b>LOTE 2</b>		
<b>Viscosidad</b>	138	128
<b>Extracto seco (%)</b>	20.0	19.8
<b>[H<sub>2</sub>O] (%)</b>	0	1.7
<b>LOTE 3</b>		
<b>Viscosidad</b>	134	124
<b>Extracto seco (%)</b>	19.8	19.9
<b>[H<sub>2</sub>O] (%)</b>	0	1.6

Tabla 4. Predicciones realizadas por el modelo QUANT 2, para el *Intermedio 2*.

Se logra obtener un modelo de cuantificación, QUANT 2, con resultados precisos para la cuantificación de la viscosidad y % extracto seco. Resultados más precisos en especial para el Lote 1 de producción. Por lo que se logró una primera aproximación satisfactoria. Se puede comprobar que la predicción de agua de ajuste no es buena, y esto es debido a que los látex que se utilizan son en base agua por lo que cada lote lleva una cantidad de agua distinta, similar, pero distinta, por lo que no predice bien la concentración.

Los valores más importantes de predecir son las características del intermedio, es decir, el pH, viscosidad y % extracto seco. En los siguientes modelos a realizar se quitará dicho apartado de cuantificación.

La siguiente etapa para el estudio de la cuantificación de este intermedio será ponerlo a prueba y mejorarlo con muestras de fabricación producidas en la nueva nave hidro.



### 5.4.3. Intermedio 3:

Se construyeron también los modelos de cuantificación para el *Intermedio 3*. Una vez realizados los estudios y obtenidas las conclusiones sobre los diferentes factores que pueden o no afectar al intermedio, se procede a realizar la cuantificación del intermedio.

La cuantificación se realiza al igual que los intermedios anteriores, que se describe en el apartado experimental. No se pudo poner a prueba la cuantificación del *Intermedio 3*, ya que no se realizaron lotes de fabricación con los que poder comprobar la cuantificación. Por tanto, se realizarán pruebas con los modelos construidos cuando se comiencen a fabricar lotes de producción en la nueva nave hidro.

### 5.4.4. Intermedio 4:

En el caso del *Intermedio 4* no se construyeron los modelos de cuantificación.

Una vez se han obtenido los resultados y las conclusiones obtenidas de los estudios se procedería a realizar el modelo de cuantificación, pero debido a la gran cantidad de adiciones necesarias en la fórmula para lograr que sus características fisicoquímicas se encuentren dentro de los rangos de especificación establecidos, se esperara a conocer si se producirán cambios en la fórmula en base a estos estudios y cómo será la fabricación de este intermedio en lotes de producción, es decir, si las características fisicoquímicas presentaran los mismos valores, cabe esperar que sí.

En resumen, estos fueron los resultados obtenidos para los diferentes intermedios objeto de cuantificación.

Intermedio	MP más influyentes en el pH	pH dentro de límites	Viscosidad dentro de límites	Estabilización viscosidad	Influye la agitación en la viscosidad	Influye la agitación en el NIR	Cuantificación
1	AD	Sí	Depende de la agitación	24-48 h después de fabricación	Sí	Sí, mucha influencia	Sí, hay que probarla e implementarla.
2	AD	Sí	No	24-48 h después de fabricación	No	Sí un día después de su fabricación	Sí, primeras predicciones precisas.
3	Emulsión acrílica y AD	Sí	No, muy cerca del superior	No hay variación	No	Sí, para su correcta homogenización	Sí, hay que probarla e implementarla.
4	Látex acrílico	No	No si se añade el AD para pH	24 h después de fabricación	No	No se observan diferencias significativas	No, hay que comprobar la fórmula.

Tabla 5. Resumen resultados obtenidos en el proyecto.

## 6. CONCLUSIONES:

1. Los intermedios presentan valores en las propiedades fisicoquímicas estudiadas muy diferentes, los diferentes factores críticos encontrados influyen de distinta manera en cada uno de los intermedios. Por ello, se plantea un plan de trabajo similar, pero variando ciertos estudios.
2. El pH de los intermedios se mantiene estable a lo largo del tiempo en todos los intermedios estudiados. Además, se encuentra dentro de los límites de especificación descritos, exceptuando el *Intermedio 4*, el cual se encuentra muy por debajo del rango de especificación.
3. La viscosidad de los intermedios no varía de manera significativa 24h después de su fabricación, la mayor variación se produce en esas primeras 24h.
4. La agitación utilizada para la homogenización previa a la medida de la viscosidad no tendrá por qué ser estricta, ya que se ha podido comprobar cómo no varía de forma significativa los valores de viscosidad de los diferentes intermedios. El *Intermedio 1* es una excepción ya que sí que se produce variación entre una agitación fuerte o suave. Por tanto, la agitación recomendable deberá ser la suficiente como para homogenizar la muestra, pero no introducir aire.
5. Se deberá estandarizar de forma adecuada y relativamente estricta tanto el tiempo como la fuerza de agitación utilizada para la homogenización de la muestra previa a la medida del NIR. Aunque hemos podido ver como en alguno de los intermedios la variación en el espectro no es significativa, sí se produce un pequeño cambio en la línea base que podría provocar un error de medida. Por ello, se deberá de realizar la homogenización con el mismo agitador, un agitador de palas que corresponda con el peso de la muestra a medir, el mismo tiempo de agitación, alrededor de 5 minutos y una fuerza de agitación estándar, sin llegar a crear vórtice. Se ha podido comprobar cómo la fuerza de agitación puede influir más en la variación del espectro NIR que el tiempo.
6. La cuantificación se realizará utilizando muestras fabricadas 24h antes de su medida en el NIR, ya que se pudo comprobar como a partir de esas 24h la viscosidad no variaba de forma significativa. Por tanto, también, el control de calidad del lote de fabricación correspondiente se deberá cuantificar pasadas 24h desde su fabricación.
7. Todos los modelos de cuantificación realizados en este proyecto se deberán poner a prueba con diferentes lotes de producción fabricados en la nueva nave hidro y, por lo tanto, se irán optimizando a lo largo del tiempo hasta lograr obtener predicciones muy precisas.