

21-21-A



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

ESTUDIO DE UN SISTEMA DE CONTROL TOTAL
DE CALIDAD ESTADISTICO DE MATERIA PRIMA
PARA LA ELABORACION DE PINTURAS
ALQUIDALICAS

Trabajo Monográfico de Actualización
Mancomunado

QUE PRESENTAN:

FRANCISCA FELICITAS CARREON VAZQUEZ.

ALICIA RODRIGUEZ HERNANDEZ.

INGENIERO QUIMICO

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

México, D.F.

1988



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

INDICE

INTRODUCCION.....	1
CAPITULO I	
Constitución de una pintura.....	3
Desarrollo histórico de la pintura.....	3
CAPITULO II	
Historia del control de calidad.....	9
Propósito del control de calidad	12
Significado de control	12
Significado de calidad.....	13
Definición de Control de Calidad.....	15
Definición de Control Total de la Calidad.....	16
CAPITULO III	
Constitución de una pintura.....	20
Resinas Alquídicas.....	20
Disolventes.....	36
Modificantes.....	52
Plastificantes.....	52
Aceites secantes, semiseccantes y no secantes.....	54
Agentes humectantes o de mojado.....	56
Fungicidas.....	59
Inhibidores de corrosión.....	61
Pigmentos.....	63
Inorgánicos.....	64
Orgánicos.....	65
Cargas o extendedores.....	68

CAPITULO IV

Pruebas a pigmentos.....	72
Pruebas a resinas y a algunos modificantes.....	119
Pruebas a disolventes.....	163
Especificaciones.....	215
Sistemas de muestreo.....	219

CAPITULO V

Origen de los métodos estadísticos.....	231
Objetivos del control de calidad estadístico.....	235
Definición de la estadística.....	236
Algunos conceptos estadísticos fundamentales.....	238
Sistemas de control estadístico.....	248
Costos de la Calidad.....	275
CONCLUSIONES.....	299
BIBLIOGRAFIA.....	303

INTRODUCCION

Actualmente, cualquier producto, que se desee comercializar requiere cumplir con las necesidades de los consumidores a su entera satisfacción, y más aún si dicho producto se desea exportar, ya que tendrá que competir con muchos otros, tanto en calidad como en precio. El control de calidad es una herramienta muy importante para lograr este propósito.

Dicho control, es muy extenso, ya que abarca desde que se recibe la materia prima, pasa por uno ó varios procesos, y finalmente se obtiene el producto terminado. Si la materia prima no cumple con los requisitos para la elaboración del producto, aunque el proceso se lleve a cabo perfectamente, dicho producto no será de la calidad deseada. Lo mismo sucede con los otros dos puntos, si alguno de ellos falla, los demás se ven afectados.

Hacer un trabajo sobre control de calidad abarcando los tres puntos anteriores, es muy difícil, ya que resultaría demasiado extenso. Es por esto que se eligió tratar un punto en especial, en éste caso, la materia prima. Pero éstas últimas, son prácticamente infinitas y dependiendo de cuáles se trate, son los métodos que se aplican, así que, hay que especificar de cuáles se está hablando.

CAPITULO I

CONSTITUCION DE UNA PINTURA

Una pintura es una mezcla uniformemente dispersada con un intervalo de viscosidad, que va desde un líquido delgado hasta una pasta semisólida(1), que puede ser aplicada en capas relativamente delgadas sobre materiales muy diversos y que cambia a sólido con el tiempo formando una película opaca(2), compacta y bien adherida a la superficie aplicada, dándole un color y una apariencia distintos a los originales y protegiéndola del ataque de agentes externos.(3)

Las pinturas constan de un pigmento o materia colorante y de un vehículo, en el cuál se encuentra suspendido el pigmento.

DESARROLLO HISTORICO DE LA PINTURA

Las pinturas se usaron con fines decorativos y representativos durante miles de años, antes de que se utilizaran como recubrimientos protectores.(4)

El hombre prehistórico decoraba sus cavernas con pinturas constituidas por suspensiones de tierras coloreadas en agua, a las que agregaban sangre de animales.(3)

Las pinturas más antiguas que se conocen, se encuentran en las cuevas de Lascaux, Francia y Altamira, España, las

cuáles están hechas con óxido de hierro, y datan del año 15000 A.C.

Los antiguos pueblos de Africa, Oceanía y América, también usaron pinturas para decorar sus templos y moradas.(4). Los pigmentos que utilizaban eran; blanco de plomo y tierras blancas naturales, tales como la arcilla, el yeso y el blanco de España; los pigmentos negros eran carbón, negro de humo, grafito natural y polvo de carbón; entre los pigmentos amarillos había ocre, oropimente, polvo de oro y litargirio; como pigmentos rojos se utilizaban óxidos de hierro, minio, cinabrio y tintes rojos naturales; había un gran número de azules, tales como el azul de Egipto, lapislazuli (ultramar), carbonato de cobre e indigo; entre los verdes estaban la tierra verde, la malaquita, cardenillo y tintes naturales.(5)

Los egipcios prepararon colores de tierra y por el año 1500 A.C. hicieron tintas como el indigo y los pigmentos azul y rojo. Realizaron varios progresos en las técnicas de preparación y uso de pinturas, empleando como aglutinantes zumos de frutas, ceras, miel y encaústicos. Por el año 1000 A.C. habían desarrollado un barniz de la goma del árbol de la acacia (goma arábiga). Los egipcios fueron los primeros en utilizar recubrimientos protectores, empleando breas y bálsamos para sellar sus embarcaciones, rápidamente fueron imitados por otros pueblos.

En China, durante la dinastía Chou (1122-221 A.C.) se utilizaron lacas para decorar carretas, utensilios y armas.

Durante el siglo II A.C. las construcciones chinas fueron decoradas con lacas, tanto interior como exteriormente.

Las lacas también se utilizaron ampliamente en Corea y Japón.

A principios del siglo I A.C. se inicia el uso de aglutinantes en la preparación de las pinturas, algunos aglutinantes usados en esa época eran huevos, gelatina, cera de abejas, pez, goma laca, grasas de animales y savias.(5)

Del siglo II D.C. datan las primeras noticias del uso de aceites secantes en la preparación de pinturas.(3)

Durante la Edad Media, las pinturas se preparaban a mano utilizando materia prima muy costosa; los artesanos guardaban sus fórmulas en secreto y sus productos eran caros(4); sus conocimientos pasaban oralmente de padres a hijos a través de generaciones, por lo que, los progresos técnicos eran extremadamente lentos. No obstante, las calles de las ciudades medievales mostraban evidencias del arte de la pintura, ya que había comerciantes de pinturas y las fachadas de algunas construcciones estaban pintadas, principalmente de rojo y azul.(4)

En la América colonial la pintura era considerada como un lujo. Una casa pintada, en aquellos días, era señal de considerable distinción, ya que las clases baja y media, vivían en casas de troncos ó tablones aserrados a mano sin pintar.(5)

En el siglo XVI se desarrollaron, sobre todo en Inglaterra, formulaciones de pinturas para barcos. En el siglo XVII varios químicos famosos de la época, hicieron descubrimientos importantes sobre las propiedades de diversos productos (aceites, disolventes, pigmentos) usados en la fabricación de pinturas(3). Se empezó a disponer ampliamente del blanco de plomo. Sin embargo, las casas ordinarias e incluso algunas estructuras importantes, permanecían sin pintar a principios del siglo XVIII.(4) Durante éste siglo surgen las primeras fábricas de pinturas industriales y se incrementa la disponibilidad de vehículos y pigmentos. Sin embargo no se lograban aún grandes avances.(3)

La primera fábrica de albayalde de los E.U. se construyó en Filadelfia en 1804, y la primera planta de barniz apareció alrededor de 1815, aunque la fabricación de pinturas preparadas no comenzó hasta 1867. Rápidamente creció la competencia en el mercado entonces existente. Las pinturas eran generalmente de baja calidad, ya que la técnica era todavía limitada y los laboratorios de investigación eran desconocidos.

La competencia encarnizada tuvo como consecuencias adulteraciones, tumultuosos reclamos propagandistas y otras muchas prácticas comerciales inseguras. (5)

El siglo XX trajo consigo una enorme proliferación de artículos que requerían recubrimientos protectores. Alrededor de 1900, los fabricantes de pinturas empezaron a emplear químicos tratando de hallar la manera de producir pinturas y barnices realmente de buena calidad. Este período también se caracterizó por la formación de asociaciones comerciales para un intercambio mutuo de conocimientos en la realización de negocios seguros, extensión de mercados y supresión de abusos, asociaciones de las cuáles surgió la "National Paint, Varnish and Lacquers Association", según se conoce hoy en día.

Los químicos y los productores, eran, al principio, en 1914, pequeños grupos, que finalmente llevaron a la moderna "Federation of Societies for Paint Technology", designada al principio, para el estudio mutuo de la tecnología de los revestimientos de superficies. Como resultado, las prácticas comerciales, así como la calidad de los productos realizados, comenzaron a mejorar.

Las pinturas modernas están muy por encima de aquellas fabricadas a principio de siglo, en cuanto a calidad y comportamiento. Posiblemente, en unos cuantos años, los recubrimientos de superficies actuales, parecerán

igualmente pobres de calidad a los técnicos de la pintura
del futuro.(5)

CAPITULO II

HISTORIA DEL CONTROL DE CALIDAD

Desde el principio de la historia, el ser humano ha probado constantemente métodos para obtener alimento, abrigo y protección contra sus enemigos. El hombre prehistórico hacía uso creativo de los recursos naturales para cubrir sus necesidades básicas y así, comenzó a aparecer el concepto de calidad, en los artículos que producían. Se hicieron mejoras en sus armaduras de protección. Más tarde, fueron desarrollando metales para sus espadas y dagas, con el fin de que éstos no se rompieran durante la batalla. De hecho, algunos de éstos metales, (especialmente ciertos bronce) son probablemente mejores que los metales similares producidos actualmente. Se producían pergaminos y otros materiales de escritura, los cuáles, no han sido desintegrados al paso del tiempo. Tintas hechas bajo condiciones controladas, no se han borrado bajo la acción de agentes atmosféricos.

Durante la Edad Media, particularmente el siglo XII, los gremios establecieron estándares de calidad y solicitaban trabajadores adiestrados adecuadamente en el uso de éstos. Los aprendices llegaron a ser maestros en el establecimiento de reglas de calidad.

En los productos antiguos de China y otras partes de Asia, Africa y Europa, se han encontrado evidencias de requerimientos de calidad. En América, los mayas antiguos,

se desarrollaron con rapidez en las áreas de arte y ciencia. Basados en el hecho de que hay 360 grados en un círculo, desarrollaron un calendario, similar al actual, conteniendo aproximadamente el mismo número de días en un año (360 a 366 días). El avance tecnológico ocurrió con demasiada lentitud a través de los siglos y sólo se observaron pequeños cambios técnicos antes del siglo XIX.

Más tarde, a finales del siglo XIX y principios del siglo XX, se introdujeron innovaciones, tales como; teléfonos, locomotoras de diesel, automóviles, etc. Se realizaron gran cantidad de inventos, gracias a los cambios en los modelos, procesos y presencia de nuevos materiales. Tales acontecimientos históricos, marcaron el desarrollo de la bomba atómica y la manufactura de vehículos espaciales, los cuáles, se convirtieron en pocos años, temas de gran importancia.

Antes del siglo XX, pequeña cantidad de gente era empleada en una compañía, y con frecuencia, la misma persona que producía el artículo, lo distribuía.

Comerciantes, mayoristas y comerciantes al por menor, llegaron a ser partes integrales del ciclo productor-consumidor. Con ésta esfera amplia de actividades bursátiles, hubo una gran expansión de la organización industrial. Los ejecutivos se volvieron conscientes de que la labor de administración y control, no podía llevarse a cabo sin una organización detallada.

Con el fin de controlar las actividades y organizar efectivamente al personal, se volvió necesario clasificar la fuerza laboral en pequeñas unidades. El campo de acción se volvió menor en cada centro de trabajo ó departamento, y la especialización para cada grupo, se incrementó.

Cuando antiguamente, el productor y el consumidor realizaban actividades de negocios en un ciclo simple y corto, con el progreso, posteriormente, se hizo necesario separar los departamentos en finanzas, diseño, producción, control de calidad, inspección, ventas, etc. para tener un efectivo manejo de los negocios, a medida que las compañías iban creciendo.

Las grandes compañías, incrementaron la dinámica y complejidad de el sistema total industrial.

Un incremento en la exactitud y precisión, también fué experimentado durante éste período de crecimiento industrial.

Cuando los artículos eran creados por artesanos en culturas antiguas, habfa tolerancia aceptable en precisión y exactitud, ya que no se contaban con aparatos e instrumentos que ayudaran para tal propósito. Pero con nuevos métodos, procesos y maquinaria, se logró mayor exactitud y control dimensional en los cálculos realizados.(6)

La tecnología llegó a ser parte integral en la vida diaria de millones de seres humanos.

PROPOSITO DEL CONTROL DE CALIDAD

El propósito es el de obtener un producto, el cuál, haya sido realizado al más bajo costo económico y que satisfaga por entero, las necesidades del consumidor.(7)

Dicho propósito, deberá ser preventivo y se iniciará desde la adquisición de materia prima, maquinaria y la capacitación del personal, para obtener un producto que cumpla con los objetivos planeados.

SIGNIFICADO DE CONTROL

Tiene diversas definiciones, algunas de ellas son:

- 1.- Es el encausamiento de los elementos humanos ó de otra naturaleza a un orden ó disciplina.(8)
- 2.- El acto de dirigir influencias, restringir ó comandar sobre algo.
- 3.- El acto de verificación ó corrección de algo.
- 4.- Un aparato que dirige, restringe ó comanda algo.
- 5.- Una causa ó determinante de un fenómeno resultante.

- 6.- El nombre de un departamento que realiza estándares de comparación, contra los cuáles, se registran los resultados de un experimento.
- 7.- Un estado de uniformidad determinado por una prueba estadística. Esto es usualmente referido como "estado de control estadístico".(9)

SIGNIFICADO DE CALIDAD

La calidad tiene varias definiciones, como; "aptitud para el uso", "encontrar algo que se espera", "grado de excelencia" y "ajustarse a un estándar", así como muchas otras frases.

Dos aspectos principales de calidad, son los criterios de funcionalidad y apariencia. Las características funcionales encierran la realización de factores, tales como, precisión, durabilidad y sostenibilidad; mientras que el criterio de apariencia se refiere a características cosméticas, tales como, el color, tensura, línea, textura, etc.(6)

Cuando se establecen estándares de calidad, uno puede entonces dar ambos criterios; funcionalidad y cosmético.

Algunos otros significados son:

- 1.- El grado, en el cuál, un producto específico, satisface las necesidades de un consumidor

- específico. Esta es la definición que prevalece (y seguirá prevaleciendo), en aquellas situaciones donde se establece un comercio directo entre un productor (sastre, zapatero, carpintero, etc.) y el consumidor último.
- 2.- El grado, en el cuál, una clase de producto posee satisfactores potenciales para la mayoría de la gente. Este grado, es algunas veces identificado por un "nivel" que lo distingue de otros grados de satisfactor potencial. El término "marca", es comúnmente usado para describir una designación ó especificación de productores, para un grado en particular.
 - 3.- El grado, en el cuál, un producto específico, se ajusta a una designación o especificación. Este es conocido como "calidad de ajuste".
 - 4.- El grado, en el cuál, un producto es "preferente" sobre otros productos de grado equivalente al mismo, basado en pruebas comparativas por los consumidores. Este algunas veces es llamado "preferencia de consumo".
 - 5.- Un rasgo de distinción, de un grado ó producto, por ejemplo; apariencia, durabilidad, manuableidad, etc. Este es usualmente referido como "característica de calidad".
 - 6.- Una vaga expresión de excelencia general, pero sin ser lo suficientemente específica para ser clasificada.

- 7.- El nombre de un departamento específico en una compañía.
- 8.- La naturaleza inherente de cualquier cosa "independientemente de interés ó voluntad humana".
- 9.- Conjunto de cualidades que constituyen las maneras de ser de una persona ó cosa, es decir, su grado de excelencia ó la medida por la cuál juzgamos su capacidad para satisfacer una necesidad.(8)

DEFINICION DE CONTROL DE CALIDAD

Existen innumerables definiciones de "control de calidad", sólo que en ésta frase, la palabra "calidad" no tiene el significado popular de lo "mejor" en sentido absoluto. Industrialmente quiere decir "mejor" dentro de ciertas condiciones del consumidor. Dentro de éstas condiciones son importantes; el uso a que el producto se destina y su precio de venta. A su vez, éstas dos condiciones se reflejan en otras cinco:

- 1.- Las especificaciones dimensionales y operativas.
- 2.- La vida y los objetivos de la confiabilidad.
- 3.- Los costos de ingeniería y de fabricación.
- 4.- Las condiciones bajo las cuáles el producto es elaborado, y;

5.- Los objetivos de instalación y mantenimiento.

No es práctico, ni económico, buscar perfección en éstas condiciones, puesto que el precio del producto se elevaría demasiado y no cumpliría con los intereses de los consumidores.

Lo importante es obtener un producto "satisfactor" al consumidor. Por éstas razones, se aceptan "tolerancias". La meta es un "nivel de calidad", el cuál, establece un balance entre el costo del producto y el servicio que debe rendir.(7)

Tomando en cuenta los puntos tratados anteriormente, así como los significados de "control" y "calidad", se llega a una definición de control de calidad:

"El control del conjunto de cualidades que constituye las características físicas y químicas de un material, de tal manera que el producto satisfaga especificaciones. Esto es, una coordinación de esfuerzos en la organización de manufactura para que la producción se lleve a cabo en los niveles más económicos, que permitan obtener completa satisfacción al consumidor".(7)

DEFINICION DE CONTROL TOTAL DE LA CALIDAD

La anterior definición de control de calidad nos habla de una organización de manufactura, pero en realidad, se debe hacer el control de calidad a nivel de organización

general, surgiendo así, el "control total de la calidad" ó "control de calidad en toda la empresa", que se refiere, en términos amplios, a un nivel de control, de la administración misma.

Dicho concepto, fué originado por el Dr. Armand U. Feigenbaum, quién sirvió en lo años 50's como gerente de control de calidad y gerente de operación fabriles en la sede de la General Electric en Nueva York. Cuya definición es la siguiente:

"Un sistema eficaz para integrar los esfuerzos en materia de desarrollo de calidad, mantenimiento de calidad y mejoramiento de calidad, realizado por los diversos grupos de una organización, de modo que sea posible producir bienes y servicios a los niveles más económicos y que sean compatibles con la plena satisfacción de los clientes".(10)

Completando la definición anterior, surge la modalidad Japonesa, la cuál, ha llevado el control de calidad, hacia nuevos horizontes.

Dicho control, exige la participación de todas las divisiones, incluyendo; mercadotecnia, diseño, manufactura, inspección y despachos, esto es, que todo individuo en cada división de la empresa, deberá, estudiar, practicar y participar en el control de calidad. Instruir al personal y sobre todo, convencerlo, de que lo que él realiza, lo

llenará de satisfacción y orgullo, y además será gratamente recompensado por su labor.

Para lograr dichos fines, existen una serie de procedimientos para alcanzar la meta de calidad en una industria, algunos de ellos son:

- 1.- Establecimiento de estándares. Determinación de estándares para los costos de calidad, funcionamiento y para la confiabilidad del producto.
- 2.- Estimación de conformidad. Comparación de la concordancia entre el producto manufacturado y los estándares.
- 3.- Aplicar la corrección necesaria cuando se rebasen los estándares.
- 4.- Hacer planes para mejoramiento. Desarrollar un esfuerzo continuo para mejorar los estándares, los costos, confiabilidad y comportamiento del producto.(7)

Los procedimientos anteriores, originan círculos de calidad, integrados por grupos de personas que desarrollan actividades de control de calidad voluntariamente, dentro de un mismo taller y cuyas ideas contribuyen al mejoramiento y desarrollo de la empresa, a la creación de un lugar de trabajo amable y diáfano, además de aprovechar al máximo la capacidad y habilidad de cada individuo.

Como pasos del círculo de control, se pueden mencionar:

- 1.- Determinar metas y objetivos.
- 2.- Determinar métodos para alcanzar metas.
- 3.- Dar educación y capacitación al personal.
- 4.- Llevar a cabo el trabajo.
- 5.- Verificar los efectos de la realización del trabajo.
- 6.- Empezar la acción apropiada contra posibles causas de error.(10)

Los procedimientos de calidad deben de realizarse a un costo económico mínimo, para que el precio del producto sea accesible y de entera satisfacción al consumidor.

Los métodos de control de calidad son usados y seleccionados de acuerdo con las necesidades del trabajo que se realice.

CAPITULO III

CONSTITUCION DE UNA PINTURA

Las pinturas constan de un pigmento o materia colorante y de un vehiculo, en el cual se encuentra suspendido el pigmento.(11)

El vehiculo está formado por la mezcla de resinas, disolventes y modificantes.(11)

RESINAS

Las resinas son la parte esencial de una pintura, ya que constituyen la base de la película seca, permiten la extensión de la pintura en una capa continua y sirven de soporte a los pigmentos.

Debido a la importancia que tienen las resinas en la constitución de las pinturas, éstas se clasifican de acuerdo al tipo de resina que emplean. Por lo que una "pintura alquidálica", está constituida por una "resina alquidálica".

RESINAS ALQUIDALICAS

Además del nombre "alquidálico", existen otros términos usados para definir a éste tipo de resinas, tales como "alquídico", "alquidal", etc. Los términos anteriores se formaron de la sílaba "al" de alcohol y la última de ácido, "cid".

Las resinas alquidálicas están constituidas esencialmente por agregados de grandes moléculas orgánicas.

Son el producto de la reacción de ácidos polibásicos y alcoholes polihidroxílicos.

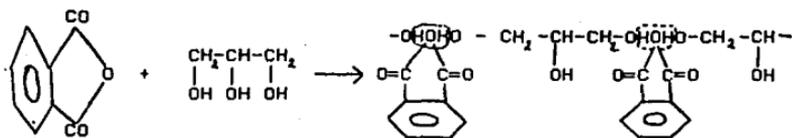
La polimerización procede por el camino de la policondensación. Se eliminan cuerpos de bajo peso molecular. La reacción de condensación establece entre las moléculas originales, una unión de tipo éster:(11)



Generalmente, se usan el anhídrido ftálico, como ácido polibásico, y la glicerina, como alcohol polihidroxílico, como materias primas. La reacción que se lleva a cabo es la siguiente:

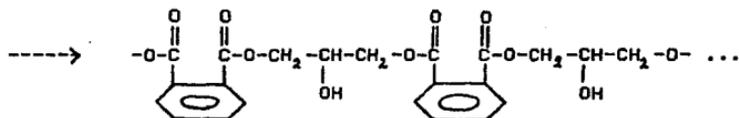
El primer paso, sólo afecta las funciones alcohólicas primarias del glicerol y conduce así a grandes polímeros lineales.(12)

La reacción es la siguiente:

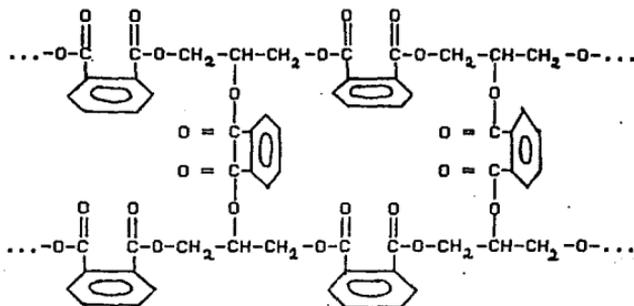


Glicerina

Anhídrido
ftálico



El segundo paso afecta a la función alcohol secundaria del glicerol y produce macromoléculas tridimensionales:



Existen algunas otras materias primas utilizadas, tales como la pentaeritrita (que tiene 4 grupos hidroxílicos), glicoles, pentaeritritol, etc., usados en lugar de glicerina. Como ácidos policarboxílicos se usan; ácido maléico, succínico, adipico, azelaico, sebáico, isoftálico y tereftálico.

Los aceites de linaza, soja, tung, oiticica, ricino, ricino deshidratado, coco, semilla de algodón, alazor y aceites de pescado, se utilizan en diversas proporciones para producir resinas alquidálicas con una amplia gama de propiedades. El aceite de tallol, se emplea también para producir resinas alquidálicas a bajo costo.

Los aceites mencionados anteriormente, se conocen como "modificantes" y tienen la característica de que, como su nombre lo indica, modifican el comportamiento de la película de resina, se usan como aceites secantes, semisecantes o no secantes de la misma.

Los aceites, alcoholes y ácidos diferentes, tienden a causar distintos efectos en las propiedades de las resinas.

Hay otros factores que afectan las características de las resinas. Se ha investigado el desarrollo de catalizadores y otros aditivos utilizados para producir ciertas mejoras en las propiedades. Las variaciones en el procedimiento de cocción tienen una gran influencia en las propiedades de las resinas.

EFFECTO DEL TIPO DE ACEITE SECANTE USADO EN LAS RESINAS

De los aceites antes mencionados, los que se utilizan hoy en día, como aceites oxidantes, son el aceite de tung, de oiticica, linaza, ricino deshidratado, alazor, soja, y aceite de pescado. Entre los aceites no oxidantes se encuentran el de coco, ricino y semilla de algodón.

En la tabla I, se muestran las propiedades de resinas alquidálicas modificadas con los aceites anteriores (igual contenido de aceite). Los valores están basados en cifras medidas para resinas alquidálicas obtenidas con aceites tratados para su uso en barnices. (1 es el mejor y 7 es el peor).

La soja, linaza y ricino deshidratado tienen propiedades lo suficientemente parecidas como para usarse indistintamente en los contenidos de aceites cortos y medios.(11)

Las resinas alquidálicas de aceite de linaza son inicialmente tan pálidas como las obtenidas de la soja o del ricino deshidratado, pero amarillean después, particularmente en la obscuridad. Si la soja es más barata que el aceite de linaza o el ricino deshidratado, se puede usar para reemplazarlos usando un compuesto alquidálico ligeramente más corto o introduciendo un poco de aceite de

Aceites	Velocidad de endurecimiento	Conservación del color	Resistencia al agua	Conservación del brillo Duración al exterior	Resistencia a la gredosidad
Tung	1	5	1	1	6
Dilicica	2	6	2	2	7
Linaza	4	4	4	4	4
Alazor	5	2	5	6	3
Ricino deshidratado	3	3	3	3	1
Soja	6	1	6	5	2
Pescado	7	7	7	7	5

Tabla 1: Características relativas de comportamiento de resinas alquídicas de ftalato de glicerilo, modificadas con aceites secantes al 50%, fabricadas con diversos aceites.

a Tiempo relativo de secado en horno, para alcanzar la dureza Sward.

b Retención relativa del color pigmentado con TiO_2 y expuesto a la luz en interiores.

c Impermeabilidad relativa a la humedad, cuando secan aprox. a la misma dureza Sward.

d Retención relativa del brillo, cuando se pigmentan con TiO_2 y se exponen a la interperie.

e Resistencia a la gredosidad, (formación de escamas), relativa, cuando está pigmentado, con un pigmento que falla finalmente, por formaciones gredosas, como el rojo de toluidina.

Dureza Sward: (20min. a $150^\circ C$) Se refiere al nombre dado, proveniente del equipo utilizado que consiste en aplicar presión sobre la superficie pigmentada y expresar el resultado en Kg/cm^2 .

tung para obtener una velocidad equivalente de endurecimiento y secado.

En la tabla II, se presentan algunos valores de dureza reales para las resinas alquidálicas, fabricadas con los aceites de linaza y soja, después de secadas al aire durante 24 horas.

En la tabla III, se dan valores de dureza, para las resinas alquidálicas de linaza y de soja cocidas.

El aceite de alazor se puede usar en recubrimientos de superficies, si se dispone de cantidades suficientes, a precio competitivo, porque posee propiedades muy interesantes. Es similar al de soja en todas las propiedades, excepto en velocidad de endurecimiento, en la que es casi tan rápido como el de linaza.

El aceite de pescado es, generalmente, más barato que la mayoría de los otros aceites; con una composición adecuada, se pueden obtener de él, resinas alquidálicas bastante satisfactorias para muchos fines.

Los aceites de tung y oiticica, rara vez se usan solos en las resinas alquidálicas, ya que son reactivos, duros, quebradizos y tienden a ser inestables. Sin embargo, son útiles en mezclas con aceites secantes más lentos, como la soja, para incrementar su velocidad de secado. Muchas de las resinas alquidálicas fabricadas, contienen dos aceites o más, para obtener las propiedades adecuadas.(11)

TIPO DE ALCOHOL	ACIDOS GRASOS		DUREZA SWARD Secado al aire
	Porcentaje	Tipo	
Glicerina	43	Linaza	37
Glicerina	41	Soja	24
Glicerina	52	Linaza	24
Glicerina	52	Soja	19
Penta	52	Soja	30
Glicerina	56	Soja	15
Glicerina	64	Soja	11
Penta	64	Soja	14

Tabla II: Efecto de la variación de la composición sobre la dureza Sward, de los alquídicos ftálicos, secados al aire.

ACIDOS GRASOS		DUREZA SWARD 20min. a 150°C
Porcentaje	Tipo	
43	Linaza	23
41	Soja	18
52	Linaza	16
52	Soja	13

Tabla III: Dureza de resinas alquídicas, secadas en horno y fabricadas, con los ácidos, de los aceites de soja y linaza.

EFFECTO DEL CONTENIDO DE ACEITE

El intervalo de la proporción de ácidos para las resinas de ftalato de glicérido modificadas con aceites secantes, varía desde un 30 hasta un 70% (tabla IV). Con menos del 30% de aceite, las resinas tienden a ser quebradizas y carecen de adherencia, tenacidad y solubilidad.

El 60% es, casi todo el aceite graso que se puede hacer reaccionar químicamente con el ftalato de glicerina, y es el punto en el cuál las resinas alquídicas contienen mezclas equimolares de glicerina, anhídrido ftálico y ácido graso.

Existen tendencias en las propiedades de las resinas alquídicas que proceden de las variaciones en el contenido de aceite. Las resinas pobres en aceite son volátiles, duras, sólidas, tenaces, de escasa fluidez a temperatura ordinaria. Cuanto mayor es el contenido de aceite, más blanda es la resina. Además, cuanto mayor es el contenido de aceite, mayor es su contenido en sólidos.(11)

Las resinas con pequeña cantidad de aceite, necesitan un disolvente aromático, por ejemplo el xilol. Para proporciones del 40 al 50% de ácido graso, se usan generalmente, mezclas de disolventes aromáticos y

alifáticos, mientras que en contenidos más ricos en aceite, es suficiente un disolvente alifático. Sin embargo, se emplean porcentajes moderados de disolventes aromáticos, con frecuencia en resinas ricas en aceite, para mejorar el brillo y la estabilidad.

Las resinas alquidáticas modificadas con menos del 50% de aceite, secan al aire rápidamente. Cuanto menor es el contenido de aceite, más rápida es la velocidad de secado, hasta el punto de "libre de pegajosidad". Con contenidos por encima del 60%, la velocidad de secado y dureza de la película, tienden a disminuir más rápidamente, debido a la presencia de aceite libre, y las películas, con frecuencia, presentan una pegajosidad persistente, similar a la de los aceites espesados.(11)

Las resinas alquidáticas, son excepcionales en el brillo inicial, que producen en los recubrimientos de superficies. En general, el brillo tiende a caer ligeramente al aumentar el contenido de aceite, hasta que se alcanza un 60%, en donde el brillo es el mínimo. En cuanto a su resistencia a álcalis, ácidos y otros agentes químicos, entre menor sea el contenido de aceite, se observan mejoras en estas propiedades.

La máxima impermeabilidad a la humedad de las resinas alquidáticas, se encuentra alrededor del nivel del 50% de aceite.

Otra de las características que se ve afectada, es la resistencia al agrietamiento, la cuál alcanza su máximo entre el 50 y el 60%.

Estas resinas se utilizan en acabados de calidad, pinturas industriales de conservación y comerciales, esmaltes, lacas, barnices, etc.(11)

RESINAS ALQUIDALICAS DE FTALATO DE PENTAERITRITOL

Este tipo de resinas, no se fabrican con contenidos de aceite bajos o medianos, ya que la pentaeritrita se hace más reactiva que la glicerina debido al hidroxilo extra, y las reacciones son más difíciles de controlar. Estas resinas carecen de solubilidad y adherencia. Además, secan al aire más rápidamente y son más duras que las resinas de glicerina de contenido de aceite similar.(11)

Tienen mayor brillo y color inicial, son lavables, resistentes a los ácidos y álcalis, además, su duración es excelente en exteriores y principalmente se usan en pinturas de acabado para construcciones, tanto en interiores como en exteriores.

RESINAS ALQUIDALICAS DE FTALATO DE SORBITOL

El sorbitol contiene 6 grupos hidroxilo y se puede usar para reemplazar la pentaeritrita y la glicerina, total o parcialmente.

El sorbitol, da películas más duras y de secado más rápido que la glicerina, se puede usar en resinas alquídicas pobres en aceite. Sus propiedades son parecidas a las de alquídicas con glicerina. Dichas resinas, con contenido del 30 al 40% de aceite oxidante, se usan sólo en acabados de secado al horno. Con contenido de

aceite del 40 al 50% se emplean en acabados industriales. En concentraciones con más del 50% se utilizan en acabados de mantenimiento y estructuras secadas al aire.

Son las más versátiles en métodos de aplicación, ya que se pueden aplicar a brocha, rodillo y pistola.

Las resinas mencionadas anteriormente, son modificadas con aceites oxidantes, pero también existen aquellas modificadas con aceites no oxidantes, entre los cuáles, se encuentran el de coco, ricino y semilla de algodón.

En la tabla V se muestran propiedades de estos aceites.

Este tipo de resinas proporcionan brillo, adherencia, color, estabilidad, flexibilidad y gran contenido de sólidos a la película.

El aceite más importante usado en estas resinas, es el de coco. Cabe señalar, que las resinas fabricadas a partir de glicerina son las únicas que pueden ser modificadas con éste tipo de aceites; por lo tanto, sólo se hablará de éstas.

ACIDOS GRASOS		ANHIDRIDO FTALICO Porcentaje	DISOLVENTES		SOLIDOS Porcentaje
Porcentaje	Tipo		Porcentaje	Tipo	
30	Soja	43	100	Xilol	40
35	Soja	41	100	Xilol	50
40	Soja	38	100	Xilol	50
45	Soja	35	50	Xilol	50
50	Soja	32	50	Alcoholes minerales	50
55	Soja	30	100	Alcoholes minerales	50
60	Soja	28	100	"	70
65	Linaza	25	100	"	100
70	Linaza	22	100	"	100

Tabla IV: Relación Típica de resinas alquidálicas puras, de aceites oxidantes, que contienen, diversos porcentajes de aceite.

ACEITE	COLOR INICIAL	RETENCION DEL COLOR	FLEXIBILIDAD	BRILLO
Coco	1	1	2	1
Ricino	2	2	1	2
Semilla de algodón	3	3	3	3

Tabla V: Características relativas, de comportamiento de resinas alquidálicas modificadas, con aceites no oxidantes puros, fabricadas con diversos aceites.

1 es el mejor, 3 es el peor.

RESINAS ALQUIDALICAS GLICEROFTALICAS

Las que más se emplean, tienen un contenido de aceite entre un 30 y 50%.

Estas resinas, son útiles en lacas nitrocelulósicas para exteriores de gran calidad, en las que las resinas alquidálicas modificadas con coco, mejoran el brillo inicial, la resistencia a la erosión por formación de gredosidades. La relación de uso entre las alquidálicas y nitrocelulósicas es 1:1. Se emplean también, mezcladas con aminoresinas, para ser aplicadas en acabados industriales, de esmaltes secados al horno de alta calidad. Dichas mezclas, son usadas en esmaltes blancos, los cuáles, tienen gran demanda en refrigeradores y cocinas, ya que resisten lavados frecuentes con jabones y detergentes, resistencia a las grasas, jugos de frutas, etc.

Las resinas alquidálicas de coco, semillas de algodón y de ricino, se usan en éstos esmaltes, con contenidos de aceite del 35 al 40%. Menos aceite, tiende a producir en ellos, poco brillo, flexibilidad, y, con contenido en aceite elevado, se obtiene poca dureza de película.

Las resinas alquidálicas, además de ser modificadas con aceites, ya sean oxidantes o no oxidantes, se emplean además otras sustancias, ya sea combinadas con el aceite ó sólo, tales como; la colofonia, resinas fenólicas,

estireno, siliconas, aceite de tallol, resinas acrílicas, viniltolueno, ácido benzóico, etc., los cuáles, imparten a la resina alquidálica, propiedades diversas, dependiendo del uso que se tiene.(11)

DISOLVENTES

Los disolventes, pueden ser definidos como fluidos ó mezclas de fluidos que son capaces de dispersar o disgregar sustancias para producir composiciones de valor industrial.(13)

Las materias primas para la elaboración de los disolventes industriales son: productos agrícolas, tales como maíz, papas, etc.; productos naturales, tales como petróleo, gas natural, gases derivados de éstos, etc.

Se conocen también como diluyentes, adelgazadores, reductores de viscosidad, etc.

Sus campos de aplicación son; recubrimiento de superficies, adhesivos, textiles, farmacéuticos, películas fotográficas, herbicidas y pesticidas. Pueden ser usados como intermediarios químicos.(13)

Los disolventes usados en los recubrimientos de superficies, se clasifican generalmente en base a su composición química, y es: hidrocarburos, disolventes oxigenados y terpenos.

HIDROCARBUROS

Sus constituyentes son el Carbono e Hidrógeno, éstos a su vez se clasifican en 3 clases:

- 1.- Hidrocarburos cíclicos no saturados (hidrocarburos aromáticos de la serie del benceno), tales como benceno, tolueno, xileno (orto, meta, para), etilbenceno, isopropil benceno y otros derivados alquílicos del benceno como metil, propil y butil benceno.
- 2.- Hidrocarburos cíclicos saturados (naftalenos), tales como ciclopentano, ciclohexano, y sus derivados alquílicos, principalmente de di y tri metilo, etilo y butilo.
- 3.- Hidrocarburos saturados de cadena abierta (parafinas ó alifáticos), por ejemplo; hexano, heptano, octano, nonano, decano, undecano, dodecano y sus isómeros.

Estas tres clases de hidrocarburos, se encuentran en más o menos proporción en los crudos de petróleo, ó se forman durante el proceso de refinado (cracking catalítico, térmico, etc.). El primer grupo, también se encuentra en el alquitrán de hulla.

Por lo general, los hidrocarburos aromáticos tienen una mayor capacidad disolvente, en segundo lugar los naftalenos y por último, las parafinas.(11)

A continuación, en la tabla VI y VII, se muestran propiedades de éstas tres clases.

TABLA VI PROPIEDADES DE LOS HIDROCARBUROS DISOLVENTES

DISOLVENTES	Kg./l	Punto de inflamación °C		Índice de butanol Kauri	Punto de Anilina °C
		Crisol abierto Tag.	Crisol cerrado Tag.		
Disolventes de bajo pto. de eb.					
Aromáticos (Benceno).....	0.885	(-12)	---	107	---
Naftas alifáticas (Hexano).....	0.695	---	(-17)	30-37	49-66
Intervalo de diluyentes de lacas					
Aromáticos (Tolueno).....	0.868	4.4	---	100	---
Naftas aromáticas (Tipo petróleo)	0.838	---	(-6.7)- 4.4	80-90	---
Naftas alifáticas					
heptano diluido.....	0.726	---	(-5.5)- (-3.9)	33-44	54.5- 58.5
octano diluido.....	0.740	---	(-1)	34	58
Intervalo VMP					
Aromáticos (Xileno).....	0.870	---	27.3	93-97	---
Naftas aromáticas (Tipo petróleo)	0.846	---	26.7	70-80	---
Naftas alifáticas:					
VMP normales.....	0.756	---	(-1)	31-33	57
VMP de alto pto.de inflamación	0.756	---	12.8	37-40	54
Intervalo de alcoholes minerales					
Aromáticos (Tipo petróleo).....	0.875	---	37.8	90	---
Naftas aromáticas (Tipo petróleo)	0.864	---	43.0	80-88	---
Naftas alifáticas					
(alcoholes minerales normales)...	0.786	---	40.5	35-45	57
Alifáticos altos					
(alcoholes minerales).....	0.780	---	40.5	32	60
De alto punto de inflamación					
(alcoholes minerales).....	0.798	---	49.0	36-40	52.5
Intervalo del Keroseno					
Aromático (tipo petróleo).....	0.890	---	66.0	88	---
Naftas aromáticas (tipo petróleo)	0.909	---	73.0	77	---
Naftas alifáticas (tipo petróleo)	0.792	---	57.0	27	---

Los valores entre paréntesis son temperaturas bajo cero en °C

DISOLVENTES	Intervalo de destilación (*C)		Composición aproximada en % (en volumen)			
	Punto de ebullición inicial	Destilado el 50%	Punto final	Alifáticos	Naftenos	Aromáticos
Disolventes de bajo pto. de eb.						
Aromáticos (Benceno).....	80	80	80.5	----	----	99
Naftas alifáticas (Hexano).....	64.5-68	66.5-70	68-71.5	75	17	7
Intervalo de diluyentes de lacas						
Aromáticos (Tolueno).....	109	110	144	----	----	99
Naftas aromáticas (Tipo petróleo)	104	110	138	18	25	57
Naftas alifáticas						
heptano diluido.....	93-98	98-100	99-102	31-67	34-55	3-13
octano diluido.....	104	107	113	67	28	5
Intervalo MIP						
Aromáticos (Xileno).....	138	139	143	----	----	99
Naftas aromáticas (Tipo petróleo)	116	132	140	10	15	75
Naftas alifáticas						
MIP normales.....	104	127	149	55	35	10
MIP de alto pto. de inflamación	119	130	146	50	40	10
Intervalo de alcoholes minerales						
Aromáticos (Tipo petróleo).....	159	162	170	----	----	96
Naftas aromáticas (Tipo petróleo)	152	166	208	10	15	75
Naftas alifáticas						
(alcoholes minerales normales)...	154	171	207	45	40	15
Alifáticos altos						
(alcoholes minerales).....	160	176	199	65	20	15
De alto punto de inflamación						
(alcoholes minerales).....	166	177	202	60	22	18
Intervalo del Keroseno						
Aromático (tipo petróleo).....	185	199	219	----	----	92
Naftas aromáticas (tipo petróleo)	193	224	260	13	5	80
Naftas alifáticas (tipo petróleo)	177	218	271	72	12	16

TABLA VII (Estos valores pueden variar considerablemente. Las composiciones mostradas, son para productos específicos registrados, y no son, necesariamente típicos de todos los hidrocarburos comerciales en sus respectivas categorías.)

DISOLVENTES OXIGENADOS

Los disolventes oxigenados, como su nombre lo indica, comprenden aquellos disolventes que contienen oxígeno en sus estructuras moleculares, además del carbono y del hidrógeno.

A diferencia de los hidrocarburos, muchos de los cuales, se encuentran en la naturaleza y solamente requieren una separación y purificación, los disolventes oxigenados son, casi sin excepción, fabricados por diferentes procesos químicos, muchos de los cuales se basan en la fermentación de granos y molasas, ó en la síntesis a partir de hidrocarburos no saturados de bajo peso molecular.

Los disolventes hidrocarburos comerciales, se venden, con la excepción de una pequeña cantidad de aromáticos, como mezclas de algunos hidrocarburos; mientras que los disolventes oxigenados, se venden principalmente con el grado de pureza de los reactivos químicos, con un intervalo de ebullición muy pequeño y un intervalo de evaporación definido.

Por lo general, los disolventes oxigenados tienen una acción disolvente más poderosa, especialmente para las resinas sintéticas y los altos polímeros, que los hidrocarburos, pero éstos son mejores disolventes para muchas resinas naturales.

Una importante aplicación de los disolventes oxigenados, se encuentra en la formulación de lacas de nitrocelulosa, dividiéndose en disolventes activos y latentes. Se usan también, en gran número de resinas y altos polímeros, en la composición de las lacas de vinilo, lacas celulósicas, soluciones de goma laca, barnices al alcohol, etc.

Como disolventes oxigenados se encuentran los alcoholes, ésteres, éteres de glicol y cetonas.

Entre los alcoholes, usados en recubrimientos de superficies están; alcohol metílico, etílico, n-propanol, isopropanol, n-butanol, butanol secundario, alcohol amílico, alcohol metilamílico, etc.

Entre los ésteres; acetato de metilo, acetato de etilo, acetato propílico, acetato isopropílico, acetato de butilo, acetato de amilo, lactato de etilo, etc.

Como ejemplo de éteres de glicol; metil cellosolve, cellosolve, butilcellosolve, carbitol, etc.

De cetonas como ejemplo se tienen; acetonas, metiletilcetona, metilisobutilcetona, óxido de mesitilo, alcohol diacetónico, isoforona, ciclohexanona, diisobutilcetona, etc.(11)

Las propiedades químicas de disolventes oxigenados se dan en las tablas VIII a X, complementadas por la

solubilidad de las resinas, en dichos disolventes, en las
tablas XI y XII.

TABLA VIII PROPIEDADES DE LOS ALCOHOLES

TIPO	Kg./l	Intervalo de ebullición °C	Velocidad (a) de evaporación	Punto de inflamación °C (b)
Alcohol metílico	0.792	64 - 66	3.5	11
Alcohol etílico	0.814	77 - 79	1.7	7.2
Alcohol isopropílico	0.790	81 - 82.5	1.7	20.5
Alcohol n-propílico	0.805	96 - 98	1.1	32.2
Alcohol sec-butílico	0.807	98 - 101	1.0	29.4
Alcohol isobutílico	0.802	101 - 111	0.7	43.5
Alcohol n-butílico	0.810	116 - 119	0.5	43.5
Alcohol sec-amílico	0.809	117 - 124	0.5	43
Metilisobutilcarbinol	0.808	130 - 132.5	0.3	54.5
Alcohol amílico (mezcla de isómeros)	0.812	121 - 139	0.3	43.5
Ciclohexanol	0.950	157 - 163	0.1	77

- (a) Comparado con la velocidad de evaporación del acetato de n-butilo que se le asigna un valor de 1.0
- (b) Crisol abierto Tag. ASTM D1310-56 (Prueba basada en colocar el líquido a examinar, sobre un crisol, al cual se le mantiene abierto a lo largo de la prueba.)

Propiedades de los disolventes activos

Tipo	kg/l	Pureza de %	Intervalo de ebullición °C	Velocidad de evaporación ^a	Punto de inflamación °C ^b
Acetona	0,790	99	54,5 - 57	7,7	- 18,9
Metilacetona	0,904	82	52,5 - 54,5	6,8	- 15
Tetrahidrofuran	0,890	—	64,5 - 66,5	5,8	- 15
Dicloruro de etileno	1,255	99	82 - 83,5	5,8	21,1
Metilcloruro	0,805	99	79 - 80	4,6	1
Acetato de etilo (85 %)	0,805	85	70 - 85	4,2	4,3
Acetato de etilo (97 %)	0,805	97	72,5 - 86,5	4,1	4,5
Acetato de isopropilo (85 %)	0,868	95	83,5 - 90	3,1	12
Acetato de isopropilo (85 %)	0,862	85	81 - 94,5	3,0	12
Acetato de n-propilo	0,893	—	—	2,2	—
Metil n-propilcetona	0,806	99	101 - 107	2,0	12,8
Acetato de <i>tert</i> -butilo	0,862	90	104 - 125,5	1,8	29,4
Metiln-butilcetona	0,802	99	114 - 117,5	1,6	27
Acetato de <i>n</i> -butilo	0,869	96	114 - 118	1,5	31
Nitrometano	1,137	—	101	1,4	44
Nitroetano	1,050	—	114	1,2	41
2-Nitropropano	0,990	—	120	1,2	39
Metil n-butilcetona	0,816	87	114 - 137,5	1,0	35
Acetato de <i>n</i> -butilo	0,874	90	110 - 144,5	1,0	32,2
Óxido de acetilo	0,854	97	120 - 135	0,9	37
Acetato de acetamido	0,860	92	121 - 143,5	0,8	43,5
1-Nitropropano	1,002	—	188	0,7	39
Acetato amilico (isómeros mez- clados)	0,860	85	121,5 - 154,5	0,6	43,5
Metilcelosolve	0,965	99	121 - 126,5	0,5	40,5
Acetato de metilamilo	0,855	95	139 - 147	0,5	44,5
Metil n-amilcetona	0,817	95	147 - 153,5	0,4	46
Acetato de metilcelosolve	1,005	99	142,5 - 145	0,3	55
Ciclohexanona	0,944	98	152 - 157	0,3	46,6
Disolublexona	0,805	95	165,5 - 175,5	0,1	54,6
Lactato de etilo	1,012	98	119 - 176,6	0,2	60
Alcohol dietílico	0,940	99	150 - 175,5	0,2	66,6
Acetato de celosolve	0,972	95	145 - 166,5	0,2	50
Cellosolve	0,930	99	132,5 - 137,5	0,2	57
Butilcelosolve	0,900	99	163 - 174	0,1	74
Butilcarbitol	0,954	96	135 - 232	- 0,1	110
Acetato de butilcelosolve	0,942	99	158 - 197	- 0,1	82
Lactato de butilo	0,979	97	145 - 230	- 0,1	80
Carbitol	1,025	—	189 - 202,5	- 0,1	94
Isocarona	0,922	98	204,5 - 220	- 0,1	36
Metilcarbitol	1,035	—	190 - 193,5	- 0,1	93

^a Comparado con la velocidad de evaporación del acetato de *n*-butilo que se le asigna el valor de 1,0

^b Círculo abierto Tag. ASTM 111310-56

Nota. - Los disolventes con velocidades de evaporación más altas que 3,0 se consideran como hervidores bajos. Los que tienen velocidades de 0,8 a 3,0 se consideran hervidores medios. Aquellos con velocidades de evaporación menores que 0,8 se consideran hervidores altos.

Tabla IX

Tabla X Propiedades de los disolventes activos

Tipo	Relación de dilución ^a		Viscosidad de la solución de nitrocelulosa ^b	Resistencia al rubir ^c
	Tolueno	Nafta alifática		
Acetona	4,4	0,8	8	-23
Metilcetona	3,1	0,9	22	-23
Tetrahidrofurano	2,9	1,1	17	43
Dicloruro de etileno	—	—	—	—
Metilacetona	4,3	0,9	10	45
Acetato de etilo (85 %)	3,3	1,3	15	38
Acetato de etilo (97 %)	—	—	20	50
Acetato de isopropilo (95 %)	2,8	1,2	20	63
Acetato de isopropilo (85 %)	3,0	1,2	22	62
Acetato de n-propilo	3,1	1,4	21	76
Metil, n-propilcetona	4,0	1,0	15	69
Acetato de n-butilo	2,6	1,2	23	76
Metiln-butilcetona	3,6	1,0	19	78
Acetato de isobutilo	2,7	1,1	—	—
Nitrometano	—	—	36	—
Nitroetano	—	—	35	86
2-Nitropropano	—	—	45	—
Metil, n-butilcetona	—	—	—	—
Acetato de n-butilo	2,6	1,5	28	83
Oxido de metilo	4,0	1,0	22	82
Acetato de sec-amilo	2,2	1,0	38	89
1-Nitropropano	—	—	55	—
Acetato amilico (isómeros mezclados)	2,1	1,2	40	90
Metilcellosolve	4,0	—	—	—
Acetato de metilamilo	1,7	1,0	52	92
Metil, n-amilcetona	3,9	1,2	25	93
Acetato de metilcellosolve	2,3	0,6	62	87
Ciclohexanona	—	—	74	92
Diisobutilcetona	1,5	0,8	64	95
Lactato de etilo	5,0	0,7	160	82
Alcohol diacetico	3,4	0,6	153	87
Acetato de cellosolve	2,5	0,9	68	90
Cellosolve	4,9	1,1	75	65
Butilcellosolve	3,3	1,8	114	93
Hexacarbitol	—	—	210	90
Acetato de butilcellosolve	—	—	94	95
Lactato de butilo	5,2	2,7	—	—
Carbitol	1,9	0,2	—	—
Isotona	6,8	1,0	104	97
Metilcarbitol	—	—	—	—

^a Proporción de diluyente y disolvente activo en peso en una solución al 8% de nitrocelulosa RS de 1/2 s en el punto de insolubilidad de resina. Véase ASTM D1134-53.

^b Viscosidad en poises de una solución de nitrocelulosa RS de 1/2 s al 8%.

^c Humedad relativa por ciento a 26,7°C cuando se presenta el rubir durante la evaporación del disolvente de una solución al 8% de nitrocelulosa RS de 1/2 s.

Tabla XI Solubilidad de resinas en disolventes

Disolventes	Goma laca	Colofonia	Goma éter	Nitrocelulosa RS	Etil-celulosa
Alcoholes:					
Alcohol metílico	S	PS	I	S	S
Alcohol etílico	S	S	S	I	S
Alcohol isopropílico	S	—	PS	I	PS
Alcohol n-propílico	PS	S	S	I	S
Alcohol n-butílico	S	—	PS	I	—
Alcohol amílico	S	—	S	I	S
Metilsobutylcarbidol	PS	S	S	I	S
Esteres:					
Acetato de etilo	S	S	S	S	S
Acetato de isopropilo	S	S	S	S	S
Acetato de n-propilo	I	—	S	S	S
Acetato de n-butilo	I	S	S	S	S
Acetato de n-hexilo	I	S	S	S	S
Acetato de amilo	SS	S	S	S	S
Acetato metilamílico	I	—	S	S	—
Acetato del éter etilenglicolmono- metílico	PS	S	S	S	S
Acetato del éter etilenglicolmono- etilico	S	S	S	S	S
Lactato de etilo	S	—	PS	S	S
Cetonas:					
Acetona	PS	S	S	S	S
Metilacetona	PS	S	S	S	S
Metilsobutilcetona	I	S	S	S	—
Oxido de metilo	PS	S	S	S	S
Alcohol diacetílico	S	S	SS	S	S
Isobutona	SH	S	S	S	—
Eteres de glicol:					
Éter etilenglicolmonometílico	S	S	PS	S	S
Éter etilenglicolmonometílico	S	S	S	S	S
Éter etilenglicolmonobutílico	S	S	S	S	S
Éter dietilenglicolmonometílico	S	SH	S	S	—
Éter propilenglicolmonometílico	S	S	S	S	—
Eteres:					
Éter etílico	I	S	S	I	S
Éter isopropílico	I	S	S	I	S
Nitroaromas:					
Nitroretano	S	S	S	S	I
Nitrobeno	S	S	S	S	S
1-Nitropropano	S	S	S	S	S
2-Nitropropano	S	S	S	S	S

S, soluble; SS, ligeramente soluble; I, insoluble; SC, soluble turbio; PS, parcialmente soluble; SH, soluble en caliente.

Tabla XI Solubilidad de resinas en disolventes

Disolventes	Acetato de celulosa	Butilato acetato de celulosa	Cloruro de vinilo	Acricas	Alifaticas no secantes
Alcoholes					
Alcohol metílico	I	I	I	I	PS
Alcohol etílico	I	I	I	I	PS
Alcohol isopropílico	I	I	I	I	SC
Alcohol n-propílico	I	I	I	I	PS
Alcohol n-butílico	I	I	I	I	PS
Alcohol sec-butílico	I	I	I	I	PS
Alcohol amílico	I	I	I	I	—
Metilisobutylcarbanol	I	I	I	I	I
Esteres:					
Acetato de etilo	SS	S	S	S	S
Acetato de isopropilo	I	—	S	S	S
Acetato de n-propilo	S	I	S	S	S
Acetato de n-butilo	I	I	S	S	S
Acetato de sec-butilo	I	I	S	S	S
Acetato de amilo	I	I	S	S	S
Acetato metilamílico	I	—	S	S	S
Acetato del éter etilenglicolmonomelicó	S	—	S	—	S
Acetato del éter etilenglicolmonooctílico	S	—	S	S	S
Lactato de etilo	S	I	S	—	S
Cetonas:					
Acetona	S	S	S	S	S
Metilacetona	N	—	S	S	S
Metilisobutylcetona	I	—	S	S	S
Oxido de metilo	PS	—	N	—	S
Alcohol dietacético	N	S	S	—	S
Isobutona	S	—	S	—	S
Eteres de glicol					
Éter etilenglicolmonomelicó	N	—	N	—	N
Éter etilenglicolmonooctílico	I	—	I	—	N
Éter etilenglicolmonobutílico	I	—	I	—	N
Éter dietilenglicolmonooctílico	I	—	I	—	N
Éter propilenglicolmonomelicó	I	I	I	N	N
Eteres:					
Éter etílico	I	—	I	—	—
Éter isopropílico	I	—	I	—	—
Nitroparafinas					
Nitrometano	S	S	S	S	N
Nitroetano	S	S	S	S	N
1-Nitropropano	S	S	S	S	N
2-Nitropropano	S	S	S	S	N

S, soluble; SS, ligeramente soluble; I, insoluble; SC, soluble turbio; PS, parcialmente soluble; SH, soluble en caliente.

TERPENOS

Los compuestos químicos conocidos como terpenos, forman la base de un importante grupo de disolventes usados en la industria de los recubrimientos.

Su estudio es independiente a los anteriores, ya que todos se obtienen comercialmente de la resina de pino, y consisten en hidrocarburos, alcoholes, cetonas y éteres, con características y estructura química diferente, a los citados anteriormente.

Su poder disolvente es menor al de los disolventes oxigenados y los hidrocarburos.

Algunos de sus usos son; aditivos para incrementar fluidez, brillo en recubrimientos, agentes inhibidores, dilución de acabados para construcción, etc.

Como ejemplos de terpenos se encuentran; la trementina de goma y madera, dipenteno, aceite de pino, etc.(11)

Propiedades de éstos disolventes, son mostrados en la tabla XIII.

Muchos de los disolventes examinados anteriormente, se pueden intercambiar en su uso, sin graves alteraciones técnicas del producto, al cuál se adicionan. De acuerdo con esto, su elección se hace sobre una base económica, debiendo considerarse la relación variable de precios,

principalmente entre disolventes activos y alcoholes. Cabe señalar, que debe tomarse en cuenta el peso específico de los disolventes, ya que la mayoría se venden por kilos y las lacas y esmaltes por litros, y los disolventes con poca densidad son más baratos, a igual precio por kilo.

DISOLVENTES	Kg/l	INTERVALO DE EBULLICION °C		PUNTO DE ANILINA °C
		INICIAL	95 % (a)	
Trementina de goma	0.865	149	171	10
Trementina de madera	0.864	154	171	24
Dipenteno	0.86	154	182	16
Aceite de pino	0.9	171	216	0.

Tabla XIII: Propiedades, de los disolventes terpenos comerciales.

a Los disolventes, en la tabla, no tienen punto de ebullición final definido, porque dejan un pequeño residuo de destilación que está formado por terpenos polimerizados resinosos.

MODIFICANTES

Como se mencionó anteriormente, éstas materias primas, tienen la propiedad de cambiar ó modificar el comportamiento de la película cubriente, dentro de éste grupo, se encuentra toda una gama de materiales, cuyas propiedades proporcionarán ó evitarán ciertas características a la película, entre ellos se encuentran los plastificantes, agentes de dispersión, de mojado, de antisedimentación, fluidificantes, etc.

PLASTIFICANTES

Son compuestos orgánicos de alto peso molecular, neutros e insolubles en agua; los más utilizados son los ésteres de ácidos y alcoholes pesados.

Algunas de las propiedades que deben reunir, son;

- 1.- Deben tener baja volatilidad, para reducir la evaporación de los recubrimientos de superficies.
- 2.- Efectividad. Dicha efectividad, depende de las propiedades requeridas por el recubrimiento, que van desde simple flexibilidad, a combinación de la misma con otras propiedades, como la dureza.
- 3.- Buena flexibilidad a baja temperatura.

- 4.- Estabilidad. Deben de resistir a la humedad, oxígeno, luz, calor, agentes químicos, a la llama, etc.
- 5.- Poca solubilidad en agua, para que no sean extraídos de la película, por acción del agua sobre la misma.
- 6.- Los plastificantes usados en recubrimientos para envases de alimentos, ropas, aplicaciones quirúrgicas, etc., deben estar libre de olor, sabor y toxicidad.(11)
- 7.- No deben tener un color elevado, puesto que de lo contrario, disminuirá su utilidad como plastificante.

Proporcionan a la película, flexibilidad, tenacidad y adherencia.

Como ejemplos de plastificantes, utilizados en recubrimientos, se tienen:

Aceltes epoxidados

Oleatos

Estearatos

Poliésteres

Bifenilos clorados

Parafinas cloradas

Ftalatos

Fosfatos

Adipatos

Sebacatos

Hexoatos

Sulfonamidas.

ACEITES SECANTES, SEMISECANTES Y NO SECANTES

Son sustancias orgánicas de cadena larga, principalmente, son triglicéridos de los ácidos grasos.

La naturaleza del ácido graso contenido en el aceite, es el factor principal, que determina las características de éste.(11)

Desempeñan un papel muy importante en la modificación de las resinas, ya que la proporción que es añadida a la resina, le dará a ésta, diversas propiedades, algunas de ellas son:

- Buena velocidad de secado
- Impermeabilidad a la humedad
- Duración de brillo
- Resistencia al agrietamiento
- Resistencia a álcalis
- Dureza de película

Como ejemplo de aceites secantes, se encuentran:

Linaza

Tung

Aceites de pescado

Oiticica

Cártamo

Aceites semisecantes:

Soja

Aceites no secantes:

Aceite de isano

Coco

Oliva

Ricino

Semilla de algodón

La mayor parte de los aceites son de origen natural.

Como norma, se tiene, que cuanto mayor es el índice de yodo (grado de insaturación del aceite) en los aceites, éstos, secan más rápidamente y producen películas más resistentes, más lustrosas y más compactas.(15)

AGENTES HUMECTANTES O DE MOJADO

Proporcionan una gran ayuda para la dispersión del pigmento en el vehículo, puesto que, de la dispersión del pigmento, dependen las propiedades de la película.

La mayoría de los pigmentos usados en recubrimientos de superficie son, inorgánicos, y éstos, a su vez, en general son hidrofílicos, es decir, que son atraídos por el agua.

Los pigmentos de tamaño de partícula grande y baja adsorción de aceite, tienden a mojarse más fácilmente que los pigmentos finos, que generalmente son orgánicos.

Los vehículos varían en su capacidad para mojar y dispersar a los pigmentos. La presencia de grupos polares, generalmente, contribuye a favorecer la molienda de vehículos. El uso de vehículos de molienda eficaces, es parte de la técnica, de una dispersión acertada. La mala mojabilidad de los pigmentos, añadido, a una dispersión lenta y difícil, produce la floculación (caída) del pigmento, alta viscosidad, poca fluidez, menor brillo y otras características desfavorables.

La tensión interfacial, es la fuerza que retarda la mojabilidad de los pigmentos por los líquidos. Los vehículos de molienda, deben tener una tensión superficial baja. Esta fuerza atractiva entre las moléculas de un líquido, reduce la superficie exterior de un gota, a un

Área tan pequeña como sea posible, dentro de las limitaciones de las fuerzas externas, tales como la gravedad. Los líquidos con gran tensión superficial, no mojan los sólidos tan fácilmente, como los de tensión superficial baja, puesto que la atracción de las moléculas de los líquidos es mayor que, las fuerzas de atracción con los sólidos.(11)

Por tales razones, los agentes humectantes, consisten en grupos altamente polares, unidos a cadenas de carbono largas. Los grupos polares son atraídos por las partículas de pigmento, y las cadenas de carbono son solubles en los vehículos orgánicos, atrayéndose entre sí, pigmentos y vehículo.

Los agentes humectantes, facilitan la dispersión, ya que ayudan al vehículo a penetrar en los aglomerados de partículas de pigmento amontonadas, desalojan el aire de los interiores, separan las partículas del pigmento y rodean a cada partícula, con vehículo líquido. Ayudan en las operaciones normales de molienda, en las que se realizan las funciones por medios mecánicos, tales como el esfuerzo cortante y el impacto.

Los agentes humectantes, deben ser eficaces en proporciones no mayores del 1% de la composición total, ó, de otra manera, afectan las propiedades de las películas.(11)

Hay numerosas clases de agentes humectantes, tales como alcoholes, fenoles, ácidos grasos, aminas, ésteres, éteres, jabones metálicos, etc.

Entre los agentes humectantes específicos, usados en recubrimientos, se encuentran; naftenato de zinc, resinato de zinc y lecitina de soja. Algunos otros, son conocidos por su nombre comercial; Duponol ME, pertenece a E.I. duPONT de Nemours & Co.; Santomerse D., de Monsanto Chemical Co.; Tenlo-70, de Griffin Chemical Co., etc.

Otros nombres que se les dá a éstos agentes, son; agentes dispersantes, agentes surfactantes, etc.(11)

FUNGICIDAS

En el uso de fungicidas, en los recubrimientos de superficies, existen 3 aspectos distintos.

El primero, es la protección de los sustratos de cualquier clase, contra la descomposición, putrefacción, enmohecimiento u otras formas de crecimiento de hongos. Al parecer, no sólo crecen en madera y materiales orgánicos, sino también, sobre sustratos inorgánicos, tales como metales y vidrio, con serias consecuencias para la maquinaria, equipo y aparatos de todas clases, sobre todo en climas calientes y húmedos.

El segundo, es prevenir el crecimiento de moho en las superficies de los recubrimientos de aplicación. En acumulaciones de orfn, pueden causar deterioros en la película, por ejemplo, destrucción del brillo, baja resistencia de la película, poca adherencia y resistencia a la abrasión.

El tercero, es la eliminación de la descomposición putrefaciente de las pinturas de látex.

Los hongos y mohos, que producen enmohecimiento ó descomposición, son la forma más simple de vida vegetal. Se han identificado 18000 especies. Se pueden clasificar en dos grupos principales, desde el punto de vista práctico:

los que producen moho en la superficie y, los que producen descomposición y putrefacción.

El primer grupo, destruye las superficies donde crece. Su acción, puede manifestarse como manchas poco visibles y decoloración, pero también, puede reaccionar químicamente con el recubrimiento. Como ejemplo de éste grupo, se encuentra el "aspergillus niger".

El segundo grupo, los agentes putrefactores, tienen la capacidad de liberar enzimas, que hidrolizan los materiales orgánicos, como madera, papel, fibras textiles, y además, producen descomposición química de la estructura, como ejemplo, se tiene a el "chaetomium globosum".

Los hongos exhiben actividad química diversa. Son capaces de producir sustancias, tales como los ácidos cítrico, oxálico y acético; alcoholes, grasas, ácidos grasos y muchos antibióticos compuestos.

Su temperatura óptima de crecimiento, es alrededor de 27° C, aunque su desarrollo puede continuar a 1°C. Se alimentan de cualquier tipo de materia orgánica; suciedad, polvo y organismos del aire. La humedad, es el factor más importante, en la estimulación del crecimiento de la oxidación. Generalmente se requiere un mínimo de humedad del 30%. (11)

INHIBIDORES DE CORROSION

La decoloración de la pintura, causada por el moho, es uno de los problemas, en los que se utiliza inhibidores de corrosión.

En recubrimientos de superficies, con mayor contenido de aceite y más ablandamiento, la tendencia del desarrollo de mohos, es mayor. Sin embargo, puede aparecer, en lacas de secado duro y esmaltes de secado al horno.

El enmohecimiento, se extiende, más en áreas que estén templadas y húmedas, tales como lugares sombríos de edificios, paredes de sótanos, fábricas de conservas, tahonas y fábricas de cervezas. Además, puede aparecer en lugares con suficiente cantidad de suciedad, polvo ó partículas.

El óxido de zinc, es un fuerte inhibidor de ésta corrosión, utilizado en pinturas de aceite.

Los extendedores de carbonato de calcio, (rellenadores), tienen también, un considerable poder inhibidor de enmohecimiento. El óxido cuproso, es un inhibidor poderoso, pero su uso está restringido a pinturas de colores oscuros.

Algunos otros inhibidores eficaces de corrosión, son; succinato de difenil mercurio dodecenilo, quinolinolato de

cobre, naftenatofenil mercurio, naftenato de zinc, naftenato de cobre, butrol, etc.

Los inhibidores de corrosión, pueden ocupar, hasta el 1% de la pintura total.(11)

PIGMENTOS

Son sustancias formadas por partículas de pequenísimos tamaño, es decir, desde 0.01 micras, sin exceder a 1 micra(11), insolubles en el medio de suspensión (aglutinante y disolvente) y que aportan a la película, su aspecto mate ó brillante, su poder reflector de radiaciones, su poder aislante y, particularmente, su color.(14) El aglutinante (resina), junto con el pigmento, constituyen la parte no volátil de la película de pintura líquida.(11)

Se clasifican, según su naturaleza, en orgánicos e inorgánicos, y se subclasifican, a su vez, de acuerdo a su color. Los pigmentos orgánicos son, generalmente, inferiores a los inorgánicos, en cuanto a su solidez a la luz, resistencia al calor, y tendencia a disolverse en aceites, jabones y disolventes.

Lo que se requiere en un pigmento, es; finura de granos (granulometría), estabilidad de color, poder colorante elevado, inercia química y opacidad, con el fin de dar a la pintura, una homogeneidad y poder cubriente, óptimos.

Los pigmentos usados, pueden ser naturales (óxidos y minerales pulverizados) ó sintéticos.

En las pinturas, en que la formación de la película, depende de un proceso de oxidación, el vehículo se seca,

contrayéndose, por acción del oxígeno del aire; entonces, el pigmento, que por ser sólido no se contrae, llena la pintura, e impide la formación de pequeños huecos ó grietas.

A continuación, se muestran ejemplos de pigmentos inorgánicos y orgánicos.

- Pigmentos Inorgánicos

Rojos:

Rojos de óxido de hierro

Rojo veneciano

Rojo cadmio

Bermellón inglés

Ferrocianuro de cobre

Rojo de plomo

Anaranjados:

Anaranjado de cromo

Anaranjado de molibdato

Anaranjado mineral

Amarillos:

Amarillo de cromo

Amarillos de óxido de fierro

Amarillos de zinc

Amarillos de cadmio

Verdes:

Verde de cromo; que es: amarillo de cromo + azul de hierro

Oxido verde de cromo

Verde de zinc = amarillo de zinc + azul de hierro

Azules:

Azules de hierro

Azul ultramar

Blancos:

Blanco de plomo

Oxido de zinc

Dióxido de titanio

Trióxido de antimonio

Negros:

Negros de antimonio

Negros de humo

Negros de carbón

Luminiscentes:

Mezcla en distintas proporciones de sulfuro de cinc y sulfuro de cadmio con plata ó cobre, como activadores.

- Pigmentos Orgánicos

Rojos:

Rojos litol = ácidos naftilsulfónicos + Beta-naftol
Rojos para = rojo paranitroanilina diazoada + Beta-naftol
Rojo para clorado = rojo para + 1 átomo de cloro
Rojo de alizarina = 1,2-dihidroxi-antraquinona
Rojos BON = ácido, beta-hidroxixaftoico + aminas

Anaranjados:

Anaranjado ortonitranilina = ortonitranilina + Beta-naftol
Anaranjado dinitranilina = dinitranilina + Beta-naftol
Lacas anaranjadas

Amarillos:

Amarillo de holanda = bencidinatetrazoada + ác. salicílico +
bisulfato sódico
Lacas amarillas

Verdes:

Verde de ftalocianina
Verdes fosfotúngticos = disolución de fosfato + tungstato +
lejía (ácido graso)

Azules:

Azul de ftalocianina
Azul indantrona = indantreno

Rojos anaranjados:

Rodaminas

Amarillos a verdes:

Tioflavina T

Auraminas

Los pigmentos de mayor uso, en recubrimientos de superficies, debido a su propiedad de inhibir la corrosión, son; minio, carbonato básico de plomo (albayaide), cromato de plomo (naranja de plomo), óxido de cinc, polvo de cinc, tetroxicromato de cinc.(11)

CARGAS O EXTENDEDORES

Las cargas ó extendedores, son pigmentos de bajo precio, que aportan nula o casi nula coloración, pero que, desempeñan un papel importante en la resistencia mecánica y química de la película; así, por ejemplo, el talco y la mica, tiene un papel protector contra la humedad.

Se utilizan, además, como soporte ó suspensión de pigmentos, para evitar la formación de una torta dura, debida a un prolongado tiempo de almacenamiento.(11)

El uso de cargas, disminuye ligeramente el precio de las pinturas.

Algunos ejemplos de cargas, son:

Sulfato de bario

Silicato de magnesio

Caolín

Carbonato de calcio

Bióxido de silicio, etc.

Como se observó anteriormente, es extensa la cantidad de materias primas, que se utilizan para la elaboración de pinturas alquidáticas. Algunas de ellas, desempeñan varios papeles importantes a la vez, no solamente actúan, ya sea como aceites secantes, sino también como plastificantes, dispersantes, inhibidores, etc.

Gracias a ésta extensa gama de propiedades que experimentan, pueden ser usadas de la mejor forma, para obtener una pintura alquídica, con propiedades y características, de acuerdo al uso específico que se le desee dar.

CAPITULO IV

En este capítulo se darán a conocer los métodos ó pruebas y especificaciones, así como también los sistemas de muestreo, generales que se llevan a cabo en el control de calidad de materia prima, usada en la elaboración de pinturas alquidálicas. A continuación, se enumeran específicamente, las pruebas aplicadas a pigmentos, disolventes y conjuntamente, resina (aglutinante) y modificantes.

PIGMENTOS Y CARGAS

Adsorción de aceite

Por ciento (%) de humedad

Molienda (finura, tamaño de partícula)

Gravedad específica

Sangrado

Afloramiento

Poder cubriente

Solidez al exterior

Solidez a la luz

Solidez a los ácidos y álcalis

Solidez al horneado

DISOLVENTES

Olor

Acidez

Gravedad específica

Ambito de destilación

RESINA (AGLUTINANTE) Y MODIFICANTES

Viscosidad

Gravedad específica

Ambito de solubilidad

Color

Claridad y limpieza

Pruebas a PIGMENTOS

Método ASTM D-281-84 (Adsorción de aceite por el método de la espátula Rub-Out)

1.- Alcance

1.1 Este método de prueba comprende la determinación de adsorción de aceite por los pigmentos por la técnica de la espátula Rub-Out.

2.- Documentos aplicables

2.1 Estándares ASTM:

D234 Especificación para aceite de linaza crudo.

D1483 Método de prueba para la adsorción de aceite por pigmentos por el método Gardner-Coleman

3.- Resumen del método

Una pasta de aceite se forma por la adición por goteo de aceite de linaza al pigmento, que ésta siendo perfectamente frotado con una espátula. La cantidad de aceite requerido para producir el punto final, es usado para calcular el valor de adsorción de aceite.

4.- Significado y uso

4.1 El valor de adsorción de aceite obtenido por éste método de prueba, dá información acerca de la demanda

de vehículo, cuando éste es usado en una pasta de pigmento. Los valores de adsorción de aceite, pueden ser usados para caracterizar los pigmentos ó lotes, de un pigmento dado.

4.2 Este método difiere del método de prueba D1483, en que éste, involucra sólo una agitación suave y pliegue del pigmento, mientras que, el método que se está tratando, requiere una frotación perfecta. Debido a que los puntos finales son diferentes, los valores obtenidos por ambos métodos, generalmente difieren en poca cantidad.

5.- Aparatos y materiales

5.1 Balanza con precisión de 0.01g

5.2 Frasco-gotero con pipeta y bulbo frotador, ó una pipeta graduada con divisiones de 0.1 ml.

5.3 Un plato Rub-Out de vidrio pulido.

5.4 Espátula afilada, de acero, que tenga una hoja de 1/2 ó 3/4 por 4 pulgadas (15 ó 20 mm. por 100 mm.).

5.5 Aceite de linaza, crudo, conforme a las especificaciones D234. Se puede usar también el aceite de linaza refinado.

6.- Procedimiento

Procedimiento A (Pesado del frasco)

Pesar exactamente 1g. de cualquier pigmento, ó múltiplo de éste(1), seco y colocarlo sobre el plato de vidrio.

Pesar con precisión de 0.1g. un frasco gotero, conteniendo aceite de linaza crudo, junto con la pipeta y el bulbo frotador. Adicionar al pigmento gradualmente, el aceite de linaza crudo, gota a gota por medio de la pipeta. Después de la adición de cada gota, incorporar perfectamente el aceite, por frotamiento con la espátula. La prueba se completa cuando ha sido incorporado exactamente el aceite suficiente al pigmento, para producir una pasta bastante consistente, que no se rompa ni se separe.

Pesar el frasco y el aceite con una precisión de 0.1g. y determinar por diferencia de peso, el aceite utilizado.

Nota 1

La especie pesada, depende de la gravedad específica, finura y otras características del pigmento. Por ejemplo, 20g. son suficientes para el blanco de plomo, pero aproximadamente 1g., es suficiente para el negro de carbón.

Procedimiento B (Bureta)

Seguir el procedimiento A, excepto que el aceite de linaza se adiciona con una bureta. Calcular el peso del aceite en g., multiplicando el volumen de aceite usado, por su densidad (0.93g/ml.).

Se sugiere, que cuando un pigmento nuevo va a ser examinado, se haga una prueba preliminar, para determinar una aproximación del punto final. Una vez que se ha establecido éste, la determinación actual, debe de hacerse con una adición más lenta del aceite y una frotación más vigorosa en la región crítica, con el fin de permitir una mayor precisión del punto final de adsorción de aceite.

7.- Cálculos

Del peso del aceite y del pigmento usado en la prueba, calcular, el número de libras de aceite requerido, para exactamente 100 libras de pigmento ó, g. aceite/100g. pig.

8.- Informe

Informar lbs.aceite (g.)/100 lbs. pigm.(g.)

9.- Precisión

Los siguiente criterios, pueden ser usados para juzgar la precisión de los resultados a un 95% de confiabilidad.

9.1 Repetibilidad. Dos resultados obtenidos por un sólo operador, pueden considerarse sospechosos, si difieren en más de 14.3%

9.2 Reproducibilidad. Dos resultados obtenidos por operadores, en diferentes laboratorios, pueden considerarse sospechosos, si difieren en más de un 38%.(19).

Método ASTM-D280-81 (Humedad Higroscópica (y otros materiales volátiles bajo las condiciones de prueba) en pigmentos)

1.- Alcance

Este método cubre los procedimientos para la determinación de humedad higroscópica y otros materiales volátiles, bajo las condiciones de prueba, en pigmentos.

Método A (Para pigmentos que no se descomponen a 110°C)

2.- Aparatos

2.1 Pesafiltro de boca ancha, cilíndrico, de vidrio, de 30mm. de altura y 70mm. de diámetro, provisto con un tapón esmerilado. O en otro caso, un plato para humedad de aluminio, de 90mm. de diámetro y 50mm. de profundidad, con una cubierta de aluminio.

2.2 Un horno que mantenga una temperatura de $110 \pm 2^\circ\text{C}$

2.3 Balanza Analítica.

3.- Procedimiento.

Pesar exactamente el pesafiltro de vidrio, con tapón, ó el plato de aluminio con cubierta. Colocar una muestra de 3 a 5 g. de pigmento en el pesafiltro, perfectamente limpio y seco. Poner el tapón y pesar con una precisión de 0.1mg. Sustraer el peso de la vasija, del peso total, para obtener

el peso de la muestra usada. Quitar la tapa ó cubierta, y colocar ésta y el pesafiltro, en un horno, que haya sido previamente calentado a $110 \pm 2^\circ\text{C}$. Calentar por 2 hrs. a una temperatura de 105 a 110°C . Retirar la tapa ó cubierta, enfriar en un desecador y pesar. Calcular el peso perdido en % de humedad y otros materiales volátiles.

Método B (Para pigmentos que se descomponen a 110°C)

4.- Aparatos

4.1 Pesafiltro de vidrio

4.2 Manómetro de tubo abierto de vidrio, de 6mm. de diámetro, lleno de mercurio hasta aprox. 860mm., conectado a una T, unida al desecador y a una bomba de vacío.

Nota.

La diferencia de niveles del mercurio en el manómetro, cuando el sistema está en operación, restada a la barométrica, tomada al mismo tiempo, da la presión del sistema en mm. de Hg.

4.3 Desecador de vidrio, con tapa horadada, construido con paredes pesadas, para soportar un vacío de 3mm. de Hg. El hoyo al lado, puede ser cerrado con un tapón.

4.4 Bomba de vacío de aceite.

Capaz de hacer vacío de hasta 3mm. de Hg.

ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

4.5 Balanza Analítica.

5.- Procedimiento

Pesar exactamente el pesafiltro con tapa. Colocar una muestra de 1 a 3 g. de pigmento en el pesafiltro, perfectamente limpio y seco, colocar la tapa y pesar con precisión de 0.1mg. Restar el peso de la vasija, al peso total, para obtener el peso de la muestra usada. Quitar la tapa, poner ésta y el pesafiltro en el desecador, que contenga perclorato de magnesio, anhidro y fresco. Cerrar el desecador, encender la bomba y hacer vacío gradualmente, hasta que la presión sea constante a 3mm. de Hg. ó menos. Cerrar la válvula, parar la bomba y dejar en un cuarto, que esté a una temperatura de 70 a 90°F, por 24 hrs.

Lentamente, dejar entrar aire, secado al pasar por el perclorato de magnesio del desecador, por medio de la válvula. Quitar la tapa del desecador, rápidamente colocar la tapa al pesafiltro y pesar. Repetir la evacuación y el pesado, hasta que la baja de peso, no exceda 0.5mg. en 24 hrs. Calcular la pérdida total en peso, como un % de humedad y otros materiales volátiles.(19).

Método ASTM-D1210-83 <Finura de la dispersión, del sistema pigmento-vehículo.>

1.- Alcance

Este método comprende la medición del grado de dispersión (comunmente referida como "finura de molienda") del pigmento en un sistema pigmento-vehículo, como líquido cubriente y sus intermediarios, también puede ser usado para fijar la inclusión de partículas, mediante un grado de limpieza.

1.1 Este estándar puede involucrar materiales, operación y equipo peligroso.

2.- Resumen del método.

El producto es esparcido por medio de un raspador, en un canal, en declive, calibrado. En algún punto de éste canal, las partículas ó aglomerados ó ambos, se hacen visibles. Se realiza una lectura directa de la escala calibrada, en el punto donde las partículas forman un modelo definido.

3.- Significado

En productos pigmentados, el pigmento, generalmente se dispersa en una porción del vehículo, en una especie de molino. En ésta etapa, es necesario, ser capaz de juzgar si los aglomerados de pigmentos han sido lo suficientemente

rotos para no interferir con la tensura de la película cubriente final. Este método, describe un camino para realizar éste propósito.

4.- Aparatos

4.1 Calibrador. Un bloque de acero forjado, inoxidable, ó de acero cromado, aproximadamente de 6.7" (170mm) de longitud y 0.6" (15mm.) de grosor. La superficie superior del bloque debe ser tensa, plana y debe de contener 1 ó 2 canales de 5" (127mm.) de longitud calibrada. El canal debe tener un declive uniforme en profundidad a lo largo, desde 100 m (aprox. 4 mils), 10mm de profundidad, empezando en 0 y terminando en 1, con calibraciones intermedias, en concordancia con la profundidad a éstos puntos. Se prefieren calibraciones en unidades Hegman y micrómetros (1).

Nota(1)

Muchas escalas arbitrarias y modificaciones de las mismas, son usadas en la industria. Con el fin de obtener lecturas con éstas escalas y modificaciones, pueden ser reportadas en las unidades más convenientes. La relación aproximada de éstas escalas, es mostrada en la fig. siguiente:

Escala Hegman	Profund. μm	Profund. mils.	Escala FSPT	Escala NIPRI
0	100	4	0	40
1	90	3,5	1 1/4	35
2	75	3,0	2 1/2	30
3	65	2,5	3 3/4	25
4	50	2,0	5	20
5	40	1,5	6 1/4	15
6	25	1,0	7 1/2	10
7	15	0,5	8 3/4	5
8	0	0,0	10	0

FPST = Federation of Societies for Paint Technology Scale

NIPRI = National Printing Ink Research Institute Scale

mils = Milipulgadas (milésimas de pulgada).

4.1.1 Dos sanjas ó canales paralelos, cada uno de 0.5" (12.5mm.) de ancho y separados 0.5", centrados en un bloque de 2.5" (65mm.).Fig. 1a

4.1.2 Un canal de 2" (50mm) de ancho, centrado, en un bloque de 3.5" (90mm.) de ancho.Fig. 1b

4.2 Raspador. Una hoja de doble filo, de acero forjado, inoxidable, de 3.75" (95mm) de largo, 1.5" (38mm) ancho y 0.25" (6.4mm.) espesor. Los filos en los lados de

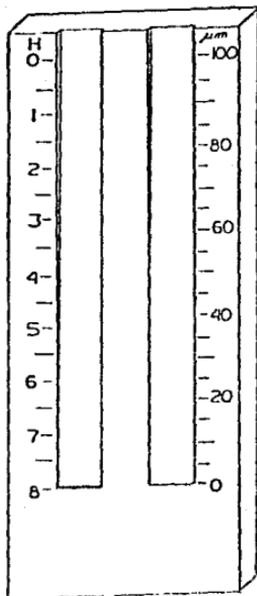


Fig. 1a. Calibrador
de dos
canales

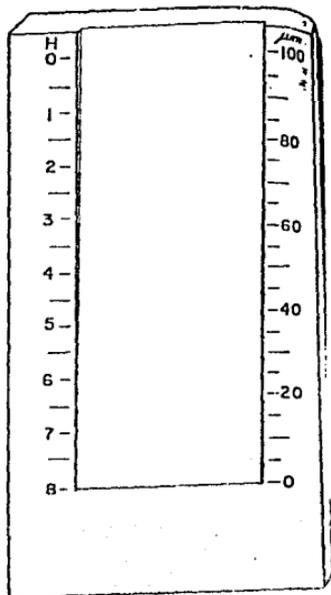


Fig. 1b. Calibrador
de un canal

Fig. 1 Calibrador

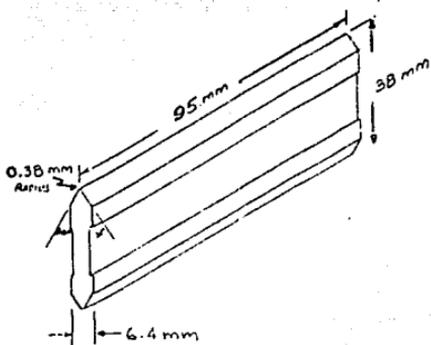


Fig. 2 Raspador

3.75", pueden ser redondeados con un radio de 0.015" (0.38mm.) Fig. 2

5.- Cuidado del calibrador.

Limpiar el calibrador inmediatamente después de usarlo. Usar un disolvente y un paño suave. Guardarlo, siempre que no esté en uso. Proteger el calibrador cuando no se ocupe, con una capa de aceite, ó un trapo mojado en aceite. No permita que ningún material duro se ponga en contacto con la superficie del calibrador, ya que podría rayarse o mellarse. Evitar golpearlo con otros metales.

6.- Estándares visuales.

Los diagramas de la fig. 3 son reproducciones de 4 canales calibrados para finura, típicos con la calibración de doble canal, y pueden servir con el propósito de estandarizar la relación de la distribución de partículas, con la designación de finura. La flecha en cada dibujo, representa el punto final (lectura) para esa distribución. Estos canales pueden ser usados para notación de frecuencia de partículas. Aunque son llamados "estándares", son realmente ejemplos de lectura de finuras, que pueden ser usados como guías, ya que 2 distribuciones de partículas, pueden ó no pueden ser exactamente las mismas.

Igualmente, la fig. 4, muestra canales calibrados para finura, típicos para el calibre. La limpieza, es descrita

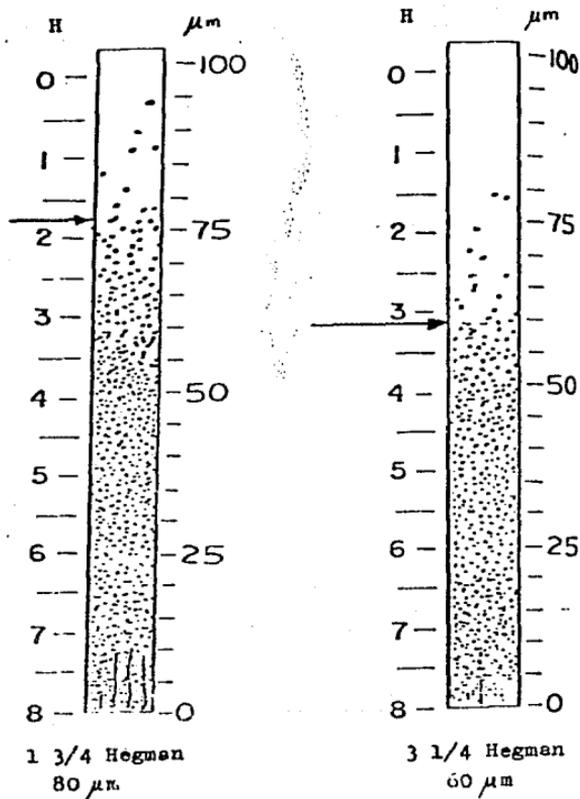


Fig. 3a Canales calibrados para finura

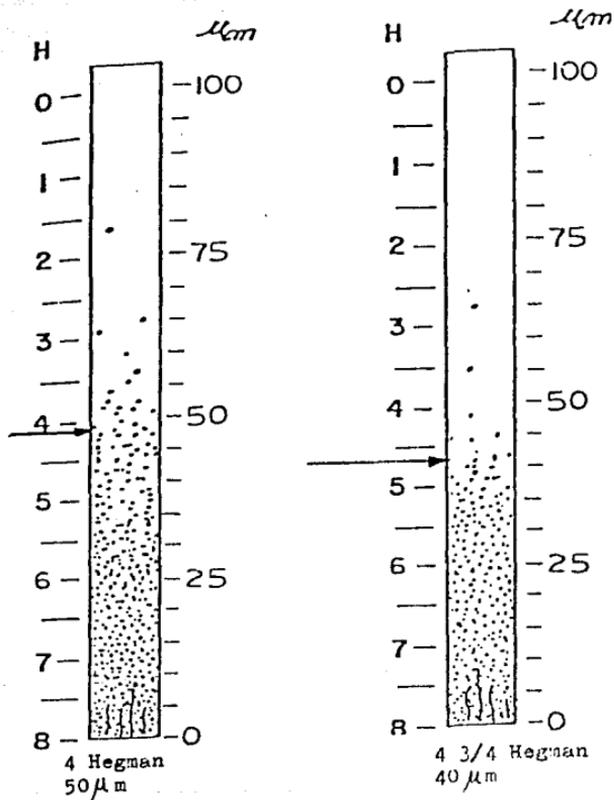


Fig. 3b Canales calibrados para finura

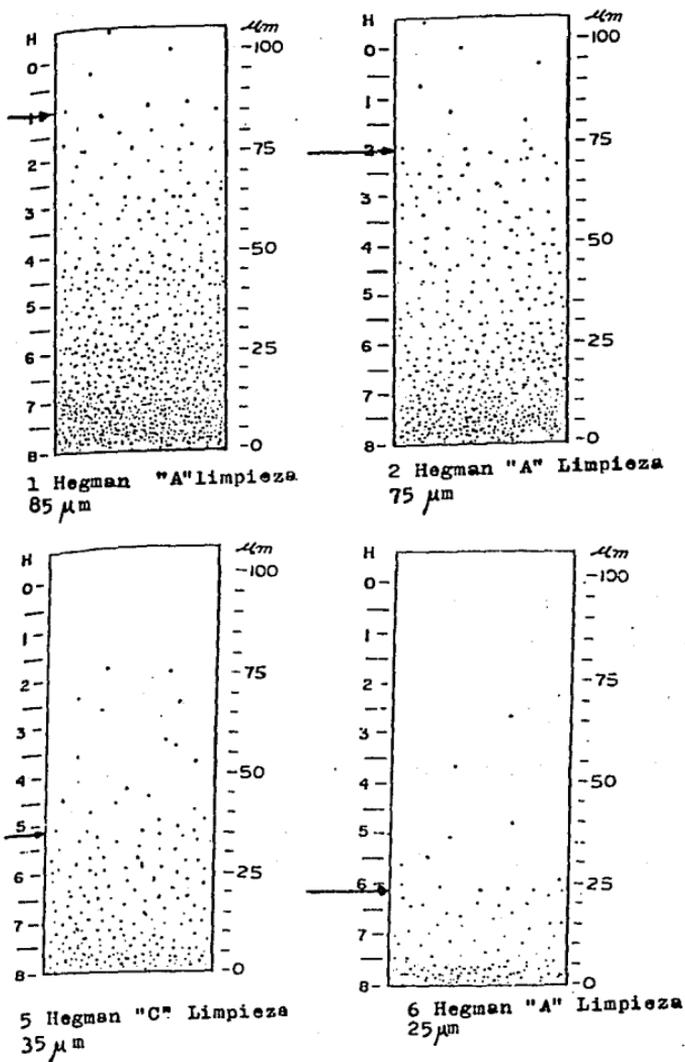
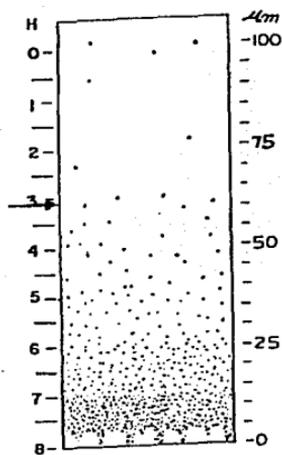
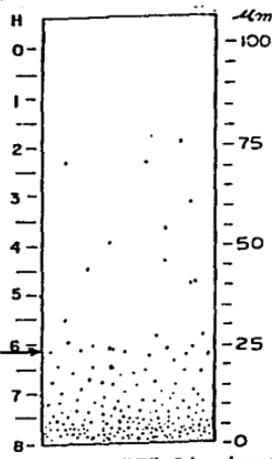


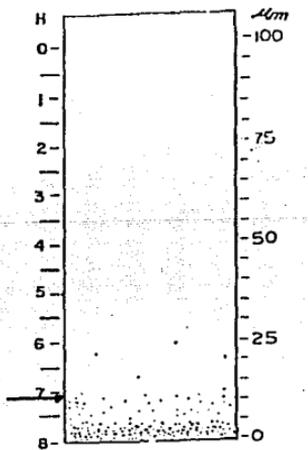
Fig. 4 Canales calibrados para finura



3 Hegman "A" Limpieza
60 μ m



6 Hegman "B" Limpieza
25 μ m



7 Hegman "A" Limpieza

Fig. 4a Canales calibrados
para finura
89

por el número de partículas que aparecen en el canal, encima de la designación de finura. Tres grados son indicados; "A" (0 a 8 partículas), "B" (9 a 15 partículas) y "C" (16 a más partículas).

7.- Procedimiento.

Colocar el calibrador sobre un plano horizontal, no resbaladizo. Antes de la prueba, limpiarlo suavemente.

Mueva con la mano, vigorosamente (nota 2), la muestra por 2 min. Tener cuidado de que la muestra no contenga burbujas de aire.

Nota 2

Para que éste método funcione adecuadamente, las partículas de pigmento, en las muestras para ser analizadas, deben de estar libres, de tal manera, que se coloquen por debajo del canal de calibración después de realizar la corrida (tirada). Por tanto, antes de la prueba, las muestras de gran viscosidad, deben de ser reducidas con un líquido compatible. La reducción, debe ser aproximadamente en la misma proporción al del reducido, usado en la práctica.

Inmediatamente, colocar el material a ser examinado, en la parte alta, más profunda del canal ó canales, hasta que se llene ligeramente el canal. Cuando se usa calibrador de doble canal, colocar el material en ambos canales.

Sostener el raspador con ambas manos en forma vertical, ligeramente inclinado hacia el operador. Hacer bajar el material, a lo largo del canal, hasta la parte inferior del calibrador, con un movimiento uniforme y vigoroso, en aproximadamente de 1 a 2 seg.

Diez segundos después de haber bajado el espécimen, hacer una lectura como sigue:

Observar el calibrador de lado, perpendicular a la longitud del canal. Colocar el calibrador entre el operador y un fuente de luz. Debe de haber un ángulo de 20° a 30° entre la cara del calibrador y la línea de visión.

Nota:

Cuando el final es muy claro, la lectura se puede hacer a un ángulo menor ó se puede opacar con un colorante terroso, finamente molido, ó entintar, con el fin de ver mejor las partículas del pigmento.

Observar el punto donde se muestre un tipo definido de partículas (fig. 3 y 4), ésta es la lectura de finura.

Cuando se usa el calibrador de 2 canales, promediar los valores en los 2 canales, a una unidad de Hegman, más cercana a $1/4$. Este promedio, es considerado una lectura.

Después de la corrida y lectura, las cuáles, son el patrón para establecer las condiciones de la prueba y localizar la posición de las lecturas de finura, repetir el

procedimiento 2 veces, empezando, desde el colocado del material en el canal. Este procedimiento, permite que las lecturas de 2 pruebas, sean hechas con límites de tiempo adecuados. (No considerar ninguna lectura de finura reportada, cuando el lapso de tiempo exceda 10 seg.)

7.1 Interpretación del modelo de dispersión

Inspeccionar la corrida inicial para modelo y la finura aproximada. Determinar el punto en la distribución de partículas, que sea aproximadamente similar con el modelo de punto final, para usarlo como estándar.

Juzgar la limpieza del calibrador, de un canal, por comparación con los patrones de finura típica.

8.- Reporte

Reportar el tipo de calibrador usado (de uno ó de dos canales). La lectura reportada, es el promedio de 2 lecturas, conforme a lo citado anteriormente.

Las lecturas en micrómetros, se reportarán con el múltiplo ó al múltiplo más cercano a $5 \mu\text{m}$, y las lecturas Hegman, a la unidad $1/4$ más cercano.

9.- Precisión

Basados en experimentos de interlaboratorios, en los cuáles, 23 operadores en 7 laboratorios, probaron 6 muestras de pinturas, cubriendo un amplio rango de finuras,

la desviación estándar por operador se estableció en 0.27 unidades Hegman ($3.4 \mu\text{m}$). La desviación estándar por laboratorio, fué estimada en 0.7 unidades Hegman ($8.8 \mu\text{m}$) y la desviación estándar entre laboratorios fué de 0.74 unidades Hegman ($9.3 \mu\text{m}$). Basados en éstas desviaciones, los siguientes criterios, pueden ser usados para juzgar la precisión de los resultados, a un nivel del 95% de confiabilidad:

Repetibilidad: Dos resultados obtenidos por un sólo operador, pueden considerarse sospechosos, si difieren en más de $3/4$ de unidad Hegman ($10 \mu\text{m}$).

Reproducibilidad: 2 resultados de 2 lecturas, obtenidos por operadores diferentes, en el mismo ó diferente laboratorio, pueden considerarse sospechosos, si difieren en más de $2 \ 1/4$ unidades Hegman ($25 \mu\text{m}$). (19)

Método ASTM D-153-84 (Gravedad específica de Pigmentos)

1.- Alcance

Este método, cubre 3 procedimientos, para la determinación de gravedad específica de pigmentos, los procedimientos son los siguientes:

- Método "A": Para pruebas rutinarias de muchas muestras, simultáneamente.
- Método "B": Para pruebas que requieren mayor exactitud que el método "A"
- Método "C": Para pruebas rápidas y exactas de una sola muestra.

1.2 El valor de gravedad específica obtenido, por éstos procedimientos, puede ser usado con el peso del pigmento seco, para determinar el volumen ocupado por el pigmento en una formulación de recubrimientos.

2.- Documentos Aplicables

2.1 Estándar ASTM D-1193 Especificación para agua como reactivo.

Método "A"

3.- Aparatos y materiales

- 3.1 Un picnómetro de 50ml. de capacidad.
- 3.2 Baño de agua, mantenido a $25 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$, equipado con agitador.
- 3.3 Manómetro de tubo abierto ó cerrado (fig. 2f), hecho de tubo de vidrio de 6mm. de diámetro, acoplado a una manguera de tubo de presión, unido a una T articulada, que va al desecador y a la bomba. Para el tipo de tubo abierto se deben usar 860mm. Hg.
- 3.4 Desecador, de vidrio, construido con paredes resistentes a un vacío de 3mm. Hg, y con una abertura en un lado.
- 3.5 Bomba de vacío. Una bomba de laboratorio, de vacío por agua, para remover una gran porción de aire en el desecador, y una bomba de vacío por aceite, capaces de reducir la presión absoluta del sistema a 3mm. Hg.

Nota:

La bomba de vacío por agua, se puede omitir si la rapidez de evacuación, se puede controlar con la bomba de aceite.

- 3.6 Termómetro, con un rango de $0-60^{\circ}\text{C}$ y graduado en divisiones de 0.1°C

3.7 Pesafiltros, de boca ancha, de vidrio, cilíndrico (aprox. de 30mm. de alto y 70mm. de diámetro), provisto con un tapón esmerilado.

3.8 Líquido de inmersión. La kerosina, es un buen vehículo para muchos pigmentos, y debe ser usada, generalmente, como líquido de inmersión. Debe estar refinada, de color blanco, con un rango de evaporación y ebullición bajos.

En caso de que el pigmento, no funcione bien con kerosina, ésta puede ser sustituida por otros líquidos de inmersión, tales como glicerina, etilenglicol, tetrahidronaftaleno, etc. El agua no se prefiere como líquido de inmersión, ya que existe la posibilidad de que haga espuma.

3.9 Agua purificada. El agua debe de comprender las especificaciones de D 1193 del tipo II, para agua como reactivo.

4.- Calibración del picnómetro.

Lenar el picnómetro con agua hervida, enfriada, de 23 a 24°C, puede estar a $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$, debe estar completamente lleno, posteriormente, pesarlo.

Después llenar el picnómetro con kerosina de 23 a 24°C, y pesarlo. Calcular la grav. esp. S, de la kerosina como sigue:

$$S, 25/25^{\circ}\text{C} = A/B$$

donde; A es el peso de la kerosina

B es el peso del agua.

5.- Procedimiento

Secar el pigmento, preferentemente en un horno eléctrico, a $105 \pm 2^{\circ}\text{C}$ por 2 hrs.

Transferirlo a un picnómetro, pesado, seco y limpio, la cantidad de la muestra, debe ser la suficiente, para formar una capa de 3/4 in. (20mm) de profundidad.

Para pigmentos de baja gravedad específica, tales como negro, azul, etc., usar aprox. 1g. de muestra.

Para pigmentos cristalinos inertes, usar alrededor de 4g.

Para pigmentos blancos, opacos, usar aprox. de 7 a 10g.

Para rojo plomo, usar de 15 a 20g.

Pesar el pigmento, de naturaleza higroscópica, en el pesafiltro.

Poner todas las muestras por duplicado.

5.1 Adición de la kerosina; añadir, suficiente kerosina a el picnómetro, para formar una capa de aprox. 1/4 in. (6mm), sobre el pigmento.

Cuando sea necesario, mover el espécimen con una varilla de vidrio, hasta que esté completamente cubierta por kerosina, añadiendo más kerosina, si es necesario. Lavar la varilla con kerosina, añadiendo los lavados a el picnómetro.

5.2 Remoción del aire ocluido.

Colocar el picnómetro en el desecador, cerrarlo y conectar a la bomba de agua, hasta que gran cantidad de aire, sea removido del sistema. Completar éste procedimiento dentro de un periodo de 5 a 10min. Cerrar el sistema con una válvula, y conectar el desecador a la bomba de aceite, para remoción de pequeñas cantidades de aire.

Usar el manómetro para indicar el vacío apropiado, que está dando la bomba de aceite. Cuando el manómetro indique, que la presión absoluta es de 3mm. y constante, interrumpir la bomba de aceite por periodos cortos, (tener cuidado de que el vacío no cambie materialmente). Lo que se observa primeramente, salida ascendente y rápida de burbujas de aire, y posteriormente, éste fenómeno disminuye gradualmente, hasta que se detiene. El tiempo requerido, para la remoción completa del aire, puede variar de 30min. a 24 hrs., dependiendo de la naturaleza del pigmento.

Cuando no se observan más burbujas, se puede asumir que el aire ocluido ha sido removido y que el pigmento, está

perfectamente mojado con kerosina. Entonces, se deja que el aire entre lentamente al desecador, por medio de la válvula.

5.3 Llenado y ajuste de temperatura.

Sacar el picnómetro del desecador, llenarlo con kerosina de 24 a 25°C, tener cuidado, de añadir cantidad suficiente, para evitar la formación de burbujas de aire, donde el picnómetro es cerrado. Dejar que alcance una temperatura constante de $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$, en el baño de agua. Posteriormente, tapar con cuidado el picnómetro, y remover el exceso de kerosina, con papel filtro. Sacar el picnómetro del baño, dejar que alcance la temperatura del cuarto y pesarlo.

6.- Cálculos

Calcular la grav. específica, S, del pigmento, como sigue:

$$S = \frac{P_1}{W - K_1/D}$$

donde; P_1 = peso del pigmento usado

W = peso del agua para
llenar el picnómetro

K_1 = peso de kerosina añadida
al pigmento.

D = gravedad específica de
la kerosina.

7.- Precisión

Determinaciones por duplicado, por éste método, no deben diferenciar por más de 0.02

Método "B"

8.- Aparatos (ver fig. 1 y 2)

8.1 Picnómetro, baño de agua, manómetro, bomba de vacío, termómetro, pesafiltro y líquido de inmersión. Ver sección 3 y fig. 2e y 2f

8.2 Campana en forma de jarra, de vidrio, con tapón de hule de doble agujero. Dentro de uno de los agujeros del tapón, puede estar acoplado, un embudo de separación, con válvula (fig. 1c). Dentro del otro agujero del tapón, debe estar acoplado, un tubo de vidrio, con una válvula (fig. 1d) y conectada a la bomba de vacío (fig. 2e).

La campana en forma de jarra, debe estar descansada sobre una hoja de hule, cimentada ó vulcanizada a un vidrio ó plato de fierro. Con la válvula "c" cerrar y con la válvula "d", abrir la bomba.

El sistema, debe de estar a una presión aprox. de 3mm. Hg.

Un desecador, puede ser usado, en lugar de la campana.

8.3 Frasco de almacenaje.

9.- Procedimiento.

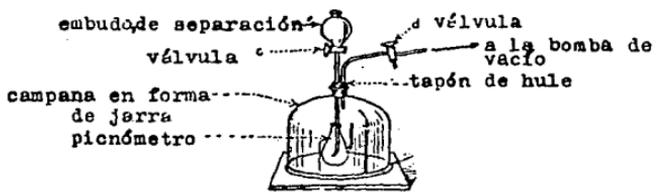


Fig. 1 Aparato para el método "B"

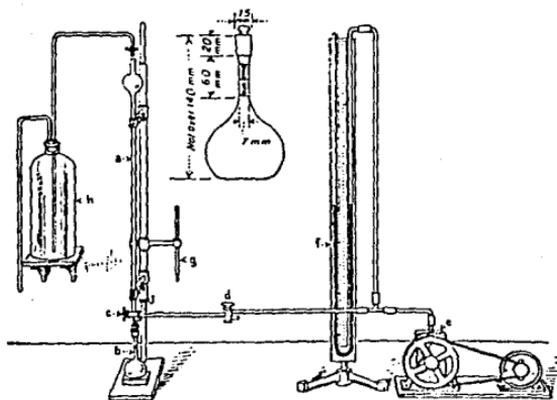


Fig. 2 Aparato para el método C

Colocar el picnómetro, conteniendo al pigmento, dentro de la campana. Cerrar con la válvula "c" y "d". Poner en marcha la bomba de vacío, y entonces, abrir gradualmente la válvula "d" a la bomba. Cuando se obtiene una presión de 3mm. Hg. y cte., llenar el embudo de separación con kerosina, cerrar la válvula "d" y abrir gradualmente la válvula "c", añadir suficiente kerosina para cubrir al pigmento. Entonces, parar la bomba y liberar la succión con la válvula "d". Finalmente, llenar el picnómetro con kerosina y completar la prueba, como fué descrita en 5 y 6 para el método "A".

10.- Precisión

Determinaciones por duplicado, por éste método, no deben diferir por más de 0.01.

Método "C"

11.- Aparatos (ver fig. 2 y 3)

11.1 Bureta de 100ml., con un bulbo de 75ml. en su parte alta, y con 25ml. en la parte baja, graduada en divisiones de 0.05ml.

11.2 Matraz, especial de 100ml. graduado (fig. 2b), con tapón esmerilado. Debe ser de paredes gruesas, para soportar una presión absoluta de 1mm. Hg., debe pesar entre 50 y 60 g. El cuello del matraz, debe tener divisiones de 0.05ml., entre las marcas de 99 y 100ml. Las dimensiones del matraz, son mostradas en la fig. 2

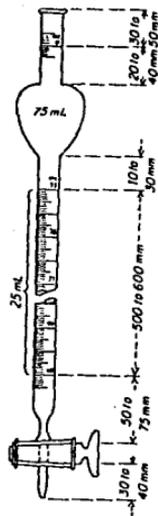
11.3 Válvulas. Una válvula (fig. 2c) como parte de la bureta (a), y una válvula (fig. 2d) conectada a la bomba de vacío, e. Para prevenir, goteo de kerosena, usar válvula (fig. 2c) de buen paso, lubricada con silicón.

11.4 Bomba de vacío (fig. 2e). En éste procedimiento, la bomba de aceite, debe tener la capacidad de reducir la presión del sistema a 1mm. Hg.

11.5 Manómetro, termómetro, pesafiltro, y liquido de inmersión (fig. 2f).

11.6 Frasco de almacenaje.

12.- Calibración de los aparatos



Burets: Geissler, con válvula de vidrio
y de gran exactitud

Capacidad total	100ml.
Capacidad de bulbo	0 a 75ml.
Graduada	75 a 100ml.
Subdivisiones	0.05ml.
Velocidad de eflujo total	alr. 2 min.

Variaciones permisibles:

Capacidad, total	± 0.10 ml.
De la porción graduada	± 0.03 ml.

Fig. 3 Bureta

Conectar el matraz a la bureta y a la bomba, por medio de un tapón de hule de doble agujero.

Evacuar el sistema, con la válvula de la bureta (fig. 2c), cerrar hasta que la bomba mantenga una presión absoluta de 1mm. Hg. dentro del matraz. Cerrar la válvula "d" por 30 seg. y volver a encender la bomba. Aquí, no se debe apreciar cambio en el nivel de mercurio en el manómetro.

Con el vacío mantenido, llenar la parte elevada de la bureta con Kerosena, ajustando el nivel a la marca de cero, con una pieza de tubo capilar. Después, cerrar la válvula "d", y abrir con cuidado la válvula "c", admitiendo alrededor de 75ml. de Kerosena dentro del matraz.

Permitir la entrada de aire, con la válvula "d", y liberar el vacío del matraz. Llenar el matraz con Kerosina, a una marca definida en el cuello. Leer la lectura de la bureta, y llamar a ésta lectura K_2 (el volumen del matraz).

13.- Procedimiento

Limpiar el matraz, pesarlo y transferir una cantidad de el pigmento seco a ser examinado, a dicho matraz, por medio de un embudo de vidrio limpio y seco. Una pieza de alambre, es útil para bajar el residuo de pigmento que haya quedado en el tallo del embudo.

Casi lleno el bulbo del matraz, con el pigmento, debe ocupar un volumen menor a 25 ml., después de que todo el aire es expulsado.

Se obtiene mejores resultados, con una muestra grande, que con una pequeña.

Pesar el matraz con el pigmento, y calcular el peso del pigmento, restando el peso de el frasco vacío. Unir el matraz a el sistema de evacuación, como lo muestra la fig.

2

Después de cerrar las válvulas "c" y "d", encender la bomba y con cuidado, abrir la válvula "d" a la bomba. Continuar la evacuación, hasta que la bomba mantenga una presión absoluta de 1mm. Hg. en el matraz, ó hasta que el aire sea removido de el sistema. Posteriormente, llenar la bureta por la parte más alta, como se describió en la sección 12.

Cerrar la válvula "d" y abrir gradualmente la válvula "c" añadir Kerosina, hasta que el pigmento se cubra. Tapar el matraz, suavemente, para evitar la formación de burbujas de aire. Parar la bomba, permitir la entrada de aire con la válvula "d" y llenar el matraz a la misma marca, que fué obtenida en la determinación de su volumen.

Designar, el volumen de Kerosina requerido como V. Leer la altura del líquido en la bureta, con precisión de 0.01ml.

14.- Cálculos

Calcular la grav. específica, SG, de el pigmento, como sigue:

$$SG = P_2 / (K_2 - U)$$

donde;

P_2 = peso del pigmento usado

K_2 = volumen de kerosina requerida, para llenar el matraz, cuando está vacío.

U = volumen de kerosena requerida, para llenar el matraz cuando tiene el pigmento.

15.- Precisión

Determinaciones por duplicado, por éste método, no deben diferir en más de 0.01(19)

Método ASTM D-279-73 (reaprobado en 1979) (Sangrado de pigmentos).

1.- Alcance

Este método, cubre procedimientos para determinar las características de sangrado de pigmentos secos, por extracción directa, con disolvente.

2.- Significado

El sangrado, es la solubilidad del pigmento en el disolvente.

Se determina la cantidad de color producido, cuando el pigmento, está en contacto directo con un disolvente selectivo, tal como el tolueno.

3.- Precauciones

El tolueno, es un líquido inflamable, los vapores son dañinos y el líquido puede ser fatal si se ingiere. Se debe de mantener alejado del calor, chispas ó flama abierta. Tenerlo en un recipiente bien tapado. Evitar el contacto con los ojos, piel ó ropa. En caso de fuego, use agua aspersada, espuma, polvo químico ó CO_2 . En caso de haber contacto con los ojos, lavar inmediatamente con agua, por lo menos 15min. y llamar al médico. Externamente, lavar con agua corriente, quitar la ropa contaminada. Lavarla bien, antes de reusarse. Internamente, no dar vomitivos, no

inducir vómito, dar agua corriente, leche ó leche de magnesia. Dar claras de huevos batidas en agua. Llamar al médico.

4.- Procedimiento

Poner 0.5g. de pigmento en un tubo de prueba de 25ml. y adicionar 20ml. de tolueno. Cerrar con un tapón y agitar bien durante 10seg. y dejar reposar 15min., repetir la agitación durante 10 seg. y dejar reposar 45 min.

Se recomienda, que la cantidad de pigmento, sometida a prueba, no exceda 1.5g.

Se pueden usar otros disolventes, por acuerdo mutuo; entre el proveedor y el comprador.

Filtrar, por medio de un embudo de vidrio, usando doble papel filtro, previamente mojado en tolueno. Si el filtrado, está turbio, refiltrar, para obtener un filtrado claro.

Nota:

En caso de partículas coloidales, es necesario centrifugar el filtrado.

Sostener el tubo de prueba, que contiene el filtrado, sobre un fondo blanco, y mirar a través del filtrado, la coloración causada por el sangrado del pigmento.(19)

Describir el grado de sangrado, de acuerdo, a la terminología siguiente:

- a) Nada- No se percibe color (es decir, no hay sangrado)
- b) Ligero- Una coloración tenue, pero notoria.
- c) Moderado- Una coloración pronunciada.
- d) Severa- Una coloración intensa.

AFLORAMIENTO

Tiene alguna relación con el sangrado, y se define, como la migración de partículas del pigmento, a través y hacia la superficie de un película.

Cuando se produce éste fenómeno, se observa un polvo tornasol, que al ser frotado sobre una tela blanca, deja una mancha sobre ella. Esto sucede comunmente en lacas, cuando no se tiene un sistema de disolventes bien balanceado.

Dicho fenómeno, puede producirse de inmediato ó tardar varios meses en aparecer.

Los pigmentos que no sangran, tienen menos tendencia a aflorar; pero ésto, no significa que no lleguen a aflorar.

Se recomienda, probar cada pigmento, en la formulación específica que se va a usar, tomando en cuenta, su vehículo, ya que éste factor, es determinante en la aparición de éste fenómeno indeseable. El método de prueba, es similar al de sangrado de pigmentos.(20)

PODER CUBRIENTE

Por poder cubriente, se entiende a la facilidad, que tiene un pigmento, para cubrir completamente, mediante la dispersión del pigmento en un vehículo apropiado, una cierta superficie.

En oposición al poder cubriente, se habla de transparencia; esto es, cuando el fondo, se trasluce más ó menos, a través de la película coloreada que se aplicó.

La industria de pinturas, se interesa, generalmente, en los pigmentos de máximo poder cubriente.

El poder cubriente, está basado, en la comparación de una pintura ó tinta, con otra, tomada como referencia ó con el estándar fijado, determinando su opacidad (también llamado, en lugar de poder cubriente) ó transparencia.

Esto se puede hacer, aplicando ambas pinturas directamente al sustrato, ó mediante la ayuda de aparatos, como por ejemplo, el Cryptómetro P. Fund

Para determinar el poder cubriente de los pigmentos, se ha utilizado el siguiente procedimiento:

Se toma como base un esmalte alquidálico, pigmentado a un PVC del 15%, y cubriendo una superficie equivalente a $13.13 \frac{m^2}{l}$. ($535 \frac{ft^2}{l}$) aproximadamente. (20)

El cociente del poder cubriente, nos da la relación de contraste del negro al blanco, la cuál se interpreta de la manera siguiente:

5 Muy cubriente	mayor de 0.92	relación de contraste
4 Cubriente	0.84 a 0.92	relación de contraste
3 Poco cubriente		
2 Traslúcido	0.68 a 0.84	relación de contraste
1 Transparente	menor de 0.68	relación de contraste

SOLIDEZ AL EXTERIOR

Para determinar la solidez al exterior (intemperie), se debe verificar los datos provenientes de análisis de variaciones, producidas por la acción de la luz.

En la evaluación de la solidez a la intemperie de un pigmento, influyen una acción decisiva, los siguientes factores: influencia de los pigmentos blancos, los inertes, el substrato, el vehículo, el medio de exposición, etc.(20)

Calificación de la solidez al exterior:

5 Excelente	más de 1 año de exposición sin cambio
4 Muy bueno	de 8 a 12 meses de exposición sin cambio
3 Bueno	de 4 a 8 meses de exposición sin cambio
2 Pobre	de 2 a 4 meses de exposición sin cambio
1 Escasa	menos de 2 meses de exposición sin cambio

SOLIDEZ A LA LUZ

Se conocen como los cambios que sufre un acabado pigmentado; tales como: alteraciones del tono, del brillo, sublimación, etc. y que son originados por los rayos ultravioleta de la luz.

La prueba más real, es aquélla, en que las pinturas aplicadas en paneles ó placas, son expuestas directamente al exterior. Las placas deben de colocarse viendo al sur, con un ángulo de 45°.

Para que los formuladores tengan una orientación mayor, acerca de la solidez a la luz, de un nuevo pigmento usado en una formulación, existen aparatos, como el fadeómetro y el weatherómetro, en los cuáles, se realizan pruebas aceleradas, reproduciendo en forma artificial, el ambiente externo.

La técnica que recomiendan los fabricantes de éstos aparatos, es la de examinar cada 24 hrs. las placas, e ir anotando los cambios producidos, tanto en color concentrado, como en la reducción con blanco. El tiempo de exposición, varía con las diferentes familias de pigmentos. Por ejemplo, los amarillos cromo, se exponen 24 hrs. y las ftalocianinas, 200 hrs.

Generalmente, la solidez a la luz de la mayoría de los pigmentos, es mucho mayor en su tono concentrado, y

disminuye, conforme se rebajan con blanco ó con otros pigmentos.(20)

SOLIDEZ A LOS ACIDOS Y ALCALIS

Para probar la solidez de los pigmentos a los ácidos y álcalis, se ha empleado el siguiente método de prueba: contacto de varias soluciones sobre láminas pintadas. Al cabo de 30 min. se aprecian la estabilidad ó la alteración del tono.

La calificación, se hace en la siguiente forma:

- 5 Excelente: cuando el acabado resiste el ataque, sin alteración, de una solución al 10% de NaOH ó HCl
- 4 Muy bueno: cuando el acabado resiste el ataque, sin alteración, de una solución al 1% de NaOH ó HCl
- 3 Bueno: cuando el acabado resiste el ataque, sin alteración, de un solución al 0.1% de NaOH ó HCl
- 2 Mediana: cuando el acabado resiste el ataque, sin alteración, de un solución al 0.01% de NaOH ó HCl
- 1 Escasa: cuando el acabado no resiste el ataque, de una solución al 0.01% de NaOH ó HCl. (20)

SOLIDEZ AL HORNEO

Se refiere a la estabilidad, que tienen los pigmentos, al calor seco, cuando son empleados en la fabricación de acabados horneables.

La estabilidad del pigmento, de un esmalte, durante el horneado, puede ser modificada por el vehículo, presentándose, en algunas ocasiones, un ligero amarillamiento que se sobrepone al tono del pigmento. También pueden presentarse fenómenos, originados, por la reacción entre el vehículo, sus productos de disociación, y el pigmento. Por lo tanto, cuando varía la composición del vehículo, es aconsejable, hacer una prueba de estabilidad al calor, con el pigmento a emplear, en el nuevo vehículo.(20)

La composición del esmalte de horneado empleada, es la siguiente:

Pigmento	5%
Vehículo: urea pura	95%
synresine A-150-S	<hr/>
	100%

Disolvente para dilución: Xilol

Pruebas a RESINAS y a algunos MODIFICANTES

Método ASTM D-1545-76 (Reaprobado en 1981) <Viscosidad de líquidos transparentes>

1.- Alcance

El método cubre las mediciones de la viscosidad de soluciones de resinas.

2.- Resumen del método

Se disuelven las resinas sólidas, en disolventes orgánicos, por los métodos; corte frío ó corte caliente, en el laboratorio. La viscosidad de dichas soluciones preparadas, ó de soluciones comerciales de resinas, se determina entonces, por el método del tiempo de viaje de burbuja, ó comparándolas con estándares de referencia.

2.1 Definición

Viscosidad. La resistencia experimentada por una porción de líquido, que se mueve sobre otra superficie de líquido. La unidad de viscosidad en el sistema "cgs", es el poise, el cuál se expresa como dina-seg/cm .

Los stokes, son iguales a poises/densidad. La unidad de viscosidad absoluta en el SI (sistema internacional), es el Pascal-seg.

Los segundos-burbuja, son aproximadamente iguales a "stokes"

3.- Aparatos

- 3.1 Baño, que mantenga la temperatura constante, constituido por un recipiente de vidrio, cilíndrico, de aprox. 5 galones de capacidad, ó un tanque acuario, con controles, capaces de mantener la temperatura a $25 \pm 0.1^\circ$, con agua, como medio de baño.
- 3.2 Frascos de 8 onzas (225ml.), de bocha ancha, con tapa de rosca.
- 3.3 Celofán, en hojas, cortado en cuadros de 4 ó 5 in. (102 ó 127mm.) de lado.
- 3.4 Tapones de corcho del no. 2, que le queden a los tubos de viscosidad.
- 3.5 Soporte para tubos de viscosidad, preferentemente un soporte mecánico, con estante y ala para invertir los tubos. El soporte debe proporcionar una verticalidad completa a los tubos de viscosidad, una vez que éstos, hayan sido colocados en el baño a temperatura constante.
- 3.6 Frasco agitador, que proporcione agitación completa.
- 3.7 Cronómetro, con precisión de 0.1seg.
- 3.8 Tubos de viscosidad, de vidrio, y fondo plano, que tengan 10.65 ± 0.025 mm. de diámetro interno, y 114 \pm 1mm. de longitud externa. Líneas legibles planas, deben de localizarse en los tubos, como sigue:

27 \pm 0.5mm.

100 \pm 0.5mm.

108 \pm 0.5mm.

Todas las distancias, deben de ser medidas desde el fondo exterior del tubo.

La distancia, entre la 1a. y 2a. líneas, debe de ser de 73 \pm 0.5mm.

3.9 Estándares de referencia

Una serie de tubos, de viscosidad estándar, llenados con líquidos transparentes, que tengan viscosidad predeterminada, en stokes y seg-burbuja, y espaciadas en incrementos logarítmicos de 26% (log. de 1.26 es igual a 0.1), como se muestran en la tabla I. Los estándares, pueden ser marcados numéricamente, sin referirse a los stokes ó tiempo de burbuja. También, se encuentran listados, como referencia general ó histórica, las series establecidas de longitud de Gardner-Holdt (letras estándar), en tubos que no tienen las 3 líneas y que, además, son más chicos que los tubos de viscosidad descritos anteriormente.

Nota:

Por conveniencia, los estándares de referencia, pueden dividirse en 3 series:

Serie ligera, 15 tubos marcados de 0.22 a 8.0 st. (stokes)

Tabla I. Estándares recomendados para comparar con
tubos de viscosidad ^A

Seg. Burbuja B	no. tubo	Stokes	Letra Gardner Holdt	no. tubo	Stokes	Letra Gardner Holdt
		0,10		10	10	LW
		0,13		13	13	X
		0,16	A1	16	16	Y
0,75	0,22	0,20	A2	20	20	Z
		0,25		25	25	Z1
0,81	0,34	0,32	A1	32	32	Z2
		0,40		40	40	Z3
0,90	0,50	0,50	A	50	50	Z4
1,00	0,68	0,63	B	63	63	Z5
		0,80	C	80	80	Z6
1,15	0,92	1,00	D	100	100	Z7
1,30	1,15	1,25	E	125	125	Z8
1,55	1,45	1,60	F	160	160	Z9
1,85	1,80	2,00	G	200	200	Z10
2,20	2,15	2,50	H	250	250	Z11
2,65	2,65	3,00	I	300	300	Z12
		3,20	J	320	320	Z13
3,20	3,20	3,20	K	320	320	Z14
		3,20	L	320	320	Z15
4,00	4,00	4,00	M	400	400	Z16
		4,00	N	400	400	Z17
5,00	5,00	5,00	O	500	500	Z18
		5,00	P	500	500	Z19
6,30	6,30	6,30	Q	630	630	Z20
8,00	8,00	8,00	R	800	800	Z21
		8,00	S	800	800	Z22
10,0	10,0	10,0	T	1000	1000	Z23
		10,0	U	1000	1000	Z24
		10,0	V	1000	1000	Z25

A Arreglados, de tal manera, para mostrar la relación entre stokes, seg.-burbuja y letras Gardner Holdt. Los stokes, son mostrados en forma logarítmica creciente.

B El tiempo de burbuja, en seg., de los tubos numerados por debajo de 4 seg., fué determinado, usando una cámara de cine.

Serie pesada, 14 tubos marcados de 10 a 200 st.

Serie muy pesada, 7 tubos marcados de 250 a 1000 st.

4.- Disolvente

El disolvente usado, se puede escoger, por mutuo acuerdo, entre el proveedor y el consumidor. Tolueno, Xileno, espíritos minerales, alcoholes, etc., serán usados en la preparación de las soluciones de resinas.

Para una resina dada, la viscosidad obtenida, dependerá del disolvente usado, por tanto, ambos laboratorios, deberán usar proporciones del mismo lote de disolventes.

5.- Preparación de las soluciones de resinas.

El procedimiento empleado para disolver las resinas sólidas, dependerá de la naturaleza química de las resinas bajo prueba.

Algunas resinas, se disolverán rápidamente en el disolvente frío con agitación moderada, mientras que otras, deberán de calentarse , con el fin de hacer efectiva la disolución.

El método de disolución, deberá ser de mutuo acuerdo, entre el proveedor y el consumidor, ya que, puede haber diferencias entre solubilidad ó viscosidad, entre soluciones preparadas, con ó sin calor. La concentración de disolvente, puede variar de un 30% a un 90%, y es generalmente seleccionada, para dar una solución que tenga

una viscosidad entre 5 y 300 st.(stokes). Con resinas duras, tomar pedazos de terrones, no usar material aglomerado de resina, puesto que la disolución, será más lenta.

5.1 Soluciones en frío. Debido a que, no es fácil decir, en qué momento, se completa la disolución de una resina, proceder de acuerdo a las siguientes instrucciones:

Prepare 100g. de solución, como sigue:

Pesar un frasco de 8 onz. con tapón, y hojas de celofán, con una precisión de 0.05g.

Pesar cantidad apropiada de disolvente, con precisión de 0.05g. (40g. para una solución del 60%)

Pesar en un frasco, cantidad correcta de resina (60g. para una solución al 60%), pasada por un tamiz del no. 10 (2000 μ m).

Vaciar la resina despacio, dentro del frasco que contiene al disolvente, agitando perfectamente, conforme se va adicionando la resina. Poner la hoja de celofán sobre la boca del frasco y tapar con el tapón rosca, fuerte y firmemente.

Inmediatamente, agitar vigorosamente a mano y colocarlo sobre un agitador mecánico continuo, toda la noche.

Verificar el peso del frasco y la solución, para asegurarse de que no hubo pérdidas durante el mezclado. Si ocurre una pérdida apreciable, descartar la solución y preparar una nueva.

5.2 Soluciones en caliente

Prepare 100g. de solución, como sigue:

Pesar un matraz erlenmeyer de 250ml., con una precisión de 0.05g. Pesar dentro del matraz, cantidad apropiada de disolvente (40g. para una solución del 60%), con una precisión de 0.05g.

Pesar dentro del matraz, junto con el disolvente, cantidad suficiente de resina (60g. para una solución del 60%), triturada y pasada por un tamiz del no. 10 (2000 μ m).

Calentar con una plancha caliente, agitando continuamente, para prevenir cualquier carbonización ó inflamación de la resina. Usualmente, la disolución se completará de 15 a 20 min.

Cuando la disolución sea completa, enfriar el matraz y pesarlo. Si más de 1g. de disolvente se ha perdido, adicionar la cantidad necesaria y agitar, para mezclar bien.

Si aparecen algunas burbujas de aire, dejar reposar la solución, hasta que desaparezcan.

5.3 Resinas en solución (líquidas)

Estas resinas, ordinariamente, pueden ser examinadas tal y como se reciben. Sin embargo, si es necesario de hacer alguna modificación, tal como, reducción del contenido de sólidos específicos, usar disolvente ó combinación de disolventes, apropiados para usarse con la resina bajo prueba, previo acuerdo entre el proveedor y el consumidor.

6.- Procedimiento

Llenar un tubo de viscosidad estándar, con el material a ser examinado, a un nivel aproximado con la línea de 108mm.

Transferir el tubo, a un baño que tenga temperatura constante de 25°C, con el tapón de corcho, ligeramente insertado. Mantenerlo a esa temperatura durante 10min.

Nota:

El control adecuado de la temperatura del baño, es esencial. Una variación del 0.1°C en la temperatura del baño, podría causar, una variación del 1% en el tiempo de viaje de burbuja.

Al finalizar los 10min., ajustar el nivel del líquido, de tal manera, que la parte baja del menisco, esté a nivel con la línea de 100mm. Insertar el tapón de corcho, de la forma, que la parte baja del tapón, esté a nivel con la línea de 108mm. Esto asegurará, un tamaño apropiado y uniforme de burbuja.

Insertar el tubo en el estante, y sumergirlo en el baño de agua. Insertar también estándares de referencia apropiados. Mantenerlos en el baño, mínimo 20min., antes de leer viscosidad.

Para leer, invertir el tubo rápidamente y determinar el tiempo requerido para que la burbuja recorra la distancia, ó comparar el recorrido, con los estándares de referencia.

Para determinar el tiempo de viaje de la burbuja, en la muestra, se realiza lo siguiente: Encender el cronómetro, cuando la parte alta de la burbuja llegue a ser tangente a la línea de 27mm. en el tubo. Parar el tiempo, cuando la parte alta de la burbuja llegue a ser tangente con la línea de 100mm. Esto da, un tiempo de viaje de burbuja de 73mm. Todas las determinaciones de tiempos, y comparaciones con estándares, deberán de realizarse a una posición de tubo, exactamente vertical.

Nota:

La posición del tubo, es obligatoria. Un tubo, que se encuentre fuera de la vertical, podrá dar un error aproximadamente del 10%, en el tiempo de viaje de burbuja.

7.- Reporte

La viscosidad obtenida a 25°C, por cualquiera de los dos tipos de determinaciones; tiempo de viaje de burbuja ó comparación con estándares, podrá se expresada como

"seg-burbuja" ó "stokes" (aprox. iguales a los seg-burbuja).

Reportar la concentración de la solución de resina, el disolvente usado y, si se hicieron soluciones en caliente ó en frío.

8.- Precisión

Basándose en un estudio de interlaboratorios, en el cuál, 10 laboratoristas, examinaron líquidos, con un rango de viscosidad de 4.5 a 440 st. Los siguientes criterios, se usarán, para juzgar la aceptación de los resultados, a un nivel de confiabilidad del 95%.

8.1 Dos resultados obtenidos, por el mismo operador, deben considerarse sospechosos, si difieren en más de 4.9% relativo.

8.2 Dos resultados, cada uno la media de dos experimentos, obtenidos por operadores en diferentes laboratorios, deben considerarse sospechosos, si difieren en más de 9% relativo.(19)

Método ASTM D-1200-82 (Viscosidad de pinturas, barnices, resinas, y materiales relacionados, por medio de la Copa Ford de viscosidad)

1.- Alcance

Este método, cubre la determinación de la viscosidad de líquidos Newtonianos ó casi Newtonianos; como pinturas, barnices, resinas, y materiales relacionados, con la copa Ford de viscosidad.

La combinación, copa-orificio (copa Ford no. 2, no.3, ó no.4), está seleccionada para proveer, un tiempo de flujo, entre el rango de 20 a 100 segundos. Cuando el tiempo del efluente, está más allá de éste rango, el control exacto de la temperatura es difícil. Cualquier desviación del comportamiento newtoniano, puede ocasionar una deficiencia en la reproducibilidad de éste método.

2.- Documentos Aplicables

2.1 Estándares ASTM

D2196 Métodos para las propiedades reológicas de materiales no-newtonianos, por el viscosímetro rotacional (Brookfield)

E1 Especificaciones para termómetros ASTM

3.- Resumen del método

La copa Ford de viscosidad, es llenada completamente con el fluido bajo prueba, y es medido el tiempo, para que el material fluya totalmente a través del orificio estándar.

4.- Significado y uso

Este método, es útil para la determinación de viscosidad de gran cantidad de pinturas y otros materiales relacionados, así como, en el adelgazamiento de éstos materiales, pero sólo se aplica a materiales newtonianos ó casi newtonianos.

5.- Definiciones

5.1 Líquido Newtoniano. Un líquido, en el cuál, la viscosidad es independiente de la naturaleza de la velocidad de corte ó esfuerzo de corte.

Si la relación de esfuerzo de corte a velocidad de corte, no es constante, el líquido es no-newtoniano.

5.2 Líquido casi Newtoniano. Un líquido, en el cuál, la variación de viscosidad con la velocidad de corte, es pequeña, y el efecto en la viscosidad de disturbios mecánicos, tales como agitación ligera, es despreciable ó insignificante.

6.- Aparatos

6.1 Copa Ford de viscosidad. No. 2, no. 3, no. 4, hechas de materiales resistentes a disolventes y corrosión, y

conforme a los requerimientos dimensionales mostrados en la Fig. 1. Las dimensiones del orificio, son consideradas como una gufa, sólo para la manufactura y estandarización de los instrumentos.

6.2 Termómetro. Termómetro de viscosidad Saybolt, conforme a los requerimientos para termómetros 17C ó 17F (66 a 80°F), de acuerdo a la especificación E1.

6.3 Cronómetro. Graduado en divisiones de 0.2s. ó menos.

7.- Muestra de prueba

La muestra del material a ser examinado, debe ser visiblemente homogénea y libre de cualquier partícula ó burbuja de aire.

8.- Temperatura de prueba. Todas las medidas realizadas con la copa Ford de viscosidad, deben de ser a 77°F (25°C). La variación de temperatura debe ser mínima. Un intervalo tolerable de fluctuación es de $\pm 1.0^\circ\text{F}$ ($\pm 0.5^\circ\text{C}$).

9.- Acondicionamiento. Mantener la temperatura de la prueba, pocos grados por debajo de la temperatura deseada, agitar vigorosamente en un agitador recíprocante durante 10min. Dejar reposar 10min. y ajustar a la temperatura deseada. Hacer la lectura de viscosidad, al final de los 10min.

10.- Procedimiento. Hacer las determinaciones de viscosidad en un cuarto, libre de corrientes de aire y cambios rápidos de temperatura. Para alto grado de precisión, la temperatura del cuarto, debe estar entre 72 y 82°F (22 y 28°C).

Seleccionar la copa apropiada, para copa No. 3 y No. 4, el tiempo de flujo está entre 20 y 100s., para la copa No. 2 entre 40 y 100s. (fig. 2).

Determinar el tiempo del flujo en seg., como sigue; Tapar el orificio con el dedo y llenar la copa a su nivel, con la muestra preparada. Quitar el dedo y medir el tiempo entre el momento en que comienza el flujo y el momento en que se rompe el chorro.

11.- Cuidado de la copa. Después de cada determinación, limpiar la copa con un disolvente apropiado y con paño suave. Bajo ninguna condición, debe ser limpiada ó frotada con otro metal. Limpiar con cuidado el orificio, para evitar el depósito de películas de muestra.

12.- Reporte. Reportar el tiempo de eflujo, con una precisión de 0.2s.

13.- Precisión. En base a un estudio de interlaboratorios, en el cuál participaron 8 operadores, de 4 diferentes laboratorios, se hicieron pruebas a 5 pinturas diferentes, se encontró que el coeficiente de

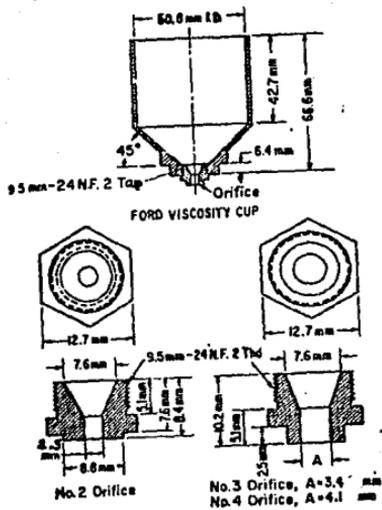


Fig. 1 Copa Ford de viscosidad y sus orificios.

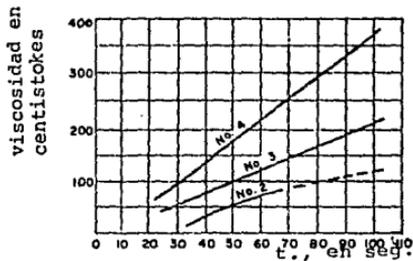


Fig. 2 Curvas aproximadas de viscosidad para copas Ford.

variación entre los laboratorios fué de 2.8%, con 35 grados de libertad, y el coeficiente por laboratorio fué de 6.9%, con 30 grados de libertad. Basados en éstos coeficientes, el siguiente criterio, puede ser usado para juzgar la aceptabilidad de los resultados, a un nivel del 95% de confiabilidad.

Repetibilidad. Dos resultados obtenidos por el mismo operador en diferentes días, pueden considerarse sospechosos si difieren por más de 8%.

Reproducibilidad. Dos resultados obtenidos por operadores en diferentes laboratorios, pueden considerarse sospechosos, si difieren por más de 20%.(19)

Método ASTM D-1963-74 (Reaprobado 1984) (Gravedad Específica de aceites secantes, barnices, resinas y materiales relacionados a 25-25°C)

1.- Alcance

Este método cubre la determinación de gravedad específica de aceites secantes, barnices, resinas y materiales relacionados a 25-25°C.

Este método de prueba se recomienda, cuando se requiere precisión en la determinación de gravedad específica, tal como lo establecen las especificaciones ó los trabajos de referencia.

- Para materia con una viscosidad cinemática de 40 stokes ó menor, usar el picnómetro de tipo Leach.
- Para materia con una viscosidad cinemática que excede los 40 stokes, usar el picnómetro tipo Hubbard.
- Para materiales que son sólidos ó semisólidos a 25°C, pero líquidos a temperaturas ligeramente altas, usar el picnómetro de tipo Hubbard.

El método de la copa, es satisfactorio para muchos trabajos de laboratorio rutinarios, aunque la precisión obtenida, no es igual a la del método del picnómetro.

Los hidrómetros proveen un método rápido, para checar la gravedad específica, y son generalmente satisfactorios para trabajos de control rutinarios, sin embargo, la precisión del método del hidrómetro, no es adecuada, cuando se requieren resultados exactos.

2.- Documentos aplicables

2.1 Estándares ASTM

D-1298 Método de prueba para la densidad, gravedad específica ó gravedad API de petróleo líquido y productos del petróleo líquido por el método del hidrómetro.

D-1475 Método de prueba para la densidad de pinturas, barnices, lacas y materiales relacionados.

E100 Especificaciones para termómetros ASTM

3.- Definición

3.1 La gravedad específica de aceites secantes y barnices, es la relación de la masa de un volumen dado de materia a 25°C, con un volumen igual de agua a 25°C, expresada como sigue:

$$\text{Gravedad específica a } 25/25^{\circ}\text{C} = X$$

4.- Aparatos

4.1 Picnómetro de tipo Leach. Un picnómetro de vidrio, de forma cónica y con brazo oradado en un costado. Con un tapón estándar del número 5/12.

El picnómetro, debe de tener acoplado un termómetro, por medio de un tapón estándar del número 10/18 intercambiable. El termómetro, debe tener un rango de 12 a 38°C, en divisiones de 0.2°C.

El picnómetro, puede ser de 25 ó 50ml. de capacidad.

4.2 Picnómetro del tipo Hubbard. Un picnómetro de vidrio, de forma cónica ó cilíndrica, acoplado con un tapón de vidrio esmerilado, de 22 a 26mm. de diámetro. El tapón debe tener un hoyo vertical en el centro, de 1 a 2mm. La parte alta del tapón, deber ser plana y lisa. La superficie inferior del picnómetro, debe ser cóncava (aprox. 5mm. en el centro) para dejar que el aire escape cuando se inserte el tapón. La capacidad del picnómetro debe ser de 25 a 30ml. y el peso no mayor a 40g.

4.2 Baño de agua. Con capacidad de mantener la temp. a $25 \pm 0.1^\circ\text{C}$

5.- Precauciones de seguridad

La solución de limpieza, para vidrio, consiste en dicromato de potasio, disuelto en ácido sulfúrico concentrado; que es corrosivo para la piel, ojos y membranas

mucosas. Dicho ácido, causa severas quemaduras. Prevenir su contacto con la piel.

En la preparación de soluciones ácidas diluidas, añadir el ácido al agua con cuidado. En caso de haber contacto con los ojos, lavarlos con gran cantidad de agua durante 15min., así como también lavar la ropa, en caso de ser contaminada por el ácido. El ácido, es un oxidante fuerte, y no debe de ser puesto en contacto con agentes orgánicos ó reductores, ya que pueden causar fuego ó explosión.

6.- Calibración de los picnómetros.

6.1 Calibración del picnómetro tipo Leach

Limpiar cuidadosamente el picnómetro, remojando todas sus partes en dicromato de potasio, disuelto en ácido sulfúrico concentrado, posteriormente lavarlo con agua.

Secar perfectamente el picnómetro y colocarlo con todas sus partes en un desecador, por lo menos 1hr. antes de efectuarse la pesada del mismo. Pesar el picnómetro con todas sus partes, con precisión de 0.1mg. Asignar éste peso como A.

Llenar el picnómetro totalmente con agua a 20°C, previamente hervida y destilada. Insertar el termómetro, sosteniendo el picnómetro a 45° de la horizontal, evitando la formación de burbujas de aire.

Llevar el picnómetro a un baño a 25°C, en el cuál el agua llegue a una altura de 1/16" menor, a la parte alta del tubo capilar del picnómetro, y mantenerlo en el baño aprox. 1hr. ó hasta que el sistema termómetro-picnómetro, estén a 25°C.

Cuidadosamente, quitar el exceso de agua, con un material absorbente y tapar inmediatamente. Sacar el picnómetro del baño y secarlo. Tener cuidado de no tomar el picnómetro con la mano, para evitar la elevación de la temperatura. Inmediatamente pesar con una exactitud de 0.1mg., y asignarle a éste peso, la letra B.

6.2 Calibración del picnómetro tipo Hubbard

Procedimiento idéntico a 6.1

7.- Procedimiento

7.1 Procedimiento, usando el picnómetro tipo Leach

Llenar el picnómetro limpio y seco, con el material a ser examinado, a una temperatura aprox. de 20°C de la misma forma descrita en 6.1. Si es necesario, centrifugar el material, para remover las burbujas de aire.

Llevar el material al baño a la temperatura de 25°C. Secar con un material absorbente, humedecido en tolueno y pesarlo. Asignar a éste peso la letra C.

7.2 Procedimiento, usando el picnómetro tipo Hubbard

Cuando se determine gravedad específica de materiales que son muy viscosos, semisólidos ó sólidos a 25°C, usar el siguiente procedimiento:

Llenar el picnómetro limpio y seco, a la mitad, con el material a ser examinado. (Deben tomarse precauciones, para que el material no toque las paredes del picnómetro sobre el nivel final, y para prevenir la inclusión de burbujas de aire. Es conveniente calentar el picnómetro, antes de llenarlo.)

Dejar que el picnómetro y su contenido, se enfríen a temperatura del cuarto y, entonces, pesarlo junto con el tapón. Asignar a éste peso, la letra C.

Remover el picnómetro de la balanza, y llenarlo con agua fresca a 20°C, previamente hervida y destilada. Insertar el tapón y colocar el picnómetro en el baño a temperatura constante, por lo menos 30min. Al terminar éste período, sellar firmemente el tapón, y cuidadosamente, limpiar la parte alta del tapón. Posteriormente, pesarlo con una precisión de 0.1mg. Asignar a éste peso, la letra D.

8.- Cálculos

Calcular la gravedad específica, cuando el picnómetro está completamente lleno con la materia que será examinada, como sigue:

$$\text{Gravedad específica} = (C - A)/(B - A)$$

donde;

A = Peso del picnómetro en g.

B = Peso del picnómetro lleno con agua, en g.

C = Peso del picnómetro lleno con el material, en g.

Cuando se usa el picnómetro tipo Leach, y la temperatura del material C, no es exactamente 25°C, se debe de hacer una corrección, usando el coeficiente térmico del material examinado. Para muchos aceites vegetales, éste es aprox. 0.00068/°C:

$$\text{Gravedad específica corregida} = X + 0.00068Y$$

donde;

X = gravedad específica incorrecta

Y = diferencia de temperatura mayor ó menor a 25°C

Calcular la gravedad específica, cuando el picnómetro está parcialmente lleno con el material a examinar, como sigue:

$$\text{Gravedad específica} = (C - A) / ((B - A) - (D - C))$$

donde;

A = Peso del picnómetro vacío, en g.

B = Peso del picnómetro lleno con agua, en g.

C = Peso del picnómetro lleno con el material, en g.

D = Peso del picnómetro lleno con el material y agua, en g.

9.- Precisión

9.1 Repetibilidad. (Nivel de confiabilidad del 95%)

Resultados por duplicado, por el mismo operador, deben considerarse sospechosos, si difieren por más de 0.0011

9.2 Reproducibilidad.

Determinaciones simples, hechas en 2 diferentes laboratorios, deben considerarse sospechosos, si difieren por más de 0.0013(19)

Método ASTM D-3132-84 (Rango de Solubilidad de Resinas y Polímeros)

1.- Alcance

Este método, cubre la determinación de la solubilidad de resinas y polímeros, en términos de parámetros de solubilidad y enlace de hidrógeno de disolventes, en los cuales, ocurre completa disolución. En algunos casos, el momento dipolar de los disolventes, ayuda a determinar con mayor exactitud, los límites de solubilidad.

Este método es aplicable, sólo si las soluciones a examinar, son de suficiente claridad, y libres de color, para permitir juzgar visualmente, con exactitud, la completa solubilidad de la resina.

2.- Definición

El parámetro de solubilidad, δ , de una sustancia, se define como la raíz cuadrada de la densidad de "energía de cohesión" ó "energía de vaporización", por unidad de volumen":

$$\delta = (\Delta E/V)^{1/2}$$

donde;

ΔE = Energía de vaporización

V = Volumen molar,

El valor de δ para un líquido volátil, puede ser calculado exactamente, a partir del calor latente de vaporización ó aproximadamente de su punto de ebullición.

Valores de parámetros de solubilidad para diferentes disolventes, son mostrados en la tabla I.

Los disolventes, son también clasificados de acuerdo a su fuerza de enlace de hidrógeno, γ . Valores numéricos de γ , pueden ser derivados de análisis espectroscópicos.

Uno de éstos métodos, considera a γ , como el décimo cambio de número de onda, observado por la técnica de Gordy y un rango de 0 a 25. Otro método, el cuál, limita valores de γ a el rango de 2.2 a 10, define a la misma por medio de la siguiente ecuación:

$$\gamma = (0.0395 \times \Delta\nu) + 2.2$$

donde, ν , es el cambio del número de onda, determinada por el método de Gordy.

Hidrocarburos, hidrocarburos halogenados y nitro-hidrocarburos, tienen bajo valor de γ ; ésteres, éteres, éter-alcoholes, aminas y ácidos, tienen valores elevados de γ .

El parámetro de solubilidad δ_m , de una mezcla de disolventes, teniendo parámetros, δ_1 , δ_2 , ...etc., es una función de la fracción molar y el volumen molar de los componentes, expresado de la forma siguiente:

No.	Disolvente ó mezcla de disolventes, %vol.	Parámetro de (δ) Sol.	Enlace de Hídrogeno, %	Momento dipolar, μ	
1*	Dioxyethyl ether	8.9	11.7	8.6	1
2*	n-Pentane	7.0	0	2.2	0
3*	n-Heptane	7.1	0	2.2	0
4	50 % Diisobutyl ketone	7.4	10.1	5.9	2.0
5*	50 % Dioxyethyl ether				
6*	Diethyl ether	7.4	13.0	6.9	1.2
	50 % n-Heptane	7.6	4.2	3.7	1.4
	50 % Diisobutyl ketone				
	25 % n-Heptane	7.7	6.3	4.5	2.0
8	15 % Diisobutyl ketone				
9	Methyl cyclohexane	7.8	0	2.2	0
	66.7 % n-Heptane	7.8	2.9	3.3	0.6
	33.3 % n-Butyl Acetate				
10*	Diisobutyl ketone	7.8	8.4	5.2	2.7
11*	57 % Diethyl ether	7.9	11.2	6.3	1.5
	43 % n-Butyl acetate				
12	66.7 % Diethyl ether	8.1	14.9	7.6	1.4
	33.3 % 2-Ethylhexanol				
13*	Cyclohexane	8.2	0	2.2	0
14*	40 % n-Heptane	8.2	5.3	4.1	1.1
	60 % n-Butyl acetate				
15	71 % Cyclohexane	8.4	1.3	2.7	0.1
	29 % Toluene				
16*	n-Butyl acetate	8.5	8.8	5.4	1.9
17*	40 % Cyclohexane	8.6	2.7	3.2	0.2
	60 % Toluene				
18	50 % Cyclohexane	8.7	0	2.2	0
	50 % Benzene				
19	50 % n-Butyl acetate	8.7	6.7	4.6	1.2
	50 % Toluene				
20	50 % EGMBE (See No. 23)	8.7	10.9	6.2	1.8
21*	50 % n-Butyl acetate				
	33.3 % Diethyl ether	8.8	16.8	8.2	1.5
	66.7 % 2-Ethylhexanol				
22*	Toluene	8.9	4.5	3.6	0.4
23	2-Butoxyethanol	8.9	13.0	6.9	1.6
24*	Benzene	9.2	0	2.2	0
25	Propylene oxide	9.2	10.0	5.8	1.8
26	56 % EGMBE	9.2	15.3	7.8	1.6
27	44 % 2-Ethylhexanol				
	50 % Methylene chloride	9.3	3.0	3.3	1.0
	50 % Toluene				
28*	50 % n-Butyl acetate				
	50 % Diisobutyl ketone	9.4	7.1	4.8	0.4
29*	50 % Diisobutyl ketone				
	2-Ethylhexanol	9.5	18.7	8.9	1.7
30	Methyl acetate	9.6	8.4	5.2	1.7
31*	Methylene chloride	9.7	1.3	2.7	1.5
32	66.7 % Methylene chloride	9.8	4.2	3.7	1.1
	33.3 % Diisobutyl ketone				
33	50 % Diisobutyl ketone	9.8	5.6	4.2	1.0
	50 % Methylene chloride				
34*	Diisobutyl ketone	9.9	9.7	5.7	0.4
35	Cyclohexanone	9.9	11.7	6.4	2.7
36*	2-Ethoxyethanol	9.9	13.0	6.9	1.6
37	75 % EGMBE	9.9	14.4	7.4	1.6
	25 % Methyl isobutyl carbinol				
38*	Carbon disulfide	10.0	0	2.2	0
39	30 % EGMBE	10.0	17.0	8.2	1.7
	70 % Methyl isobutyl carbinol				
40	Methyl isobutyl carbinol	10.0	18.7	8.8	1.7
41	66.7 % Methylene chloride	10.2	1.8	2.8	2.2
	33.3 % Nitroethane				
42	66.7 % Diisobutyl ketone				
43	33.3 % Nitroethane	10.3	7.3	4.8	1.5

Tabla I Disolventes ó mezcla de disolventes

No.	Disolvente ó mezcla de disolventes. % Vol.	Pará- metro de Sol. (δ)	Enlace de Hi- drogeno		Momento dipolar ^C μ
			δ^A	δ^B	
41*	50% Toluene	10.4	5.4	4.2	2.1
42*	50% Acetonitrile	10.4	13.9	7.9	1.7
43*	50% EGMEF	10.4	13.9	7.9	1.7
44*	50% n-Amil alcohol	10.5	18.7	8.9	1.3
45*	2:1 Ethanol	10.6	2.2	3.0	1.3
46	11.1% Methylene chloride	10.6	2.2	3.0	1.3
47	66.7% Nitroethane	10.8	4.3	3.8	2.8
48	25% Dioxane	10.8	8.5	5.5	1.6
49	75% Dioxane	10.8	8.5	5.5	1.6
50	25% Propylene carbonate	10.8	12.3	6.6	1.8
51	80% EGMEF	10.8	14.1	7.3	1.6
52	20% Methanol	10.8	14.1	7.3	1.6
53	33.3% EGMEF	10.9	16.8	8.2	1.7
54	66.7% n-Butanol	10.9	16.8	8.2	1.7
55	n-Amyl alcohol (pentanol)	10.9	18.7	8.9	1.7
56	48% Benzene	11.0	1.3	2.7	1.8
57*	52% Nitromethane	11.0	10.7	5.6	2.1
58*	50% Dioxane	11.1	2.5	3.1	1.6
59*	50% Dimethylformamide	11.1	6.9	4.5	1.6
60*	Nitroethane	11.1	2.5	3.1	1.6
61*	25% n-Butyl acetate	11.1	6.9	4.5	1.6
62*	75% Acetonitrile	11.1	6.9	4.5	1.6
63*	n-Butanol	11.4	18.7	8.9	1.7
64*	50% Nitroethane	11.5	4.4	3.8	2.8
65*	50% Acetonitrile	11.5	13.0	7.6	1.8
66*	83% EGMEF	11.5	13.0	7.6	1.8
67*	35% Methanol	11.6	16.4	8.2	2.0
68*	66.7% n-Butanol	11.6	16.4	8.2	2.0
69*	33.3% Dimethylformamide	11.7	8.7	5.4	2.2
70*	50% Dioxane	11.7	8.7	5.4	2.2
71*	50% Nitroethane	11.9	2.5	3.1	1.5
72*	50% Nitromethane	11.9	2.5	3.1	1.5
73*	Acetonitrile	11.9	6.3	4.5	1.9
74*	30% n-Butanol	11.9	13.8	7.2	1.9
75*	70% Dimethylformamide	11.9	13.8	7.2	1.9
76*	n-Propanol	11.9	18.7	8.9	1.7
77*	70% Acetonitrile	12.0	8.0	5.1	1.9
78*	30% Dimethylformamide	12.0	8.0	5.1	1.9
79*	64% Dimethylformamide	12.0	10.0	5.8	1.8
80*	32% Acetonitrile	12.1	11.7	6.4	1.8
81*	Dimethylformamide	12.1	11.7	6.4	1.8
82*	50% n-Propanol	12.3	18.7	8.9	1.7
83*	50% Ethanol	12.4	4.0	3.7	2.6
84*	60% Nitromethane	12.4	4.0	3.7	2.6
85*	40% Acetonitrile	12.4	15.2	7.7	2.8
86*	50% Ethanol	12.4	15.2	7.7	2.8
87*	50% Dimethylformamide	12.5	6.0	4.4	1.9
88*	25% Dioxane	12.5	6.0	4.4	1.9
89*	77% Propylene carbonate	12.6	9.3	5.6	1.9
90*	40% Dimethylformamide	12.6	9.3	5.6	1.9
91*	60% Dimethyl sulfoxide	12.6	16.6	8.2	2.3
92*	70% Ethanol	12.6	16.6	8.2	2.3
93*	30% Dimethylformamide	12.6	16.6	8.2	2.3
94*	80% Dimethylformamide	12.6	13.1	6.9	1.8
95*	20% Methanol	12.7	2.5	3.1	1.4
96*	Nitromethane	12.7	2.5	3.1	1.4
97*	Ethanol	12.8	18.7	8.9	1.7
98*	72% Dimethyl sulfoxide	12.9	10.8	6.1	1.8
99*	28% Ethanol	13.0	7.7	5.0	1.8
	Dimethyl sulfoxide	13.0	7.7	5.0	1.8

Tabla I Continuación

No.	Disolvente ó mezcla de disolventes. % vol.	Parámetro de Solubilidad	Enlace de Hidrógeno		Momento Dipolar ^C
			δ	γ^A	
80	46% Methanol 54% Dimethylformamide	13.2	14.9	7.6	2.8
81*	Propylene carbonate	13.3	4.9	4.0	5.0
82	80% Dimethyl sulfoxide 20% Methanol	13.3	9.9	5.8	3.5
83	70% Dimethylformamide 30% Monomethylformamide	13.3	11.8	7.0	3.8
84	50% Methanol 50% Methanol	13.6	18.7	8.9	1.7
85*	66.7% Methanol 33.3% Dimethylformamide	13.7	16.4	8.1	2.4
86*	57% Methanol 41% Dimethyl sulfoxide	13.9	14.0	7.8	2.7
87*	Methanol	14.5	18.7	8.9	1.7
88*	Propylene glycol	15.0	20.6	9.4	2.2
89	63% Methanol 37% Monomethylformamide	15.1	16.2	8.8	2.5
90	Ethylene glycol	17.1	20.6	9.6	2.3

- A Crowley, J.D., et al "A three Dimensional Approach to Solubility", J. of Paint Technology. Vol. 38, No. 496 1966, pp. 69; Vol. 39, No. 504, 1967 pp. 19
- B E.I. du Pont de Nemours & Co., Bulletin PA 12-770, "Solvent Formulating Maps for Elvacite Acrylic Resins", Serial A-70562, 1970.
- C McLellan, A.L., Tables of Experimental Dipole Moments, W.H. Freeman & Co., San Fco., 1960

Tabla I Continuación

$$\langle \delta_1 x_1 V_1 + \delta_2 x_2 V_2 \rangle / \langle x_1 V_1 + x_2 V_2 \rangle$$

Si los componentes, tienen el mismo volumen molar ($V_1 = V_2$), se tiene:

$$\delta_m = x_1 \delta_1 + x_2 \delta_2$$

Así, en una mezcla de 2 componentes, A y B, teniendo el mismo volumen molar, y valores de parámetros de solubilidad de δ_A y δ_B , se tiene:

$$\delta_m = (\%vol.A \times \delta_A) + (\%vol.B \times \delta_B) / 100$$

Similarmente, el valor del enlace de hidrógeno, γ_m , de una mezcla, está determinada por:

$$\gamma_m = (\%vol.A \times \gamma_A) + (\%vol.B \times \gamma_B) / 100$$

y el momento dipolar, por:

$$\mu_m = (\%vol.A \times \mu_A) + (\%vol.B \times \mu_B) / 100$$

3.- Resumen del método

La solubilidad de materiales resinosos y poliméricos, depende a la vez, de los parámetros de solubilidad, enlace de hidrógeno y el momento dipolar de los disolventes. El parámetro de solubilidad, es el más importante de los tres, seguido por el enlace de hidrógeno. Consecuentemente, la solubilidad de muchos materiales, está suficientemente definida, por el área de parámetros de solubilidad y enlace de hidrógeno de los disolventes. Un material es insoluble ó soluble en un disolvente, si sus propiedades de

enlace de hidrógeno y parámetros de solubilidad, caen dentro ó fuera de ésta área.

En ésta prueba, el material es examinado separadamente, en disolventes que cubren el diagrama completo de solubilidad, así como, los límites de completa solubilidad.

4.- Significado y uso

Este método, es útil par la determinación empírica de los disolventes ó disolvente, en el cuál (es), una resina ó polímero, pueden ser disueltos. Este método, es también aplicable, para estimar los disolventes, que pueden ser utilizados para dilución de polímeros y resinas, sin formación de niebla ó precipitación de resina ó polímero.

5.- Aparatos

5.1 Frasco de vidrio, con tapa de rosca, con capacidad de 5 a 20ml.

5.2 Cilindro, rodete u otra máquina rotatoria de mezclado.

6.- Disolventes de prueba

Los disolventes ó mezcla de disolventes, usados en la prueba, son listados en la tabla I, en orden creciente de parámetros de solubilidad.

Cada disolvente, debe tener buen grado técnico ó comercial, (no menos del 95%) preferentemente 99%, y deben ser esencialmente anhidros (< 0.3% agua).

Precaución. Dietil éter, diisopropil éter y dioxano, pueden formar peróxidos explosivos en largos períodos de almacenamiento, particularmente, si son guardados en botellas de vidrio, expuestas a la luz.

La mezcla de disolventes, puede hacerse con ayuda de una bureta, que ha sido lavada con dietil éter, secada a 65°C, y enjuagada dos veces en el disolvente a medir. Los frascos que contengan a las mezclas, deben ser tapados firmemente para prevenir evaporación.

7.- Procedimiento

7.1 Preparación de las soluciones

La relación de soluto a disolvente, debe ser la mejor posible, para evitar dificultad en la preparación de la solución.

En muchos formadores de película, el rango de concentraciones es de 40% para resinas de bajo Peso molecular y de 10% para polímeros que dan soluciones viscosas.

La precisión de pesada, de soluto y disolvente, debe asegurar una desviación máxima de $\pm 5\%$, en relación a la concentración deseada. Reportar la concentración usada, ya

que el rango de parámetro de solubilidad, se ve regularmente afectado por dicha concentración.

Para preparar las soluciones, secar los frascos a 65°C y etiquetarlos. Se ha encontrado, como satisfactorio, un frasco de 15ml., conteniendo 5g. de solución.

Reducir los terrones de agregados de resina, a un tamaño conveniente, pero que éste no llegue a convertirse en un polvo fino, ya que podría causar empaquetamiento.

Con resinas, que dan soluciones de baja viscosidad, el disolvente puede ser añadido a el soluto, ó viceversa.

Con resinas, de alto peso molecular, que tienden a gelarse, el orden de adición, afecta, marcadamente el tiempo requerido para disolver la resina y eliminar las partículas de gel. Consecuentemente, el disolvente debe de ser pesado dentro del frasco y entonces, añadir poco a poco el soluto.

En cualquiera de los procedimientos anteriores, posteriormente de haber añadido el soluto, tapan el frasco firmemente y mezclar por agitación. Rotar ó agitar los frascos, durante 24hrs. Se consideran velocidades apropiadas, de 1 a 5 rpm.

B.- Interpretación de los resultados.

Al finalizar las 24hrs., alinear los frascos, para observación. Clasificar la apariencia, de acuerdo a los siguientes grados:

- Solubilidad completa. Fase líquida, limpia y clara, no se distinguen sólidos ó geles.
- Línea límite. Nublado ó turbio, pero sin separación de fase.
- Insoluble. Se observan dos fases: que podrían ser; un líquido con gel, ó un líquido con fase sólida, ó dos líquidos separados.

Mantener las muestras durante 7 días, a una temperatura de 20 a 27°C, para verificar si no hay cambio en la clasificación.

Trazar los resultados de solubilidad, en una gráfica, usando parámetros de solubilidad como abscisa, enlace de hidrógeno como ordenada, y símbolos, para distinguir los tres grados de solubilidad.

Identificar áreas de completa solubilidad y de insolubilidad, y los disolventes seleccionados de la tabla I, para definir, más estrechamente, los límites de solubilidad de la resina.

9.- Reporte

Los resultados de ésta prueba, son preferentemente presentados en una gráfica, mostrando la región de solubilidad para el material bajo prueba. Para reportes escritos, exponer el parámetro de solubilidad mínimo y máximo δ , y el enlace de hidrógeno λ , a el cuál, la solución fué realizada.(19)

Reportar la concentración de la resina usada en la prueba.

10.- Precisión

Actualmente, no hay informe de precisión confiable para éste método.

Método ASTM D-1544-80 (Color de líquidos transparentes
(Escala de color de Gardner))

1.- Alcance

Este método comprende, las mediciones del color de líquidos transparentes, por medio de la comparación con tubos de vidrio conteniendo líquidos estándares. Se aplica a aceites secantes, barnices, ácidos grasos, ácidos grasos polimerizados y soluciones de resinas.

2.- Documentos Aplicables

D1545 Método de prueba de viscosidad de líquidos transparentes por el método del tiempo de burbuja.

E308 Práctica para espectrofotometría y descripción del color en sistemas CIE 1931

3.- Aparatos

3.1 18 Vidrios estándares, numerados separadamente y que tengan características de color de acuerdo a la tabla I. El color, deber ser producido solamente, por los componentes del vidrio.

3.2 Tubos de vidrio, claros, de 10.65mm. de diámetro interno y 114mm. de longitud externa (tubos de viscosidad, como los descritos en el método D1545)

NO. DE ESTANDAR DE COLOR DE GARDNER	COORDENADAS DE CROMATI- CIDAD		TRANS LUMIN %	TOLERANCIA DE TRANSMI- TANCIA ±
	X	Y		
1	0.3177	0.3303	80	7
2	0.3233	0.3352	79	7
3	0.3329	0.3452	76	6
4	0.3437	0.3644	75	5
5	0.3558	0.3840	74	4
6	0.3767	0.4061	71	4
7	0.4044	0.4352	67	4
8	0.4207	0.4498	64	4
9	0.4343	0.4640	61	4
10	0.4503	0.4760	57	4
11	0.4842	0.4818	45	4
12	0.5077	0.4638	36	5
13	0.5392	0.4458	30	6
14	0.5646	0.4270	22	6
15	0.5857	0.4089	16	2
16	0.6047	0.3921	11	1
17	0.6290	0.3701	6	1
18	0.6477	0.3521	4	1

TABLA I ESPECIFICACIONES DE COLOR DE
ESTANDARES DE REFERENCIA

3.3 Aparatos apropiados para comparar la muestra con el estándar.

Los aparatos, pueden ser de cualquier diseño, pero deben tener las siguientes características:

- Iluminación. Iluminante C de CIE
- Campo circundante

No debe haber diferencias significativas, entre el canto del tubo de las muestras, y la de los estándares, y éste debe ser acromático.

- Campo de visión

La muestra y uno ó varios estándares, deben estar simultáneamente en el campo de visión y deben de sostenerse a un ángulo visual de aprox. 2°.

4.- Procedimiento

Llenar un tubo de vidrio, con el material a examinar. Si el material está ligeramente turbio, filtrarlo.

Comparar la muestra con los vidrios estándar, determinando, cuál estándar se aproxima mejor a la muestra, tanto en brillantez como en saturación. Ignorar diferencias de tinte.

5.- Reporte

Reportar el color, como el número del estándar más cercano a la muestra. Si son necesarias mediciones más precisas, reportar como más oscuro ó más luminoso al estándar. Por ejemplo, entre los colores 5 y 6, se puede reportar, 5, 5+, 6-, 6.

6.- Precisión

Basándose, en un estudio, en el cuál, un observador, hizo determinaciones por duplicado de 4 muestras, las desviaciones estándar fueron de 0.5 y 0.1 en el número del color. De acuerdo a éstas desviaciones estándar, se debe usar, el siguiente criterio, para juzgar la aceptabilidad de los resultados, a un nivel de confiabilidad del 95%:

6.1 Repetibilidad. Dos resultados, obtenidos por un sólo operador, deben considerarse sospechosos, si difieren en más de 2/3 de un número de color.

6.2 Reproducibilidad. Dos resultados, cada uno la media de 2 determinaciones, hechas por operadores en diferentes laboratorios, deben considerarse sospechosos, si difieren en más de 4/3 de un número de color.(19)

Método ASTM D-2090-70 (Reaprobado en 1981) <Claridad y limpieza de líquidos de pinturas>

1.- Alcance

Este método, cubre un procedimiento para la examinación visual de cualquier líquido no pigmentado para uso en pinturas, incluyendo, aceites secantes, ácidos grasos, disolventes, barnices, soluciones resinosas, lacas claras, y otros recubrimientos transparentes, para determinar la ausencia ó presencia de componentes indeseables.

2.- Resumen del método

La muestra se examina visualmente en su recipiente original, además del recipiente especificado, y también es examinado en una capa delgada, que no debe mostrar ninguna irregularidad.

3.- Descripción de los términos

Hay varios términos, para claridad ó limpieza de líquidos, que se han establecido en el lenguaje comercial, para describir los componentes indeseables de un líquido. Dichos términos, son los siguientes:

3.1 Materia Extraña. Es cualquier material visible, no relacionado con el verdadero origen del líquido especificado.

- 3.2 Sedimentos. Es cualquier sólido, que pueda asentarse ó centrifugarse, de la porción principal del líquido. Por ejemplo, alimentos, granos, goma, etc.
- 3.3 "Pellejos". Son capas de sólido parcial de materia, que se pueden formar del mismo material ó de otro.
- 3.4 Turbidez. Describe la cantidad, relativamente grande de flóculos, geles, materia suspendida, partículas, gotas, que no se asientan.
- 3.5 Claridad Baja. Describe una cantidad, relativamente pequeña de materia no asentable, finamente dispersada, la cuál, no es visiblemente homogénea con la masa del líquido especificada, sin embargo, el líquido es transparente y transmite mucha de la luz que incide sobre él.
- 3.6 Claridad. Una carencia completa de cualquier irregularidad visible, cuando la muestra se ve en frascos ó tubos de prueba. Además, dicha muestra, presenta una gran transmisión de luz.
- 3.7 Limpieza. Describe una completa ausencia de cualquier no uniformidad visible de la muestra, cuando es observada a través de un microscopio que utilice luz visible.

4.- Muestras.

Cada tipo de recipiente, (carro-tanque, tractor, tambor, garrafón, etc.) utilizado en la determinación de claridad

y limpieza de líquidos, requiere su propio procedimiento de muestreo.

Las condiciones de temperatura, y periodos de tiempo, afectan las cantidades de materia solidificada, que puede formarse, tal materia, pueden ser; fosfatos, ceras, ácidos de alto punto de fusión, disolventes de bajo punto de ebullición, etc. Por lo tanto, se deben especificar, la temperatura de la muestra y del recipiente, tipo de recipiente usado, cantidad de luz, y cualquier otra condición crítica.

5.- Condición de las muestras

Debido a que la cantidad de materia que solidifique, tiene un límite de tiempo y temperatura, deberán especificarse tales variables, sino, se sobre entiende, que el material se encuentra estable en un periodo de tiempo, y que además será observado a 77°F (25°C).

6.- Procedimiento

Examinar todas las partes de la muestra y su recipiente, por los menos a 50 ft-candela de luz.

Llenar un tubo limpio de Gardner-Holdt, con dimensiones especificadas en el método D1545, con la muestra y tapar con tapón limpio dejando una burbuja de aire, inclinar el tubo, a un pequeño ángulo de la horizontal y observar

durante el movimiento del líquido, cualquier partícula que se pueda apreciar.

Vaciar un 80 ó 90% del contenido del tubo, y mantenerlo verticalmente por 15min. Dejar que se forme una capa delgada sobre las paredes del tubo, y posteriormente, examinar la reflectancia y transmitancia de la capa delgada, usando luz fuerte, para detectar partículas de cualquier clase. Un líquido puede aparentar ser limpio en masa, pero no limpio en la capa delgada.

Nota: Muchas variables influyen la examinación de la muestra, tales como: soluciones de betún altamente coloreadas, secantes, barnices, etc., sin embargo, pueden ser examinados, en cuanto a limpieza y claridad, cuando se usa una capa delgada de dichas soluciones.

Ácidos grasos, relativamente puros, pueden tener estrechos rangos de punto de solidificación, y su limpieza, es fácilmente observable, a una temperatura de 50°F (10°C) por encima de su punto de fusión; mientras que, mezclas de ácidos grasos oscuras, pueden tener un rango amplio de punto de fusión, y la especificación de tiempo y temperatura, pueden constituir un método para limitar su composición.

Las soluciones de barnices, resinas, secantes, aceites saponificados ó polimerizados, pueden contener partículas geladas, que afectan la apariencia de pinturas de alto

brillo y esmaltes hechos con ellas. La técnica de capa delgada, es útil, para detectar estas partículas, cuando su índice de refracción, las hace difíciles de detectar en masa.

7.- Reporte

El reporte debe incluir lo siguiente:

7.1 Nombre del recipiente original ó de la muestra examinada, y cualquier detalle significativo para el procedimiento de muestreo.

7.2 Rango de temperatura y período de tiempo de las condiciones de muestreo.

7.3 Temperatura de la muestra, al tiempo de la observación.

7.4 Término ó términos seleccionados de la sección 3, que describan la claridad ó limpieza de la muestra.(19)

8.- Precisión

No es posible establecer un valor numérico de precisión para este método.

Pruebas a DISOLVENTES

Método ASTM-D-1078-83 (Rango de Destilación de líquidos orgánicos volátiles)

1.- Alcance

Este método cubre la determinación del rango de destilación de líquidos con punto de ebullición entre 30° y 300°C, que son químicamente estables, durante el proceso de destilación.

Este método es aplicable a líquidos orgánicos, tales como hidrocarburos, compuestos oxigenados, intermediarios químicos y mezclas de estos.

2.- Documentos aplicables

2.1 Estándares ASTM

E1 Especificaciones para termómetros ASTM

E133 Especificación para equipo de destilación

E180 Práctica recomendada, para el desarrollo de los datos de precisión, en métodos ASTM para análisis y prueba de químicos industriales.

E299 Método para indicar la cantidad de peróxido en disolventes orgánicos.

3.- Definiciones

3.1 Punto inicial de ebullición. La temperatura indicada por el termómetro de destilación, en el instante, en que la primera gota de condensado, abandona o deja el tubo condensador.

3.2 Punto final de ebullición. La temperatura indicada, en el instante en que la última gota de líquido se evapora del punto más bajo, en el matraz de destilación.

4.- Resumen del método

Una muestra de 100ml. es destilada, bajo las condiciones equivalentes a una destilación diferencial Batch Simple (por lote).

La temperatura de el mercurio en el termómetro, está equilibrada con la del líquido de reflujo, antes que el destilado sea llevado a otro lado. Las temperaturas de ebullición observadas en el termómetro de inmersión parcial, son corregidas a una presión atmosférica estándar, para dar la temperatura de ebullición real.

5.- Significado y uso

Esta prueba, provee un método de medida, del rango de destilación de líquidos orgánicos. La volatilidad relativa de líquidos orgánicos, puede ser usada, junto con otras pruebas, para la identificación y medida de calidad.

Por lo tanto, este método, provee un procedimiento para cumplir con una especificación.

Provee también, un valor empírico de residuo, capacidad de recuperación de disolvente y pérdida por calentamiento.

Los líquidos orgánicos, son usados como disolventes en muchos procesos químicos. Como la volatilidad relativa, material de residuo y la capacidad de recuperación del disolvente, afectan la eficiencia de éstos procesos, éste método, es útil, en el control de manufactura.

6.- Aparatos

6.1 Aparatos de destilación

6.2 Matraz de destilación de borosilicato, con cap. de 200ml.

6.3 Fuente de calor. Calentador eléctrico

6.4 Recipiente. Un cilindro de 100ml., graduado en subdivisiones de 1 ml. y con una altura total de 250 a 260mm.

6.5 Termómetros. Termómetros de inmersión parcial, como los listados en la tabla 1.

7.- Precauciones de seguridad.

Precaución: Ciertos disolventes e intermediarios químicos, particularmente, éteres y compuestos insaturados, pueden

formar peróxidos durante el almacenamiento. Estos peróxidos pueden presentar una explosión peligrosa, cuando el líquido es destilado, especialmente, cuando está cerca del punto final de ebullición. Cuando la formación del peróxido es casi probable, el material debe ser analizado por el método de peróxidos (KI) y, si estos existen en cantidades peligrosas, debe de desecharse la muestra.

La mayoría de los disolventes orgánicos e Intermediarios químicos, arden. En la operación de el aparato de destilación, usar una careta apropiada como protección, en caso de haber rotura accidental del matraz de destilación.

Proveer una adecuada ventilación, para mantener baja la concentración de vapores, a el límite menor de explosión.

B.- Preparación de los aparatos

Limpiar y secar el tubo condensador, por frotación con una pieza de lino suave.

Usar el termómetro específico para el producto bajo estudio. Si no se tiene un termómetro específico, seleccionar uno de la tabla 1, con graduaciones que cubran el rango de destilación del material. Centrar el termómetro dentro del cuello del matraz, por medio de un tapón de corcho de acoplamiento firme, de tal manera que la parte más alta de la cámara de contracción (ó bulbo si se utiliza el termómetro 2C), esté a nivel con la parte

más baja del tubo de vapor, a su unión con el cuello del matraz.

Insertar el tubo de vapor del matraz de destilación, a el tubo del condensador, haciendo una conexión firme. Ajustar la posición de la tabla de asbesto, de tal manera que el cuello del matraz, esté vertical al tubo de vapor extendido dentro del tubo del condensador, a una distancia de 25 a 50mm. Descansar la parte baja del matraz, sobre la tela de asbesto.

Llenar el condensador, con agua a la temperatura apropiada, como se muestra en la tabla 2.

Ajustar la temperatura de la porción de muestra (tabla 2.)

9.- Procedimiento

Usar el recipiente graduado y medir 100 ± 0.5 ml. de la muestra, a la temperatura ajustada. Transferir la muestra a el matraz, graduando el desagüe de 15 a 20s. Conectar el matraz a el condensador e insertar el termómetro. Colocar el recipiente para coleccionar el destilado, sin secar, a el orificio de salida del tubo condensador, de tal manera, que el tubo condensador, se extienda dentro de la escala graduada, por lo menos 25mm., pero que no se extienda por debajo de la marca de 100ml.

Número de termómetro ASTM	Rango, °C	Subdivisiones, °C
2C	-5 a 300	1.0
37C	-2 a 52	0.2
38C	24 a 78	0.2
39C	48 a 102	0.2
40C	72 a 126	0.2
41C	98 a 152	0.2
42C	95 a 255	0.5
102C	123 a 177	0.2
103C	148 a 202	0.2
104C	173 a 227	0.2
105C	198 a 252	0.2
106C	223 a 277	0.2
107C	248 a 302	0.2

Tabla 1 Termómetros

Punto de ebullición inicial, °C	Condensador, °C	Muestra, °C
Abajo de 50	0 a 3	0 a 3
50 a 70	0 a 10	10 a 20
70 a 150	25 a 30	20 a 30
Arriba de 150	35 a 50	20 a 30

Tabla 2 Temperaturas

Si el punto inicial de ebullición del material, está por debajo de 70°C, sumergir el recipiente en un baño y mantener a una temperatura de 10 a 20°C, durante toda la destilación.

Colocar una cubierta plana en lo alto del recipiente, para prevenir la entrada de humedad al mismo.

Para obtener exactitud y precisión, aceptables, para materiales que tienen diferentes temperaturas de ebullición, se recomienda lo siguiente:

9.1 Para materiales que tienen una temperatura inicial de ebullición por debajo de 150°C, se deben establecer las siguientes condiciones:

- Protección de calor. Tamaño de agujero, 1 1/4in. (32mm.) de diámetro.
- Velocidad de calentamiento: Tiempo de aplicación de calor a la primera gota de destilado, de 5 a 10min., y un tiempo de ascendencia de columna de vapor en el cuello del matraz, de 2.5 a 3.5 min.

9.2 Para materiales que tienen un punto inicial de ebullición por encima de 150°C, se deben establecer las siguientes condiciones:

- Cubierta de calor. Tamaño de agujero, 1 1/2in. (38mm.) de diámetro.

- Velocidad de calentamiento: Tiempo de aplicación de calor para la primera gota de destilado, de 10 a 15min. y un tiempo de salida de vapor del cuello del matraz, desde la colección de la primera gota, de 15min.

9.3 Ajustar la cantidad de calor, de tal manera, que la destilación se lleve a una velocidad de 4 a 5ml./min. (aprox. 2gotas/s.), y mover el recipiente, de la forma, que la punta del tubo del condensador, toque uno de los lados del recipiente, después de que se recolectó la primera gota. Anotar las lecturas del termómetro de destilación después de recolectar 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 y 95ml. de destilado.

9.4 Sin cambiar el grado de calentamiento, continuar la destilación más allá del punto del 95%, hasta que sea observado el punto "seco" (punto final de destilación). Anotar la temperatura de éste punto, como punto final de destilación. Si el punto final no es obtenido (esto es, si hay descomposición antes de llegar al punto final, ó si hay líquido remanente en la parte baja del matraz, cuando la máxima temperatura es observada en el termómetro de destilación), anotar éste hecho.

9.5 Cuando el punto final, no puede ser obtenido, reportar como el punto final, la máxima temperatura observada en el termómetro.

Cuando la descomposición se presenta, la evolución del vapor y vapores, es usualmente seguida por una disminución gradual en la temperatura. Si la gota esperada en el punto final no ocurre, anotar la máxima temperatura observada en el termómetro, 5min. después de que se llegó al punto de 95%, y reportar como "punto final a los 5min." Esta notación, muestra, que el punto final real no se alcanzó dentro del límite de tiempo dado. En cualquier caso, el punto final, no debe exceder 5min. después del punto de 95%.

9.6 Leer y anotar la presión barométrica.

9.7 Después de que el tubo condensador ha sido desagüado, leer el volumen total de destilado y anotarlo como "recobrado".

El producto total de destilado, para un material que tiene un rango de destilación de 10°C ó menos, no debe ser menor del 97%, para líquidos no viscosos. Para líquidos viscosos y materiales que tienen un rango de destilación más amplio a 10°C, un producto de 95% de volumen, es satisfactorio. Si el producto no es obtenido dentro de éstos límites, repetir la prueba.

9.8 Si hay presencia de residuo, enfriarlo a temperatura del cuarto y colocarlo dentro de un cilindro pequeño, graduado en subdivisiones de 0.1ml. Medir el volumen y anotarlo como "residuo". Anotar la diferencia entre 100,

y la suma de el residuo más el "recobrado", como "pérdidas de destilación":

$$100 - (\text{residuo} + \text{recobrado}) = \text{Pérdidas}$$

10.- Factores que causan sobrecalentamiento

En general, cualquier condición, como la temperatura de los alrededores, provoca una elevación de la temperatura de el vapor que se encuentra en equilibrio con el líquido, causando sobrecalentamiento.

Algunos factores que causan sobrecalentamiento, son los siguientes:

- Mal asentamiento del matraz.

Sólo se debe tener en contacto con la superficie de la parrilla, la porción específica del matraz, y esto se logra mediante los siguientes procedimientos:

1.- Mantener las dimensiones del matraz y las de la tela de asbesto. El agujero, deber ser perfectamente circular, sin irregularidades.

2.- Usar una tela de asbesto libre de roturas y cuadros.

3.- Colocar el matraz, ajustándolo sobre la tabla de asbesto, en la parte superior aislada, del mismo.

10.1 Aplicación de calor

Aplicar la fuente de calor, directamente debajo del matraz. Cualquier variación, podría causar un calentamiento del aire alrededor del matraz, provocando una temperatura exterior mayor, que la del matraz.

10.2 Fuente extraña de calor

Una fuente extraña de calor, tal como la luz solar, cayendo directamente en el matraz, puede causar sobrecalentamiento.

10.3 Condición del equipo.

Tomar precauciones en el manejo de los aparatos. Para materiales, de bajo punto de ebullición, enfriar la unidad de calentamiento a temperatura de cuarto, antes de iniciarse la prueba.

Los calentadores eléctricos, en general, causan sobrecalentamiento. Se debe seleccionar un calentador, cuyo diseño, concentre los elementos de calentamiento, a una mínima área, y el cuál, contenga una mínima cantidad de material cerámico en su total construcción.

El cumplimiento de estos requerimientos, reducirá, pero no eliminará completamente, la cantidad de radiación extraña alrededor del perímetro de la tela de asbesto, en la cuál, es colocado el matraz.

11.- Cálculos

11.1 Verificación de la calibración del Termómetro

Aplicar las correcciones a las variaciones en el calibre de el termómetro.

11.2 Corrección por contracción del bulbo del termómetro.

Aplicar la corrección por contracción (ó reducción) del bulbo de mercurio, debido a cualquier cambio en su punto de congelación ó de evaporación. Para prevenir éstas anomalías, se puede usar un termómetro de resistencia de platino.

11.3 Corrección barométrica

Después de aplicar las correcciones por error del termómetro, corregir cada lectura, como a continuación se menciona:

$$\text{Corrección} = K(760 - P)$$

donde;

K = rapidez del cambio del punto de ebullición, con la presión, en °C/mm. como se muestra en la tabla 3

P = Presión barométrica en mm. de Hg. a una temperatura estándar.

Nota: Para otros compuestos puros, no listados en la tabla 3, el valor de K deber ser obtenido de la literatura.

Compuesto	Valores de K_1 , °C/mmHg en el punto de ebullición	Punto de ebullición a 760 mmHg, °C
Acetona	0.039	56.1
Alcohol n-Amílico	0.041	138
Acetato n-Amílico	0.048	149.5
Solvente aromático nafta	0.049	---
Benceno	0.043	80.1
Acetato isobutílico	0.045	117.3
Acetato n-butílico	0.045	126.1
Acetato sec-butílico	0.045	112.4
Alcohol isobutílico	0.036	107.9
Alcohol n-butílico	0.037	117.7
Alcohol sec-butílico	0.035	99.5
Alcohol diacetónico	0.050	---
Diétilen glicol	0.050	245.8
Dipropilén glicol	0.051	232.8
Acetato etílico	0.041	77.2
Alcohol etílico	0.033	78.3
Etilén glicol	0.045	197.6
2-Butoxi-etanol	0.047	171.2
2-Etoxi-etanol	0.044	135.1
2-Etoxi-etilén acetato	0.046	156.3
Hexilén glicol	0.045	197.1
Acetato n-hexílico	0.050	171.6
Isoforona	0.057	215.3
Alcohol metílico	0.033	64.5
Metil etil cetona	0.043	79.6
Metil isoamil acetato	0.048	146.2
Metil isoamil cetona	0.048	144.9
Metil isobutil carbinol	0.041	131.8
Metil isobutil cetona	0.046	116.2
Percloroetileno	0.048	121.2
Alcohol isopropílico	0.033	82.3
Acetato isopropílico	0.041	88.5
Propilén glicol	0.043	187.6
Piridina	0.046	115.4
Tolueno	0.046	110.6
Tricloroetileno	0.043	87.1
Vinil acetato	0.040	72.7
Xileno (mezcla de isómeros)	0.049	---

Tabla 3 Cambio del punto de ebullición con la presión

Para hidrocarburos con rango de punto de ebullición estrecho, el valor de K, puede ser asumido como 0.00012 veces el punto normal de ebullición en la escala absoluta de temperatura.

12.- Reporte

Reportar los resultados, en una forma de acuerdo a las especificaciones del material examinado.

Si no se define la manera de reportar de acuerdo a lo especificado, reportar las temperaturas corregidas a cada volumen observado y dar los porcentajes de volumen de residuo, recobrado y pérdidas por destilación.

13.- Precisión

La precisión de ésta prueba, está basada en 3 estudios de interlaboratorios, involucrando 10 laboratoristas y diversos disolventes. Se estableció, en general, que la precisión mejora con el aumento de pureza y estrecho rango de destilación del disolvente. Mientras que, era deficiente para mezclas que tienen rango amplio de destilación y elevadas temperaturas.

Los valores mostrados para los diferentes disolventes, se pueden usar como ejemplos de la precisión obtenida con éste método, a un nivel de confiabilidad del 95%.

13.1 Repetibilidad. Dos resultados, cada uno la media de 2 corridas, obtenidos por el mismo operador, deben

considerarse sospechosos, si difieren por más a el valor mostrado en la tabla 4 para un material con rango de ebullición similar.

13.2 Reproducibilidad. Dos resultados, cada uno la media de 2 corridas, obtenidos por operadores en diferentes laboratorios, deben considerarse sospechosos, si difieren por más a el valor mostrado en la tabla 4 para un material con rango de ebullición similar.(19)

Punto de ebullición inicial, °C	Acetona	Acetato ester de Dietilen Glicol Monoetil Eter	Mezcla de Glicoles	Xileno-Pseudo-cumeno
Valor medio	55.87±0.09	215.33±0.31	190.74±0.42	141.03±0.52
Comprobación de límites	0.1	0.77	0.76	0.5
Repetibilidad	0.09	0.87	0.51	0.34
Reproducibilidad	0.42	1.53	1.92	2.36
<hr/>				
Punto a 50 ml., °C				
Valor medio	56.03±0.07	218.24±0.24	192.83±0.35	146.18±0.37
Comprobación de límites	0.07	0.21	0.4	0.56
Repetibilidad	0.15	0.58	0.34	0.81
Reproducibilidad	0.32	1.16	1.57	1.75
<hr/>				
Punto seco, °C				
Valor medio	56.36±0.11	220.03±0.29	202.51±0.74	148.75±0.57
Comprobación de límites	0.27	0.46	0.57	0.8
Repetibilidad	0.24	0.52	0.77	1.2
Reproducibilidad	0.51	1.35	3.36	2.7
<hr/>				
Rango de destilación, °C				
Media Ps-Promedio P.e.l.	0.49	4.7	11.8	27.8
Comprobación de límites	0.29	0.9	0.95	0.95
Repetibilidad	0.26	1.04	0.93	1.25
Reproducibilidad	0.66	2.04	3.88	3.59

Tabla 4 Resumen de precisión

Método ASTM D-2935-81 (Densidad aparente de hidrocarburos aromáticos industriales)

1.- Alcance

Este método cubre la medida de densidad aparente en libras de aire/galón U.S., a temperaturas convenientes, usando un hidrómetro y reportando la temperatura especificada.

2.- Documentos Aplicables

2.1 Estándares ASTM

D3437 Práctica para muestras y manejo de productos cíclicos líquidos.

E1 Especificación para termómetros ASTM

E12 Definición de términos relacionados a densidad y gravedad específica de sólidos, líquidos y gases.

E100 Especificación para hidrómetros ASTM.

3.- Definición

3.1 Densidad aparente a 60°F. El peso en aire de un unidad de volumen de muestra a 60°F; en éste método, el peso está en libras y el volumen en galones líquidos U.S. La densidad del aire es de 0.0012g/cm³.

4.- Resumen del Método

La lectura del hidrómetro, está hecha a una temperatura conveniente. La diferencia entre la lectura del hidrómetro y su valor tabulado a la temperatura de la prueba, está aplicada para tabular valores a cualquier otra temperatura, para obtener la densidad aparente a ésta otra temperatura.

La precisión de éste método, está basada en determinaciones por duplicado. Para otros casos, determinaciones sencillas son suficientes.

5.- Significado y uso

Este método es útil, para establecer especificaciones de los hidrocarburos aromáticos industriales. También puede ser usado como un control de calidad interno y en el desarrollo ó investigación de métodos de control.

Este método también es usado para medir pureza en benceno, tolueno, estireno; mezclas de xileno y ciclo hexano. Puede ser ampliado para ser usado en cualquier otro material, para el cuál se conoce una relación empírica entre la densidad y la temperatura. La precisión ha sido determinada entre el rango de 55 y 100°F.

6.- Aparatos

6.1 Hidrómetro ASTM, en lbs./gal., con un rango consistente con la densidad del material de prueba. El hidrómetro debe reunir las requerimientos de la especificación

E100. La tabla 1, muestra los rangos de algunos hidrómetros ASTM.

6.2 Termómetro. Graduado en divisiones de 0.1°F en el rango de 54 a 101°F y conforme a la especificación E1.

6.3 Cilindro. de vidrio, con un diámetro interno de 25mm. más grande que el diámetro del hidrómetro y una altura adecuada, que proporcione un espacio libre de 25mm. entre la parte más baja del hidrómetro y la parte interna más baja del cilindro, con borde en la orilla, para facilidad de vaciado.

6.4 Baño. Que mantenga el contenido del hidrómetro constante, a la temperatura especificada.

7.- Procedimiento

Mantener la muestra, cilindro, termómetro y baño, a la misma temperatura, preferentemente la del ambiente. Vaciar la muestra dentro del cilindro, evitando la formación de burbujas de aire.

Colocar el cilindro, conteniendo la muestra, en una posición vertical, en el baño de agua. Tomar precauciones, para evitar que la temperatura de la muestra, cambie apreciablemente durante el tiempo necesario para completar la prueba. Medir la temperatura y dejar el termómetro en el líquido.

NUMERO ASTM	RANGO NORMAL	lb/gal.
294H - 68T	6.24 a	6.66
295H - 68T	6.66 a	7.08
296H - 68T	7.08 a	7.5
297H - 68T	7.5 a	7.91

Tabla 1 Hidrómetros apropiados para pruebas industriales de hidrocarburos aromáticos

Lentamente, colocar el hidrómetro dentro de la muestra y bajarlo 2 divisiones de la escala dentro del líquido, soltarlo, dejar que flote libremente lejos de las paredes del cilindro. Esperar a que esté completamente quieto y que las burbujas de aire, lleguen a la superficie, medir la temperatura del líquido.

Cuando el hidrómetro, permanezca flotando libremente, y la temperatura de la muestra esté constante a $\pm 0.1^{\circ}\text{F}$, leer en el hidrómetro, a la división más cercana a $1/5$. La lectura correcta, es aquella, en la cuál, el líquido corta la escala del hidrómetro.

Determinar éste punto, colocando el ojo, firmemente, por debajo del nivel del líquido, vista primeramente como una elipse distorsionada, y posteriormente, como una línea recta, cortando la escala del hidrómetro.

Nota:

$1/5$ de una división de la escala del hidrómetro, es igual a 0.0011b/gal .

Observar la temperatura, antes y después de la determinación de la densidad indicada.

Conservar el termómetro dentro de la muestra, durante todas las determinaciones.

Si las 2 lecturas de temperatura, difieren por más de 0.2°F, repetir la determinación de temperatura y densidad, cuando la temperatura de la muestra llegue a ser estable.

Registrar la temperatura del termómetro, antes y después de la lectura final del hidrómetro a una precisión de 0.1°F. Registrar la lectura del hidrómetro a una precisión de 0.001lb/gal.

8.- Cálculos

Comparar los datos de la tabla 2, con la temperatura de prueba. Si la lectura del hidrómetro, observada a ésta temperatura, es mayor que el valor de la tabla, añadir la diferencia a el valor de la tabla a 60°F, para obtener la densidad aparente a 60°F. Si la lectura observada, es menor que el valor de la tabla, substraer la diferencia de el valor de la tabla a 60°F, para obtener la densidad aparente a 60°F.

9.- Reporte

Reportar la densidad, con precisión de 0.001lb/gal.

10.- Precisión

El siguiente criterio, puede ser usado para juzgar la aceptabilidad de los resultados, a un nivel de confiabilidad del 95%.

10.1 Repetibilidad. La desviación estándar de resultados sencillos, obtenidos por el mismo analista en días diferentes, fué de 0.0042lb/gal a 38 grados de libertad. Dos valores deben considerarse sospechosos, si difieren por más de 0.012. Cuando las determinaciones por duplicado, son hechas por el mismo analista en días diferentes, la desviación estándar de los resultados (c/u el promedio de duplicados) fué de 0.0016 lb/gal a 38 grados de libertad. Dos valores deben considerarse sospechosos, si difieren por más de 0.0046.

10.2 Reproducibilidad. La desviación estándar de resultados obtenidos por analistas en diferentes laboratorios, fué de 0.009 lb/gal. a 7 grados de libertad. Dos valores deben considerarse sospechosos, si difieren por más de 0.03. En determinaciones por duplicado, la desviación estándar de los resultados (c/u el promedio de duplicados) fué de 0.0082 lb/gal. a 7 grados de libertad. Dos valores, deben considerarse sospechosos, si difieren por más de 0.0275.(19)

Temperatura, °F	Pounds on Air per U.S. Gallon at 11								
	Benzene	Toluene	Ethyl Benzene	o-Xylene	m-Xylene	p-Xylene	Mixed Xylenes	Styrene	Cyclohexane
-3		7.533	7.512	7.613	7.478		7.478		7.460
-4		7.528	7.509	7.609	7.474		7.474		7.456
-5		7.524	7.505	7.605	7.471		7.471		7.452
-6		7.520	7.501	7.601	7.467		7.467		7.449
-1		7.516	7.497	7.597	7.463		7.463		7.445
0		7.512	7.493	7.594	7.460		7.460		7.441
1		7.507	7.489	7.589	7.456		7.456		7.437
2		7.503	7.485	7.586	7.452		7.452		7.434
3		7.499	7.482	7.582	7.449		7.449		7.430
4		7.495	7.478	7.579	7.445		7.445		7.426
5		7.491	7.474	7.575	7.441		7.441		7.423
6		7.487	7.470	7.571	7.437		7.437		7.419
7		7.482	7.466	7.567	7.434		7.434		7.415
8		7.478	7.462	7.564	7.430		7.430		7.411
9		7.474	7.458	7.560	7.426		7.426		7.408
10		7.470	7.455	7.556	7.423		7.423		7.404
11		7.466	7.451	7.552	7.419		7.419		7.400
12		7.461	7.447	7.549	7.415		7.415		7.397
13		7.457	7.443	7.545	7.411		7.411		7.393
14		7.453	7.439	7.541	7.408		7.408		7.389
15		7.449	7.435	7.537	7.404		7.404	7.764	7.385
16		7.445	7.431	7.534	7.400		7.400	7.760	7.381
17		7.441	7.427	7.530	7.397		7.397	7.756	7.377
18		7.436	7.424	7.526	7.393		7.393	7.752	7.373
19		7.432	7.420	7.522	7.389		7.389	7.748	7.369
20		7.428	7.416	7.518	7.385		7.385	7.744	7.365
21		7.424	7.412	7.515	7.382		7.382	7.740	7.361
22		7.420	7.408	7.511	7.378		7.378	7.736	7.357
23		7.415	7.404	7.507	7.374		7.374	7.732	7.353
24		7.411	7.400	7.503	7.370		7.370	7.728	7.349
25		7.407	7.396	7.500	7.367		7.367	7.724	7.345
26		7.403	7.392	7.496	7.363		7.363	7.720	7.341
27		7.399	7.389	7.492	7.359		7.359	7.716	7.337
28		7.395	7.385	7.489	7.356		7.356	7.712	7.333
29		7.390	7.381	7.485	7.352		7.352	7.708	7.329
30		7.386	7.377	7.481	7.348		7.348	7.704	7.325
31		7.382	7.373	7.477	7.344		7.344	7.701	7.321
32		7.378	7.369	7.473	7.341		7.341	7.697	7.317
33		7.374	7.365	7.470	7.337		7.337	7.693	7.313
34		7.369	7.361	7.466	7.333		7.333	7.689	7.309
35		7.365	7.357	7.462	7.329		7.329	7.685	7.305
36		7.361	7.353	7.458	7.325		7.325	7.681	7.301
37		7.357	7.349	7.454	7.322		7.322	7.677	7.297
38		7.353	7.346	7.451	7.318		7.318	7.673	7.293
39		7.349	7.342	7.447	7.314		7.314	7.669	7.289
40	7.460	7.344	7.337	7.443	7.310		7.310	7.665	6.806
41	7.458	7.340	7.334	7.439	7.307		7.307	7.661	6.802
42	7.459	7.336	7.330	7.435	7.303		7.303	7.657	6.597
43	7.466	7.332	7.326	7.432	7.299		7.299	7.653	6.593
44	7.461	7.328	7.322	7.428	7.295		7.295	7.649	6.589
45	7.456	7.324	7.318	7.424	7.291		7.291	7.645	6.585
46	7.451	7.319	7.314	7.421	7.288		7.288	7.641	6.581
47	7.447	7.315	7.310	7.417	7.284		7.284	7.637	6.577

TABLA 2 DENSIDAD APARENTE VS. T PARA VARIOS
HIDROCARBUROS AROMATICOS INDUSTRIALES

Pounds in Air per U.S. Gallon at 70°F

Temperature, °F	Benzene	Toluene	First Benzene	m-Xylene	p-Xylene	o-Xylene	Mixed Xylenes	Styrene	Cyclohexane
48	7.412	7.311	7.406	7.413	7.280	7.280	7.280	7.613	6.573
49	7.417	7.307	7.392	7.409	7.276	7.276	7.276	7.620	6.569
50	7.413	7.303	7.298	7.405	7.273	7.273	7.273	7.625	6.565
51	7.408	7.298	7.294	7.402	7.269	7.269	7.269	7.631	6.561
52	7.403	7.294	7.291	7.398	7.265	7.265	7.265	7.637	6.557
53	7.399	7.290	7.287	7.394	7.261	7.261	7.261	7.643	6.553
54	7.394	7.286	7.283	7.390	7.257	7.257	7.257	7.649	6.549
55	7.389	7.282	7.279	7.387	7.254	7.254	7.254	7.655	6.545
56	7.384	7.277	7.275	7.383	7.250	7.250	7.250	7.661	6.541
57	7.380	7.273	7.271	7.379	7.246	7.246	7.246	7.597	6.537
58	7.375	7.269	7.267	7.375	7.242	7.242	7.242	7.588	6.533
59	7.370	7.265	7.263	7.371	7.238	7.238	7.238	7.599	6.529
60	7.365	7.261	7.259	7.368	7.234	7.234	7.234	7.585	6.525
61	7.361	7.257	7.255	7.364	7.231	7.231	7.231	7.581	6.549
62	7.356	7.252	7.251	7.360	7.227	7.227	7.227	7.577	6.515
63	7.351	7.248	7.247	7.356	7.223	7.223	7.223	7.573	6.511
64	7.346	7.244	7.243	7.353	7.219	7.219	7.219	7.569	6.506
65	7.342	7.240	7.239	7.349	7.215	7.190	7.215	7.565	6.502
66	7.337	7.236	7.235	7.345	7.212	7.186	7.212	7.561	6.498
67	7.332	7.231	7.231	7.341	7.208	7.182	7.208	7.557	6.494
68	7.327	7.227	7.227	7.337	7.204	7.178	7.204	7.553	6.489
69	7.323	7.223	7.223	7.334	7.200	7.174	7.200	7.549	6.485
70	7.318	7.219	7.219	7.330	7.196	7.170	7.196	7.545	6.481
71	7.313	7.215	7.215	7.326	7.192	7.166	7.192	7.541	6.477
72	7.308	7.211	7.211	7.322	7.189	7.162	7.189	7.537	6.472
73	7.304	7.206	7.207	7.319	7.185	7.158	7.185	7.533	6.468
74	7.299	7.202	7.203	7.315	7.181	7.155	7.181	7.529	6.464
75	7.294	7.198	7.199	7.311	7.177	7.151	7.177	7.525	6.460
76	7.289	7.194	7.195	7.307	7.173	7.147	7.173	7.521	6.456
77	7.284	7.190	7.191	7.303	7.169	7.143	7.169	7.517	6.451
78	7.280	7.185	7.187	7.300	7.165	7.139	7.165	7.513	6.447
79	7.275	7.181	7.183	7.296	7.162	7.135	7.162	7.509	6.443
80	7.270	7.177	7.178	7.292	7.158	7.131	7.158	7.505	6.438
81	7.265	7.173	7.175	7.288	7.154	7.127	7.154	7.501	6.434
82	7.260	7.169	7.172	7.284	7.150	7.123	7.150	7.497	6.430
83	7.255	7.164	7.168	7.281	7.146	7.119	7.146	7.493	6.426
84	7.251	7.160	7.164	7.277	7.142	7.115	7.142	7.489	6.421
85	7.246	7.156	7.160	7.273	7.138	7.112	7.138	7.485	6.417
86	7.241	7.152	7.156	7.269	7.135	7.108	7.135	7.481	6.413
87	7.236	7.148	7.152	7.265	7.131	7.104	7.131	7.477	6.409
88	7.231	7.144	7.148	7.262	7.127	7.100	7.127	7.473	6.405
89	7.226	7.139	7.143	7.258	7.123	7.096	7.123	7.469	6.400
90	7.222	7.135	7.139	7.254	7.119	7.092	7.119	7.465	6.396
91	7.217	7.131	7.135	7.250	7.115	7.088	7.115	7.461	6.391
92	7.212	7.127	7.131	7.246	7.111	7.084	7.111	7.457	6.387
93	7.207	7.123	7.127	7.243	7.107	7.080	7.107	7.453	6.383
94	7.202	7.118	7.123	7.239	7.103	7.076	7.103	7.449	6.379
95	7.197	7.114	7.119	7.235	7.101	7.072	7.101	7.444	6.374
96	7.192	7.110	7.115	7.231	7.096	7.068	7.096	7.440	6.370
97	7.187	7.106	7.111	7.227	7.092	7.064	7.092	7.436	6.365
98	7.183	7.101	7.107	7.223	7.088	7.060	7.088	7.432	6.360
99	7.178	7.099	7.103	7.220	7.084	7.057	7.084	7.428	6.357
100	7.173	7.093	7.099	7.216	7.080	7.053	7.080	7.424	6.353

Table 2 Continuation

Temperature, °F	Pounds in Air per U.S. Gallon at 7F								
	Benzene	Toluene	1,1-Diethylbenzene	o-Xylene	m-Xylene	p-Xylene	Mixed Xylenes	Styrene	1,2-Dichlorobenzene
101	7.168	7.089	7.095	7.212	7.076	7.049	7.076	7.420	6.348
102	7.163	7.083	7.091	7.208	7.072	7.045	7.072	7.416	6.344
103	7.158	7.078	7.087	7.204	7.068	7.041	7.068	7.412	6.340
104	7.153	7.073	7.083	7.201	7.064	7.037	7.064	7.408	6.335
105	7.148	7.072	7.079	7.197	7.061	7.033	7.061	7.404	6.331
106	7.143	7.068	7.075	7.193	7.057	7.029	7.057	7.400	6.326
107	7.138	7.064	7.071	7.189	7.053	7.025	7.053	7.396	6.322
108	7.134	7.060	7.067	7.185	7.049	7.021	7.049	7.392	6.318
109	7.129	7.056	7.063	7.181	7.045	7.017	7.045	7.388	6.313
110	7.124	7.051	7.059	7.178	7.041	7.013	7.041	7.384	6.309
111	7.119	7.047	7.055	7.174	7.037	7.009	7.037	7.380	6.305
112	7.114	7.043	7.051	7.170	7.033	7.005	7.033	7.376	6.301
113	7.109	7.039	7.047	7.166	7.029	7.001	7.029	7.372	6.296
114	7.104	7.035	7.043	7.162	7.025	6.997	7.025	7.368	6.292
115	7.099	7.031	7.039	7.158	7.021	6.993	7.021	7.364	6.287
116	7.094	7.026	7.035	7.155	7.017	6.989	7.017	7.360	6.283
117	7.089	7.022	7.031	7.151	7.013	6.985	7.013	7.356	6.279
118	7.084	7.018	7.027	7.147	7.009	6.981	7.009	7.352	6.274
119	7.079	7.014	7.022	7.143	7.005	6.977	7.005	7.348	6.270
120	7.074	7.010	7.018	7.139	7.002	6.973	7.002	7.344	6.265
121						6.969			
122						6.966			
123						6.962			
124						6.958			
125						6.954			
126						6.950			
127						6.946			
128						6.942			
129						6.938			
130						6.934			
131						6.930			
132						6.926			
133						6.922			
134						6.918			
135						6.914			
136						6.910			
137						6.906			
138						6.902			
139						6.898			
140						6.894			
141						6.890			
142						6.886			
143						6.882			
144						6.878			
145						6.874			
146						6.870			
147						6.866			
148						6.862			
149						6.858			
150						6.854			

Table 2 Continuation

Método ASTM D-891-59 (Reaprobado en 1981) (Gravedad específica, aparente, de líquidos químicos industriales)

1.- Alcance

Este método cubre la determinación de gravedad específica aparente, de líquidos químicos industriales.

Se cubren 3 tipos de determinaciones, las cuáles son:

- 1.1 Método A Gravedad específica aparente, por medio de un hidrómetro.
- 1.2 Método B Gravedad específica aparente, por medio de un picnómetro.
- 1.3 Método C Gravedad específica aparente, por medio de una balanza de gravedad específica.

Comunmente, el término gravedad específica aparente, se entiende como la media de la gravedad específica, ya que éste método, esta de acuerdo con las definiciones E12. Todos los términos leídos como gravedad específica, fueron cambiados a gravedad específica aparente, sin alterar el significado de la gravedad específica.

2.- Documentos Aplicables

2.1 Estándares ASTM

D1193 Especificaciones para agua como reactivo

E1 Especificaciones para termómetros ASTM

E12 Definiciones de los términos relacionados con densidad y gravedad específica de sólidos, líquidos y gases.

E100 Especificaciones para hidrómetros ASTM.

E202 Métodos para análisis de etilenglicoles y propilenglicoles.

E302 Métodos de prueba, para ácidos orgánicos monobásicos.

E346 Métodos para análisis de metanol.

3.- Significado y uso

La gravedad específica aparente, puede usarse, como una prueba cualitativa, para establecer la presencia de cierta cantidad de una determinada sustancia química. Puede usarse, para calcular el volumen ocupado por un producto, cuyo peso es conocido, ó para calcular el peso de un producto a partir de su volumen. Es usado también, para determinar la composición de mezclas binarias de sustancias químicamente puras. En el caso de sustancias químicas industriales refinadas, la gravedad específica aparente, es de un valor mínimo y sirve para detectar contaminación con otros productos.

De los tres métodos citados anteriormente, el método del picnómetro, es el más exacto y preciso. El método del hidrómetro, es el menos exacto y preciso, pero es el más simple y rápido. Si la muestra es muy viscosa, debe ser usado el método del hidrómetro, puesto que no hay libre flotación si se usa el hidrómetro.

4.- Definiciones

4.1 Gravedad específica aparente. Es la relación del peso en aire, de una unidad de volumen de un material a temperatura constante, con el peso en aire (de densidad igual) de un volumen igual de agua destilada, libre de gas, a temperatura constante. Se debe especificar como sigue:

- Cuando las temperaturas del material y del agua son las mismas, se especifica:

$$\text{grav. esp., } X/X^{\circ}\text{C}$$

donde;

X es la temperatura del material y del agua

- Cuando la temperatura del material y del agua, no son las mismas:

$$\text{grav. esp., } X/Y^{\circ}\text{C}$$

donde;

X es la temperatura del material

Y es la temperatura del agua

Nota:

El agua destilada, libre de gas, es agua destilada que ha sido hervida, hasta eliminar los gases disueltos.

5.- Temperatura de prueba

Las especificaciones para productos químicos industriales, comunmente se hacen a temperaturas diferentes, a las cuáles, se debe medir la gravedad específica aparente.

Cuando se desea gran precisión, es necesario determinar la gravedad específica aparente, a la temperatura preescrita a las especificaciones, y usar instrumentos, que hayan sido calibrados y estandarizados a la temperatura especificada.

La expresión, grav. esp. apa. a 25.0/15.56°C, por ejemplo, significa la relación de peso en aire, de una unidad de volumen de un material a 25°C, con el peso en aire (de igual densidad) de un volumen igual de agua destilada libre de gas a 15.56°C

Es posible, convertir la gravedad específica aparente a $X|$ t_1 , °C, para que corresponda a un valor a $X|$ t_2 , °C, multiplicando el valor t_1 , por el factor dado en la tabla 1. Los valores de la tabla 1, son relaciones de la densidad del agua, a temperaturas apropiadas.

Si el cambio de gravedad específica aparente, con el líquido, es conocido, la gravedad esp. apa. a t_1/Y , se puede convertir a t_2/Y , por la siguiente ecuación.

grav. esp. apa. a $t_2/Y = (t_1 - t_2)K + \text{grav. esp. apa. a } t_1/Y$

donde;

t = temperatura original en °C

t = la 2a. temperatura en °C

K = cambio en la grav. esp. apa. por °C

Ejemplo:

La grav. esp. apa. de n-butanol a 20/20°C es 0.8108 y el cambio en la grav. esp. apa. es 0.00074/°C. ¿Cuál es la gravedad específica aparente a 4/20°C?

$$\text{grav. esp. apa. a } 4/20^{\circ}\text{C} = ((20 - 4)0.00074) + 0.8108$$

$$\text{grav. esp. apa. a } 4/20^{\circ}\text{C} = 0.8226$$

Grav. esp. apa. en base, X/T ,	Multiplicado por este factor, da la gravedad específica aparente, en base X/T_2				
	$t/4$	$t/15$	$t/15.56$	$t/20$	$t/25$
$t/4$	1	1.0008722	1.0009586	1.0017695	1.0029335
$t/15$	0.9991286	1	1.0000864	1.0008966	1.0020595
$t/15.56$	0.9990423	0.9999136	1	1.0008101	1.001973
$t/20$	0.9982336	0.9991042	0.9991905	1	1.0011619
$t/25$	0.9970751	0.9979447	0.9980309	0.9988395	1

Nota: $t = X =$ Temperatura de la muestra.

Tabla 1 Conversión de gravedad específica aparente de base X/T , a base X/T_2

Método "A" Gravedad específica aparente por medio de un hidrómetro.

6.- Resumen del Método

La grav. esp. aparente de la muestra, es determinada por la inmersión del hidrómetro calibrado, en la muestra, a la temperatura de prueba. El desplazamiento del hidrómetro, es una función de la gravedad específica aparente de la muestra, que es leída en la escala del hidrómetro a el nivel de el menisco.

7.- Aparatos

7.1 Hidrómetro. Los hidrómetros a ser usados, deben cumplir las especificaciones E100. Algunos ejemplos de hidrómetros son:

Rango nominal de gravedad específica apa.	Hidrómetro
0.65 a 0.70	82H-62
0.70 a 0.75	83H-62
0.75 a 0.80	84H-62
0.80 a 0.85	85H-62
0.85 a 0.90	86H-62
0.90 a 0.95	87H-62
0.95 a 1.0	88H-62
1.0 a 1.05	89H-62
1.05 a 1.10	90H-62
1.10 a 1.15	113H-62
1.15 a 1.20	114H-62
1.20 a 1.25	115H-62

7.2 Cilindro. De las mismas características, al usado en el método D 2935.

7.3 Termómetro. Conforme a las especificaciones E1. Se recomienda, que en ésta prueba, se utilice el termómetro 90C, que es un termómetro de inmersión con un rango de 0 a 30°C, graduado en divisiones de 0.1°C.

7.4 Baño de agua. Capaz de mantener la temperatura seleccionada a $\pm 0.05^\circ\text{C}$. La profundidad del baño, debe serla suficiente para sumergir el cilindro junto con el hidrómetro, a el nivel del líquido de muestra.

8.- Procedimiento

Acondicionar la muestra a 2°C, debajo de la temperatura, a la cuál, la grav. esp. apa. será determinada. Colocar la muestra en el cilindro, evitando la formación de burbujas de aire. Colocar el cilindro, en el baño de agua, y dejar que la muestra alcance la temperatura del baño a $\pm 0.05^\circ\text{C}$.

Cuando la temperatura de la muestra, esté aproximadamente 0.2°C por debajo a la del baño, lentamente sumergir el hidrómetro, dejándolo que flote libremente. Después de que ha llegado al reposo, y no roza las paredes del cilindro, leer la gravedad específica aparente, como el punto al cuál, la superficie de la muestra, aparentemente corta la escala del hidrómetro.

Determinar la temperatura de la muestra, antes y después de tomar la lectura del hidrómetro.

9.- Reporte

Reportar la lectura obtenida por el hidrómetro, con precisión de 0.0001.

10.- Precisión

Para mayor precisión, hacer determinaciones por duplicado.

Corridas por duplicado, que coincidan dentro de 0.0005 de unidad, son aceptables, a un nivel de confiabilidad del 95%.

10.1 Repetibilidad. La desviación estándar de resultados (c/u el promedio de duplicados), obtenidos por el mismo analista, en días diferentes, fué de 0.0002 de unidad a 12 grados de libertad. Dos promedios, deben considerarse sospechosos, si difieren por más de 0.0005 de unidad.

10.2 Reproducibilidad. La desviación estándar de resultados (c/u el promedio de duplicados), obtenidos por analistas, en diferentes laboratorios, fué de 0.0006 de unidad a 5 grados de libertad. Dos promedios, deben considerarse sospechosos, si difieren por más de 0.00021 de unidad.

Método "B" Gravedad específica aparente, por medio de un picnómetro.

11.- Resumen del método

Un picnómetro, es llenado con agua destilada fresca, a la temperatura específica de prueba, y pesado, para determinar el peso de agua. El mismo picnómetro, es llenado con la muestra, a la temperatura específica de prueba, y pesado. La relación de el peso, de la muestra a el agua, en aire, es la gravedad específica aparente.

12.- Aparatos

12.1 Picnómetro. Con capacidad de 25ml., con tapón esmerilado, y una abertura en capilar.

12.2 Baño de agua. Capaz de mantener la temperatura especificada a $\pm 0.05^{\circ}\text{C}$, durante la prueba.

12.3 Termómetro. De acuerdo a las especificaciones Ef. Se recomienda, el uso de un termómetro 90C, con rango de 0 a 30°C , graduado en divisiones de 0.1°C .

12.4 Balanza Analítica. Con capacidad de 150g. y una precisión de 0.1mg.

12.5 Pesafiltros. De vidrio.

13.- Materiales

13.1 Agua. Conforme a la especificación D1193, tipo II

14.- Procedimiento

Limpiar el picnómetro, con solución de dicromato de potasio disuelto en ácido sulfúrico concentrado, posteriormente, lavarlo con agua. Llenar el picnómetro, con agua destilada fresca. Colocarlo en el baño de agua, mantenido a la temperatura de prueba a $\pm 0.05^{\circ}\text{C}$, por lo menos durante 30min., ajustar el nivel del líquido a el punto apropiado en el picnómetro, taparlo, sacarlo del baño, secarlo y pesarlo.

Vaciar el picnómetro, lavarlo con alcohol y éter, secarlo, colocarlo en el baño de agua a la temperatura de prueba, durante 30min. Una vez que alcanzó la temperatura de prueba, colocarle el tapón, sacarlo del baño, secarlo, y pesarlo.

Substraer el peso del picnómetro vacío, del peso del picnómetro cuando está lleno con agua, con el fin de obtener el peso del agua contenida a la temperatura de prueba, en aire. Asignarle a ésta diferencia, la letra W.

Llevar a cabo el mismo procedimiento para el material de prueba. Substraer el peso del picnómetro vacío, de el peso, cuando está lleno con la muestra, con el fin de obtener el peso de la muestra contenida, a la temperatura de prueba. Asignarle a ésta diferencia, la letra S.

15.- Cálculos

Calcular la grav. esp. apa. de la muestra a $X/Y^{\circ}\text{C}$ (en aire), como sigue:

$$\text{grav. esp. apa., a } X/Y^{\circ}\text{C} = S/W$$

donde;

X = temperatura de la muestra en $^{\circ}\text{C}$

Y = temperatura del agua en $^{\circ}\text{C}$

16.- Reporte

Reportar la gravedad específica aparente, con precisión de 0.0001.

17.- Precisión

Para mayor precisión, hacer determinaciones por duplicado.

Corridas por duplicado, que coincidan dentro de las unidades mostradas en la tabla 2, son aceptables, a un nivel de confiabilidad del 95%.

17.1 Repetibilidad. La desviación estándar de resultados (c/u el promedio de duplicados), obtenidos por el mismo analista en días diferentes, es el valor mostrado en la tabla 2. Dos promedios, deben considerarse sospechosos, si difieren por más, a los valores mostrados en la tabla 2.

17.2 Reproducibilidad. La desviación estándar de resultados (c/u el promedio de duplicados), obtenidos

por analistas en diferentes laboratorios, es el valor
mostrado en la tabla 2. Dos promedios, deben
considerarse sospechosos, si difieren por más a los
valores mostrados en la tabla 2.

	Comprobación de límites por duplicado	Repetibilidad		Reproducibilidad	
		Desv. estándar	DF Rango 95%	Desv. estándar	DF Rango 95%
Metano:	0.0008	0.000626	18 0.00008	0.00017	8 0.00055
Etilen propilen glicoles	0.0002	0.0001	48 0.0002	0.0002	5 0.0008

Nota:

DF = Grados de libertad

Tabla 2 Límites de precisión de gravedad específica aparente,
por medio de un picnómetro.

Método "C" Gravedad específica aparente, por medio de un balanza de gravedad específica.

18.- Resumen del método

El peso de un plomo, suspendido de un balanza de gravedad específica aparente, se determina, cuando es sumergido en agua destilada fresca, y en la muestra. La relación del peso del plomo en la muestra, con respecto al agua, es la grav. esp. apa. de la muestra.

19.- Aparatos

19.1 Balanza. Westphal ó balanza equivalente, capaz de determinar la gravedad esp. apa. hasta la cuarta cifra decimal, y equipada con un plomo, para usarse a la temperatura de prueba.

19.2 Cilindro. De metal ó de vidrio, de aproximadamente 1 1/2 in. (38.1mm.) de diámetro y 5 in. (127mm.) de alto.

19.3 Baño de agua. Ver 12.2

19.4 Termómetro. Ver 12.3

20.- Materiales

20.1 Agua. Según las especificaciones del método D 1193, tipo II

21.- Procedimiento

Suspender el plomo del brazo de la balanza y ajustar a cero. Llenar con agua destilada y fresca, el cilindro. Colocar el cilindro en el baño de agua, y sumergir dentro de él, el plomo. Asegurarse de que el plomo, esté libre de burbujas de aire, esté completamente sumergido y no toque los lados ó el fondo del cilindro. Cuando el cilindro alcance la temperatura de prueba, tomar la lectura, que registra la balanza, al tener en su brazo, suspendido el plomo, sumergido en agua. Posteriormente, lavar el plomo y el cilindro, con alcohol y éter, y secarlos. Llenar el cilindro, con cantidad suficiente de la muestra y sumergir el plomo, al mismo nivel cuando se usó agua. Cuando se alcance la temperatura de prueba, tomar la lectura.

22.- Cálculos

Calcular la grav. esp. apa. como sigue:

$$\text{grav. esp. apa. a } X/Y^{\circ}\text{C} = A/B$$

donde;

A = Lectura obtenida con la muestra a X en °C

B = Lectura obtenida con el agua a Y en °C

23.- Reporte

Reportar la gravedad específica aparente, con precisión de 0.0001(19)

24.- Precisión

La precisión de éste método, no ha sido determinada.

Método ASTM D-1296-84 (Olor de disolventes y diluyentes volátiles)

1.- Alcance

Este método, cubre un procedimiento comparativo, para observar la característica de residuo oloroso de disolventes y diluyentes orgánicos volátiles, y determinar su aceptabilidad de olor en una mezcla de disolventes.

Este método no es empleado para determinar diferencias sutiles de olor, entre materiales ó para determinar intensidad de olor.

No es recomendado, para determinar olor residual de disolventes, cuyo tiempo de evaporación a sequedad a temperatura del cuarto, exceda los 30min.

2.- Significado y uso

2.1 Las características comparativas de olor, pueden ser usadas, en combinación con otras pruebas, para identificar productos y su concordancia con una especificación.

2.2 Las características residuales de olor, pueden ser usadas, para juzgar la presencia de materia no volátil, que puede estar asociada a una contaminación, durante el manejo del disolvente.

Los disolventes y diluyentes volátiles, son usados en un gran número de procesos químicos, y los materiales de residuo, pueden afectar la eficiencia de tales procesos. Por ésta razón, es usado éste método, para llevar a cabo, un control de manufactura y su concordancia con una especificación.

3.- Estándares de referencia

Son muestras de productos, examinados, con característica de olor satisfactorio.

4.- Precauciones de seguridad

Muchos disolventes y diluyentes, como algunos hidrocarburos aromáticos y alifáticos, son peligrosos y tóxicos. Las pruebas, deben ser hechas sólo cuando sea necesario, para evitar, prolongadas inhalaciones, con vapores de los disolventes.

Proveer de adecuada ventilación el área de trabajo, para mantener por debajo del límite de exposición personal, la concentración de vapores.

5.- Procedimiento

5.1 Procedimiento para determinar olor característico.

Colocar tiras de papel filtro, cualitativo, de 25 por 75mm., libres de olor, dentro del material y dentro del estándar, en recipientes adecuados. Sumergirlas a una

profundidad de 50mm. Permitir su mojado total, y sacarlas. Inmediatamente, hacer una comparación, entre el olor del material y la del estándar.

5.2 Procedimiento para determinar olor residual

Seguir el mismo procedimiento anterior, antes de la comparación. Dejar que los papeles se sequen al aire a temperatura ambiente, y examinarlos por intervalos de tiempo, para detectar diferencias de olor.

6.- Reporte

6.1 Olor caracterfstico. Reportar el olor como "caracterfstico", si el olor del papel filtro mojado, que contiene la muestra, es similar al olor del estándar. Reportar, el olor como "no caracterfstico" ó "insatisfactorio", si el olor de la muestra, comparado con el estándar, no corresponde.

6.2 Olor residual. Reportar el olor como "no residual", si no se detecta olor en la muestra, después de que el estándar, junto con la muestra, están secos. (El estándar no tiene olor residual). Reportar el olor como "residual", si el olor, persiste en el papel que contiene a la muestra.

7.- Precisión

Debido a que la prueba, está basada en similitud de la muestra con estándar de referencia, no se establece precisión alguna.

El juicio de aceptabilidad, depende de la sensibilidad olfatoria del analista. En caso, de diferencias en la aceptabilidad de un disolvente, formar un panel de captación de olor, no mayor de 3 personas. Cuya calificación, debe ser hecha de acuerdo a las siguientes consideraciones:

- Su familiaridad con el disolvente
- Tiempo de exposición al disolvente
- Ambiente, en el cuál, se realizó la prueba.(19)

Método ASTM D-1613-81 (Acidez en disolventes volátiles e intermediarios químicos, usados en pinturas, barnices, lacas y productos relacionados)

1.- Alcance

Este método, cubre la determinación de acidez total, como ácido acético, en concentraciones por debajo de 0.05% en compuestos orgánicos y mezclas de hidrocarburos, usados en pinturas, barnices, lacas y productos relacionados.

Es aplicable, a mezclas, tales como alcoholes saturados e insaturados de bajo peso molecular, cetonas, ésteres, éteres, diluyentes hidrocarbonados, naftas y otras fracciones destiladas del petróleo.

2.- Documentos Aplicables

2.1 Estándares ASTM

D770 Especificación para alcohol isopropílico.

D1193 Especificación para agua como reactivo.

E200 Métodos para preparación, estandarización y almacenaje de soluciones estándar, para análisis químicos.

3.- Resumen del método

La muestra, es mezclada con cualquier volumen de agua ó volumen igual de alcohol, y titulada con solución acuosa de

hidróxido de sodio, utilizando fenolftaleína como indicador, llevada a su punto final.

4.- Significado y uso

Este método, es útil para determinar niveles de acidez, por debajo del 0.05%, en compuestos orgánicos y mezclas de hidrocarburos. La acidez total, es calculada como ácido acético.

5.- Aparatos

5.1 Bureta de 10ml., graduada en divisiones de 0.05ml.

5.2 Matraz erlenmeyer de 250ml.

6.- Pureza de los reactivos

Se debe usar reactivos, con pureza de grado químico, para asegurar la precisión de la determinación.

La pureza del agua, debe de estar de acuerdo a la especificación D1193, tipo IV, para agua como reactivo.

7.- Reactivos

7.1 Alcoholes. Alcohol etílico e isopropílico, refinados.

Nota: Alcohol isopropílico con 99% pureza, conforme a la especificación D770. Y, 190 proof de alcohol etílico.

7.2 Fenolftaleína. Solución de 10g/l.

Disolver 1g. de fenolftalefina en alcohol etílico ó isopropílico, y diluir a 100ml. con el alcohol.

7.3 Solución estándar de NaOH (0.05N)

Preparar y estandarizar a 0.05N, solución de NaOH, de acuerdo con la sección 12 a 17, del método E200.

Nota: Se puede usar como alternativa KOH.

8.- Procedimiento

Medir 50ml. de agua y colocarlos en el matraz erlenmeyer, si la muestra es completamente soluble en agua, ó medir 50ml. de alcohol, si la muestra no es soluble en agua.

Añadir 0.5ml. de fenolftalefina. Titular el agua ó el alcohol, con solución de NaOH a 0.05N., hasta que persista el color rosa.

Posteriormente, en un matraz erlenmeyer, colocar 50ml. de la muestra y titular con solución de NaOH a 0.05N, al mismo punto de coloración obtenido anteriormente.

9.- Cálculos

Calcular la acidez de la muestra, como sigue:

acidez, como ac. acético, %peso = $(VN \times 0.12)/D \quad \delta$

acidez, como mg. KOH por g. de muestra = $(VN \times 1.12)/D$

donde;

V = ml. de solución de NaOH, requeridos para la titulación de la muestra.

N = normalidad de la solución de NaOH

D = gravedad específica de la muestra, a la temperatura de prueba.

10.- Reporte

Reportar el % de ácido acético, con precisión de 0.0001%. Corridas por duplicado, que coincidan dentro de 0.0005% absoluto, son aceptables a un nivel de confiabilidad del 95%.

11.- Precisión

Los siguientes criterios, pueden ser usados, para juzgar la aceptabilidad de los resultados, a un nivel de confiabilidad del 95%:

11.1 Repetibilidad. El rango normal, entre dos resultados (c/u el promedio de duplicados), obtenidos por el mismo analista, en días diferentes, fué de 0.0003% absoluto. Dos valores, deben considerarse sospechosos, si difieren por más de 0.0008% absoluto.

11.2 Reproducibilidad. El rango normal, entre dos resultados (c/u el promedio de duplicados), obtenidos por analistas en diferentes laboratorios, fué de 0.0005% absoluto. Dos valores, deben considerarse sospechosos, si difieren por más de 0.0014% absoluto.(19)

ESPECIFICACIONES

Las especificaciones son explicaciones particulares de requerimientos que debe cumplir un producto, para un determinado fin.

Algunas veces son expresadas, como un intervalo de valores ó un valor en particular.

Al señalar el intervalo del valor de las especificaciones, se debe tomar en cuenta, el alcance del método de prueba, equipo a utilizar, y el proceso de manufactura. El intervalo de especificaciones debe estar perfectamente bien definido para que cumpla con el objetivo del control de calidad, ya que si se da un valor máximo ó mínimo de una característica, no existe control. Por ejemplo; si la viscosidad de un resina debe de ser como mínimo 20 s. en la copa Ford, y si al realizar la prueba, tarda 100 s., cumple con el requisito; pero no se sabe si los 100s. son suficientes ó si está bien aceptar dicho producto. Se debe señalar el límite superior e inferior, y sobre todo, que el resultado de la prueba, caiga en la parte central del intervalo, para verificar que efectivamente existe un control de la calidad.

La aceptación ó rechazo de un producto, están basados en el intervalo de tolerancia de especificaciones, es decir, hasta dónde "cabe" ó no "afecta" la calificación (aceptado ó rechazado) de un producto, la calidad deseada.

A continuación como ejemplo, se dan las especificaciones de algunos aceites secantes usados en un determinado producto, y los métodos ASTM aplicados.

ESPECIFICACIONES PARA ACEITE DE LINAZA CRUDO

PROPIEDAD	REQUERIMIENTO	METODO ASTM
Grav. esp. 25/25°C	0.926 a 0.931	D 1963
Valor de acidez,máx.	4.0	D 1639
Valor de saponificación	189 a 195	D 1962
Materia Insaponificable,máx.,%	1.5	D 1965
Índice de yodo(wijs),min.	177	D 1959
Pérdida por calentamiento de 105 a 110°C,máx.%	0.2	D 1960
Claridad a 65°C	claro y transparente	
Color (Gardner),max.	13	D 1544
Punto de inflamación,min.,°F	250	D 93

ESPECIFICACIONES PARA ACEITE DE LINAZA, COCIDO O HERVIDO: DOS TIPOS

TIPO I (Hervido normal)

TIPO II (Doble cocido)

PROPIEDADES	TIPO I	TIPO II	METODOS ASTM
Grav. esp. 25/25°C	0.928 a 0.938	0.93 a 0.945	D1963 y D1475
Valor de acidez, máx.	7.5	8.0	D 1639
Valor de saponificación	189 a 195	190 a 198	D 1962
Materia insaponificable, máx, %	1.5	1.5	D 1965
Indice de yodo (wijs), min.	165	165	D 1959
Pérdida por calentamiento de 105 a 110°C, máx. %	0.4	0.6	D1960 y D1393
Apariencia a 65°C	claro y transparente	claro y transparente	
Ceniza, máx, %	0.5	0.6	D1951 y D564

SISTEMAS DE MUESTREO

Existen varios métodos de muestreo, y la elección del apropiado, depende de las necesidades del tipo de proceso. Los tres métodos que pueden emplearse son; aleatorio, aleatorio estratificado y sistemático. (16)

El muestreo "aleatorio", se ilustra mejor, con el ejemplo hipotético de una línea de producción. Suponiendo que un lote de 10,000 unidades de un artículo determinado, ha de fabricarse en un período de 10 días. Se desea seleccionar una muestra al azar de 500 unidades de un total de 10,000. ¿Cuál es el procedimiento a seguir?

Podrían colocarse en un recipiente, los números del 1 hasta el 10,000, bien mezclados, y después sacar los 500 números. Teóricamente, cada vez, debería devolverse al recipiente el número sacado, de forma que todas las unidades, tuviesen la misma probabilidad de ser elegidas en cada extracción.

Para el segundo método, se supone, que en ciertos períodos del día, y en determinados días de la semana, se obtiene una calidad más baja. ¿No sería prudente, asegurarse de que tales períodos, estén proporcionalmente representados en la muestra?. Por ejemplo, si éstos períodos, cubren el 10% de la producción, debe procurarse, que abarquen el 10% de la muestra.

En el ejemplo anterior, se producen 125 unidades por hora:

$$10,000 \text{ uni.} / 80 \text{ hrs.} = 125$$

(considerando un turno de trabajo)

Así, el lote se estratifica, para el muestreo, en grupos de 125 unidades cada uno; unos seis se eligen al azar (empleando la tabla de números aleatorios), de cada producción horaria. Esta es una muestra, intencionadamente parcial, porque, no todas las unidades, tienen la misma probabilidad de ser seleccionadas; es decir, cuando se selecciona la primera hora, todas las otras unidades, que no correspondan a ésta hora, quedan excluidas de la oportunidad de ser seleccionadas. Este es un buen procedimiento, porque, intuitivamente, se ve que con el muestreo estratificado, se obtiene una muestra más representativa y, por tanto, más confiable.

La mayor parte de las muestras, tomadas con aplicación del método estadístico, están estratificadas con cierto cuidado.

En producción en serie, la representatividad se obtiene fácilmente, hallando la relación de la muestra, al lote de producción, en este caso, $500/10000 = 1/20$. En las instrucciones de muestreo, deberá asignarse, que se tome al azar, una de cada 20 unidades.

Por último, el muestreo sistemático, que puede ser aleatorio ó puro. El tipo puro se obtiene, simplemente, realizando el muestreo a una frecuencia dada, sin buscar el azar. Por ejemplo, si se desea que la relación de muestreo sea $1/20$, cada vigésima unidad se selecciona como muestra. Puede lograrse un grado de azar, aleatorizando los puntos iniciales de períodos sucesivos de producción. Así, en el primer día, se seleccionarían las unidades 5, 25, 45, 65, etc.; el segundo día, las unidades 11, 31, 51, etc., con los siguientes períodos de producción "aleatorizados" de la misma manera. Naturalmente, si el proceso es inherentemente aleatorio, no es necesario aplicar el procedimiento descrito; tal es el caso de muchos sistemas de producción automatizadas.

En el muestreo sistemático puro, es teóricamente posible, que el muestreo esté en fase con un ciclo particular del proceso de producción.

Los diferentes métodos de muestreo de lotes estáticos (lote, es un término empleado en fabricación, para describir un conjunto de unidades, en agrupamiento mas o menos homogénea), se ilustran en la figura 1. El conjunto del cuadro, representa el lote estático de producción, en cada caso. Cada casilla numerada dentro del cuadro, representa un contenedor o zona, y las líneas de puntos, dividen cada casilla numerada en cuatro partes iguales. La muestra se ha limitado a 20 unidades, por simplicidad del

1	2	3	4	5
	•	•		•
6	7	8	9	10
•	•	•	•	
11	12	13	14	15
•				
16	17	18	19	20
•	•	•	•	•

Completamente al azar

1	2	3	4	5
•	•	•		•
6	7	8	9	10
•		•	•	•
11	12	13	14	15
			•	•
16	17	18	19	20
•	•	•	•	•

Azar estratificado

1	2	3	4	5
•	•	•	•	•
6	7	8	9	10
•	•	•	•	•
11	12	13	14	15
•	•	•	•	•
16	17	18	19	20
•	•	•	•	•

Sistemático

Fig. 1 Esquema de Muestreo de lotes estáticos.

ejemplo. En el muestreo totalmente aleatorio, los contenedores y partes de cada contenedor, están al azar. En el muestreo aleatorio estratificado, se elije una unidad de cada contenedor, pero la selección entre las partes de un determinado contenedor, es al azar. En el muestreo sistemático no existe azar en absoluto (16).

MUESTREO DE ACEPTACION

La inspección de aceptación, es una parte necesaria de la manufactura y, puede ser aplicada a los materiales que se reciben, a los productos parcialmente terminados en diferentes etapas intermedias del proceso de manufactura, y al producto final.

Inspeccionar, es el proceso de medir, examinar, comprobar, calibrar o emplear cualquier procedimiento que permita comparar la "unidad" del producto, con los dibujos y especificaciones del mismo (18).

La inspección de aceptación, puede ser también llevada a cabo exteriormente, por el comprador de un producto manufacturado.

La mayor parte de esta inspección de aceptación, se lleva a cabo mediante muestreo. A menudo, la inspección 100% resulta impracticable ó claramente antieconómica. Además, la calidad del producto aceptado puede, en realidad, ser mejor con los procedimientos modernos estadísticos de muestreo de aceptación, que lo que sería, en el caso, de que el mismo producto fuese sometido a una inspección 100% (17).

Es un hecho conocido, que en muchos tipos de inspección, inclusive con varias inspecciones del 100%, no se eliminará todo el producto defectuoso de una cantidad de productos,

una parte de los cuales es defectuosa. La mejor protección contra la aceptación de un producto defectuoso, es por supuesto, que el producto se haga correctamente desde un principio. Los buenos procedimientos de muestreo de aceptación pueden contribuir, con frecuencia, a este objetivo, a través de una presión más efectiva hacia la mejora de calidad, que la que pudiese ejercerse con la inspección 100%. (17)

Algunos modelos de muestreo, proporcionan también, una mejor base, para el diagnóstico de los problemas de calidad que las bases comunes a la inspección 100%.

Se debe seleccionar un modelo de muestreo de aceptación, que proporcione, un grado deseado de protección, con la debida consideración a los diferentes costos involucrados (17).

TIPOS DE INSPECCION

Inspeccion por atributos.

La inspección por atributos, es aquella que permite clasificar el producto en aceptable o defectuoso, respecto a una dimensión, una característica o una especificación determinada (18).

Las normas de inspección por atributos, establecen los planes de muestreo y los procedimientos a seguir para la inspección.

Al procederse a la inspección, se comenzará por examinar la pieza o elemento a inspeccionar, clasificando en importancia las características de la misma. Si una característica no se ajusta a las exigencias del dibujo o de las especificaciones, se dirá que la unidad tiene un defecto, que debe ser debidamente clasificado, de acuerdo a las normas establecidas para defectos.

La clasificación de los defectos, es muy importante para establecer, si el producto reúne las condiciones de calidad necesarias. Existen cuatro grupos para clasificar a los defectos, y son:

1.- Defectos críticos, tales como;

a) Los que pueden ocasionar condiciones de peligro para los individuos que utilizan ó mantienen el producto.

b) Los que afectan a las características, a las cualidades ó al rendimiento del producto.

c) Los que afectan de manera apreciable el costo de la unidad terminada.

d) Los que afectan a la seguridad funcional del producto.

2.- Defectos mayores:

a) Los que afectan a las cualidades y rendimiento del producto, en un volumen, que no permita clasificarlos como críticos.

b) Los que, afectando al costo de la unidad terminada, no puedan considerarse como críticos, ó cuando se estime que el costo se elevará un mínimo.

3.- Defectos menores:

a) Los que no afectan a las cualidades, a la calidad ó al rendimiento del producto.

b) Lo que, considerándose necesaria su eliminación, los gastos que originan afectan de una manera insignificante el costo de la unidad terminada.

4.- Defectos secundarios.

a) Aquellas desviaciones de las características, normas ó especificaciones, que no afectan a la calidad y al costo de las piezas, pero cuya supresión, tiende de un modo

general, a mejorar la calidad del producto, a dar fluidez a la fabricación y a aumentar el rendimiento de la producción, disminuyendo los tiempos y los costos.

Cabe señalar, que la mayor parte del muestreo de aceptación, es por atributos.

Inspección por valores ó variables.

La inspección es por variables, cuando la característica que ha de inspeccionarse, puede ser medida y expresada en, metros, ohmios, gramos, metros por segundo, etc.(18)

Una limitación del uso del criterio de variables en el muestreo de aceptación, es el hecho de que muchas características de calidad, son observables sólo como atributos.

A pesar de esto, a menudo resulta posible, diseñar métodos de medición, en casos en que, a primera vista, parecería que la inspección debería hacerse por atributos.

Para las características de calidad, que pueden ser medidas, generalmente, el costo de inspección por artículo, es menor por atributos que por variables. Además los costos de oficina, generalmente, son menores para la inspección por atributos; es menos costoso, registrar simplemente si un producto se conforma ó no a las

especificaciones, que registrar un valor de medición real, y/o hacer cálculos usando tal valor. La limitación más seria en el uso del muestreo por variables, es que, el criterio de aceptación, deberá ser aplicado separadamente a cada característica de calidad. Esto tiende a incrementar el costo de la inspección de aceptación.

A pesar de las limitaciones mencionadas anteriormente, el muestreo de aceptación por variables, es preferible, a menudo, al muestreo de aceptación por atributos, particularmente, para aquellas características de calidad, que son fuente de problemas.

La gran ventaja de usar el muestreo de aceptación por variables, es que se obtiene más información, acerca de las características de calidad en cuestión. Lleva, a un gran número de resultados convenientes, como los siguientes:

- 1.- Para un tamaño de muestra dado, puede obtenerse mejor protección de calidad, con el criterio de variables, que con el de atributos.
- 2.- El grado de conformidad ó inconformidad con el valor deseado, de una característica de calidad, recibe mayor atención ó cuidado, cuando se usa el criterio de variables.

- 3.- La información por variables, proporciona, generalmente, una mejor guía, hacia los mejoramientos de calidad.
- 4.- La información por variables, puede proporcionar una mejor base, para dar mayor cuidado a la historia de calidad, en las decisiones de aceptación.
- 5.- Los errores de medición, tienen más probabilidad de ser descubiertos, en la información por variables.(18)

CAPITULO V

ORIGEN DE LOS METODOS ESTADISTICOS

Los métodos estadísticos, fueron aplicados por vez primera, en problemas de inspección, en el año 1916, por C.N. Frazee, de los laboratorios electrónicos.

El uso de la operación de llamadas, características por la curva DC, fué introducido por Frazee, quién originó curvas de ésta naturaleza, cubriendo la mitad, del dominio de la probabilidad de rango de aceptación de 0 a 100%.

Fué necesario, obtener medida de probabilidad de aceptación, para varios planos de muestreo.

F. Thorndike, llevó a cabo preparación y publicación de curvas de probabilidad acumulativa de la distribución exponencial de Poisson, en Octubre de 1926, en la revista The Bell System Technical Journal. Tabuló valores de; términos individuales y de términos acumulados, y fueron preparados por E.C. Molina y publicados en 1949. Estas curvas y tablas, son usadas hoy en día, no sólomente, en la inspección de muestreo, sino también, en ingeniería.

Estos pioneros en el campo del control de calidad estadístico, hicieron posible el desarrollo de tablas de muestreo, eficientes y disponibles en la actualidad.

Un importante paso, en la historia del Control de Calidad, ocurrió en 1924, cuando el Dr. Walter A. Shewhart,

proporcionó, gran cantidad de datos de manufactura a evaluar.

El Dr. Shewhart, realizó las mejores técnicas que podían ser aplicadas a éstos datos, los cuáles, eran de naturaleza estadística. Desarrolló el concepto de "métodos de aplicación estadística para el uso de cartas de control", para determinar un proceso en particular de manufactura.

En diciembre de 1949, la revista "Fortune", enumeró a éstos hombres, como los reveladores originales de el movimiento "Control de Calidad".

Muchos otros, también contribuyeron a la aplicación estadística del control de calidad, en la Cfa. "Western Electric. Por ejemplo, el Dr. Walter Bartky, actuó como consultor y, desarrollo, primeramente, los métodos continuos de muestreo, para ser usados por la "Western Electric".

Dos comités de trabajo fueron organizados, uno inspeccionaba y el otro clasificaba.

Estándares de calidad, fueron establecidos y millones de dólares fueron ahorrados en el área de comunicación.

Mientras, el trabajo continuaba, había aceptación en la industria en general del control de calidad, durante los años 40s.

El primer paso real, fué en el campo de pruebas. Un comité para métodos y pruebas fué formado, patrocinado por "American Society for Testing and Materials" (ASTM).

El comité, continuó mejorando y llegó a ser el ASTM, un manual de control de calidad de materiales, con una presentación completa de la teoría de cartas de control y aplicaciones, además de ser, una excelente referencia, para usar en la industria hoy en día.

El diario de la "American Society for Quality Control" (ASQC), el "Industrial Quality Control", cambió a "Quality Progress", en 1967. En algunas de las ediciones de estos diarios, se cubría el control de calidad, que contenía ideas y advertencias, para personas interesadas en el campo.

El instituto de Ingenieros Eléctricos y Electrónicos (IEEE), originalmente, tenía una división, que cubría el control de calidad y confiabilidad. Después de algunos años, el término "control de calidad", fué suprimido. Posteriormente se llamó, " división de confiabilidad de la IEEE", quien publicó un diario, que cubría, control de calidad y confiabilidad ingenieril, el cual, contenía material valioso para los ingenieros del Control de Calidad.

La IEEE, también patrocinó conferencias anuales de confiabilidad, sobrepasando, más de 2000 personas de asistencia. Fueron presentadas las últimas innovaciones;

desarrollo en confiabilidad, así como, fases de control de calidad e investigación en operaciones de procesos.(6)

OBJETIVOS DEL CONTROL DE CALIDAD ESTADISTICO

La técnica del gráfico de control, permite decisiones acertadas, en lo que respecta a tolerancias técnicas, y a comparaciones que ayudan a determinar, cuál es el mejor, entre varios proyectos y métodos de producción.

A través de las mejoras que se realizan en los procedimientos de aceptación, la técnica del gráfico de control, proporciona, a menudo, una mayor seguridad de calidad, a un menor costo de inspección (17). Además, al identificar, algunas de las variaciones de la calidad; como, variaciones casuales inevitables, el gráfico de control dice, cuando hay que dejar que un proceso se desarrolle sin interrupciones; evitando así, ajustes frecuentes e innecesarios, que tienden a incrementar la variabilidad del proceso, más que a disminuirla.

Con el control estadístico, se hace posible el diagnosticar y corregir los posibles problemas de producción, y así, reducir la cantidad de productos de desecho y de reprocesado.

Se considera, además, como una herramienta, cuya influencia, afecta, las decisiones relacionadas con las funciones de especificación, producción e inspección.

DEFINICION DE LA ESTADISTICA

La estadística, es el campo, que comprende "la recopilación, presentación, análisis e interpretación de datos numéricos".

A la palabra estadística, se le atribuyen 2 significados. Uno se refiere a la recopilación y presentación de estadísticas sobre las condiciones que afectan a la vida humana y a la conservación de la población. El otro, y más importante, se clasifica como "estadística inductiva". La lógica define inducción como "el procedimiento de descubrir explicaciones para una serie de hechos, estimando el valor de la evidencia observada, en favor de una proposición que afirma algo, acerca de la clase íntegra de hechos".

Para aplicar la estadística inductiva al control de calidad, se recopilan y presentan datos necesarios de la forma más adecuada, para su posterior análisis; después se analizan e interpretan, para tomar decisiones con respecto a la calidad.

Lo anterior, es en resumen, la definición de control de calidad estadístico.

En este trabajo, sólo se utilizará el control estadístico para determinar o detectar errores; el estudio de toma de decisiones para mejorar la calidad, es otro punto a tratar; en este trabajo no se hará dicho estudio, ya que

resultaría demasiado extenso. Sólo se mencionará a continuación lo que se realiza, posteriormente de haber detectado un problema:

Una vez determinado el problema de calidad al finalizar la corrida o tirada de producción, el equipo de personas que constituye el círculo de calidad, interpretará los resultados y tomará decisiones sobre fallas que pueden deberse a: equipo defectuoso, falta de experiencia del personal por iniciar un método específico de producción, técnica mal empleada, materia prima defectuosa, etc. Para que, posteriormente, se trate de evitar o analizar que hizo falta al proceso.

En nuestro caso, si la materia prima es la causante de fallas o problemas en la obtención de buena calidad, se realizarán análisis extras o complementarios sobre posibles errores en las propiedades que se esperan de dichas materias primas, para la obtención de un producto específico.

El control de calidad estadístico, se limita a todas las operaciones científicas sobre datos de control de calidad.

Para llevar a cabo el registro e interpretación de los resultados, como herramienta, se emplean los métodos estadísticos, que se encuentran influenciados por factores de condiciones tecnológicas, relaciones humanas y consideraciones sobre costos.(7)

ALGUNOS CONCEPTOS ESTADÍSTICOS FUNDAMENTALES

Antes de entrar el estudio de los sistemas de control estadístico, se darán a conocer algunos conceptos estadísticos utilizados en el control de calidad, para una mejor comprensión de los gráficos.

Cualquier intento de control de una dimensión, ya sea, en el montaje de un equipo, la resistencia de un elevador ó la acidez de una solución usada para teñido de textiles, será, dicho control, un tanto errático, ya que todo en al naturaleza tiende a una variación inevitable.(17)

Por ésta razón, es necesario, contar con ciertos métodos sencillos, para describir los patrones de variación. Un método útil, implica, la distribución de frecuencias. Otro, implica, encontrar una medida de la tendencia central de una distribución (es decir, un promedio), combinado con cierta medida de la dispersión, ó amplitud de la distribución.

Distribución de frecuencias, es el resultado, de un conteo del número de veces que ocurre un fenómeno (17). Es una especie de ordenación, que muestra la frecuencia (ó el número de veces) de ocurrencia de los valores de una variable, según clases ordenadas.

El intervalo, a lo largo de la escala de medición de cada clase ordenada, recibe el nombre de "celda".

La frecuencia, para cualquier celda, es el número de observaciones de dicha celda.

La frecuencia "relativa", para cualquier celda, es la frecuencia de esa celda, dividida por el número total de observaciones. Los límites de las celdas, deberán ser escogidos a la mitad entre dos posibles observaciones.

Existen tres formas comunes de presentación gráfica de las distribuciones de frecuencias.

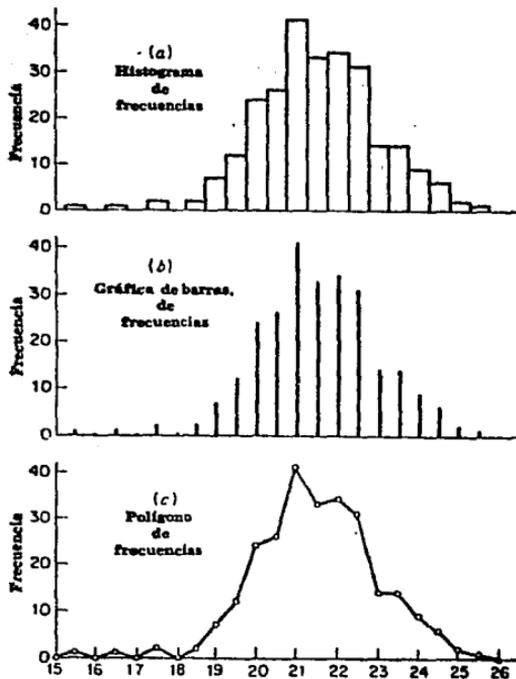
En la fig. 5.1, se muestran éstos tipos. De éstas, el histograma de frecuencias de la fig. 5.1a es, en ciertos aspectos, la mejor. En ésta gráfica, los tamaños de las columnas, representan las fronteras superior e inferior de las celdas, y sus alturas (y áreas), son proporcionales a las frecuencias dentro de las celdas.

La fig. 5.1b, gráfica de barras de frecuencia, utiliza barras centradas en los puntos medios de las celdas; las alturas de las barras, son proporcionales a las frecuencias de la celdas respectivas.

La fig. 5.1c, polígono de frecuencias, consiste, en una serie de líneas que unen pequeños círculos, que se han trazado en los puntos medios de las celdas, con una altura proporcional, a la frecuencia en cada celda.

Algunas veces, resulta más práctico, tabular las frecuencias entre los valores menores que, ó mayores que,

Fig. 5.1 Tres métodos de presentación gráfica de una distribución de frecuencias



los respectivos límites de las celdas. Este tipo de frecuencias, recibe el nombre de "acumulativas", y se pueden representar gráficamente, obteniéndose una gráfica, con el nombre de "ojiva", nombre debido, a su similitud con la curva ojival del arquitecto y el diseñador de presas.

El la fig. 5.2 se muestran ejemplos de éstas frecuencias.

Al presentar datos de pruebas, a menudo sucede que se encuentra una serie de distribuciones de frecuencias que requieren demasiado espacio. Debe, por tanto, encontrarse un modo más conciso de presentación. Esto, generalmente, requiere de medida de la dispersión de las observaciones. Existen diferentes medidas de tendencia central y dispersión. La selección de éste tipo de medidas, se hace en base al uso que se le darán a los valores calculados.

La palabra "promedio", se aplica, a aquéllas medidas de tendencia central, que en el lenguaje técnico de la estadística, recibe el nombre de "media aritmética".(17)

La "media aritmética", de un grupo de "n" número de observaciones, es la suma de los números dividida por "n". Algebraicamente se expresa:

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n}$$

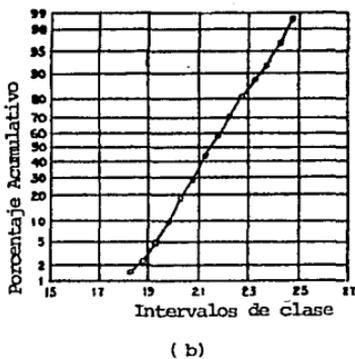
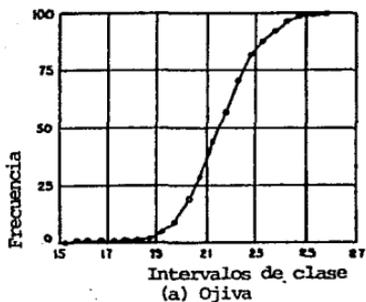


Fig. 5.2

Presentación gráfica de una distribución de frecuencias acumulativa

- a) Rayado rectangular de coordenadas
- b) Rayado de probabilidades

donde, el símbolo \bar{x} , representa la media aritmética, y x_1 , x_2 , x_3 , ... etc., representan los números específicos en cuestión.(17)

Algunas otras medidas de tendencia central son la "mediana" y el "modo".

La "mediana", es la magnitud del caso medio, es decir, el valor que se encuentra con la mitad de las observaciones arriba y la mitad abajo de él.

El "modo", es el valor que ocurre más frecuentemente; en un histograma de frecuencias, ó en un polígono de frecuencias, es el valor observado que corresponde al punto más alto de la gráfica.

La medida más útil de dispersión de un grupo de números, es la "desviación estándar". Se define, como la raíz cuadrada de la media de las desviaciones de los números observados, con respecto a su media aritmética, elevadas al cuadrado, como sigue:

$$\sigma = \sqrt{\frac{(x_1 - \bar{x})^2 + (x_2 - \bar{x})^2 + \dots + (x_n - \bar{x})^2}{n}}$$

Otra medida de dispersión, es la "amplitud", y es la diferencia entre el valor más grande observado y el más pequeño. Se simboliza con la letra R.

La "variación" ó "varianza", es la suma de las raíces de las desviaciones con respecto a la media aritmética,

dividida por el número de observaciones "n". En otras palabras, la variación, es el cuadrado de la desviación estándar.

Los números anteriores, "media aritmética" y "desviación estándar", son suficientes, para definir la llamada "curva normal". Esta curva recibe varios nombres; como, ley normal, curva normal del error, curva de probabilidades, curva de Gauss, curva laplaciana y curva de distribución normal. Tiene forma de campana simétrica, como se ilustra en la fig. 5.3. La mayoría del área bajo ésta curva, está incluida dentro de los límites $\bar{x} \pm 3\sigma$.

Los límites más comunmente acotados en relación con la curva normal, son los siguientes.

Límites	Porcentaje del total del área para los límites específicos
$\bar{x} \pm 0.6745\sigma$	50.00
$\bar{x} \pm \sigma$	68.26
$\bar{x} \pm 2\sigma$	95.46
$\bar{x} \pm 3\sigma$	99.73

Esto, significa que, en aquellas distribuciones que se acercan a la curva normal, aproximadamente las 2/3 partes de las ocurrencias, caen dentro de una desviación estándar hacia ambos lados del promedio; todas, con excepción del 5%, caen dentro de dos desviaciones estándar y,

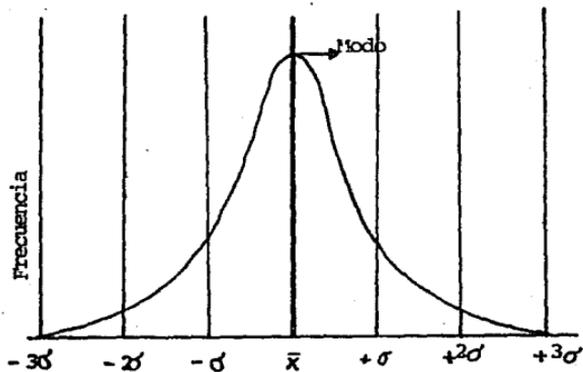


Fig. 5.3 Distribución Normal

prácticamente todas caen dentro de tres desviaciones estándar.

Dicha curva normal, es útil en problemas prácticos en la industria. El inconveniente que se presenta, es el de considerar que una distribución desconocida, es normal.

Los valores de \bar{x} y σ , nos dan una medida de la cantidad de números finitos que caen dentro de los límites $\bar{x} \pm 3\sigma$.

Existen otros patrones de frecuencias, que son parecidos al normal, en el hecho de que las frecuencias disminuyen continuamente a partir del centro, hasta los valores extremos, pero que, a diferencia del normal, no son simétricos. Estos patrones se utilizan, en donde la variación de distribución de frecuencias es mayor, ya sea hacia la derecha ó izquierda del modo.

Para una mejor interpretación de una distribución de frecuencias, se usa el gráfico de control de Shewhart para \bar{x} y R, ya que, además de observar si los puntos caen dentro de los límites de control, se puede aplicar a pruebas basadas en la teoría de las consecuencias. Estas pruebas indican la existencia posible de un cambio ligero en el patrón de variación, durante un determinado período.

Siempre que va a usarse una distribución de frecuencias como base para estimar las posibilidades de un proceso de manufactura, para proponer un cambio en el proceso ó para revisar especificaciones, una ayuda favorable para su

interpretación, es la información proporcionada por la gráfica de control.

Generalmente, es más útil, la gráfica de control sin la distribución de frecuencias, que viceversa, puesto que da información necesaria para juzgar si las observaciones provienen, ó no, de condiciones controladas.

Es importante, además, respetar el orden en el cuál se han hecho las mediciones, y siempre, se deberán registrar los datos al acumularse, para elaborar una distribución de frecuencias verdadera.(17)

SISTEMAS DE CONTROL ESTADISTICO

El elemento fundamental en el control de calidad, es la variación ó desviación, respecto a un resultado deseado.

En todo producto manufacturado, aunque aparentemente se empleen siempre los mismos procedimientos, se producen variaciones y diferencias en la calidad; no hay dos objetos exactamente iguales y, por tanto, uno tiene que ser necesariamente peor que el otro.

Quando se considera que una variación es "normal", no es necesario tomar ninguna acción, pero cuando ésta variación es considerada "excesiva", es necesario tomar alguna acción, pues permitiría, resultaría al final, más costoso.

El problema básico del control de calidad estadístico, es determinar cuándo deja de ser "normal" una variación.

Los diferentes procedimientos empleados en el control de calidad estadístico, se apoyan en los siguientes principios:

- 1.- En todo proceso de fabricación, existe siempre un sistema estable de causa de variación.
- 2.- La calidad de un producto manufacturado está sometida siempre a variaciones, producidas por factores diversos, siendo los más importantes: la naturaleza del material,

la máquina, la herramienta, el operario y el proceso ó pauta de fabricación.

3.- Estas variaciones, siguen normas invariables, mientras no se cambie ninguno de los factores citados anteriormente.

4.- Una variación que se aparte de las normas antes indicadas, indica un cambio de uno de dichos factores. Este cambio puede ser descubierto y corregido.

Las causas de error pueden ser de dos clases:

- a) Causas debidas al azar.
- b) Causas explicables ó no casuales.

Las causas debidas al azar, son imputables a las variaciones naturales en los procesos de fabricación, a la colocación de la pieza en la máquina, aún siendo correcta, y otros factores difíciles de controlar y predecir.

En toda fabricación hay que contar siempre con éstas causas de error.

Las causas explicables pueden ser debidas al operario, a la pauta de fabricación, a herramientas incorrectas, al tiempo mal calculado, a una velocidad inadecuada de la máquina, etc., y una vez determinadas, es posible eliminarlas. Cuando existen causas explicables, no es

posible, al principio, predecir la variabilidad del producto, pero mediante un análisis adecuado, será posible detectar, identificar y finalmente, eliminar éstas causas de error.

Los procedimientos más importantes seguidos por el control de calidad estadístico, son los siguientes:

Gráficos de distribución de frecuencias.

Gráficos de control.

Técnicas estadísticas especiales.

GRAFICOS DE DISTRIBUCION DE FRECUENCIAS

El primer paso en el estudio de un problema que se presenta por primera vez, es la recopilación y ordenación de datos; el mejor procedimiento, es la confección del gráfico de distribución de frecuencias de la característica que ha de ser examinada.

Las características que han de ser determinadas, y nos indicarán la naturaleza del problema, son las siguientes:

- 1.- El "valor medio" ó magnitud de la tendencia central de la variación.
- 2.- La "dispersión", que nos indica la extensión de la variación.
- 3.- La "distorsión" ó asimetría de la curva de frecuencias.

El exámen de un gráfico de distribución de frecuencias, nos da la información necesaria para determinar si es ó no es necesario un gráfico de control; será suficiente observar el dibujo de la curva, la simetría y la dispersión de los puntos respecto al eje de la simetría.

Es muy importante, que la curva sea verdaderamente representativa del problema, por lo que deben tenerse en cuenta, las siguientes normas en la recopilación de datos:

- 1.- Elegir cuidadosamente el número de piezas; si el coste de la medición no es excesivo, éste número debe ser inferior a 100 y nunca menor de 50.
- 2.- Las piezas deben ser elegidas al azar.
- 3.- Comprobar que los elementos de medición son correctos y que los datos están debidamente registrados.

GRAFICOS DE CONTROL

Los gráficos de control, constituyen el método más seguro y eficaz, para poder llevar a cabo debidamente el análisis y el control de la calidad; su utilidad radica, en que indica y explica, los resultados y la manera de hacer correcciones y tomar la acción adecuada, para mantener la calidad del producto.

La técnica de los gráficos de control, se apoya en el principio de que las variaciones siguen "normas invariables", mientras las causas de error, permanezcan invariables.

Los gráficos se obtienen registrando los resultados de la producción, del modo que se indica en la fig. 5.4

La línea central, indica un resultado medio; los puntos tienden a situarse alrededor de ésta línea, unas veces por encima y otras por debajo. Las líneas definen los límites de influencia de las causas debidas al azar. Siempre que la poligonal se mueva entre éstas dos líneas, podremos decir que la calidad de la fabricación está controlada. Cuando aparezcan puntos fuera de ésta "banda de control", hemos de deducir la existencia de perturbaciones debidas a causas explicables; la calidad de la fabricación ha quedado "fuera de control".

Los gráficos de control, permitirán, descubrir la existencia de éstas causas de error evitables. Nos mostrarán, además, en qué momento se ha producido una causa de error, debido a una causa explicable, la cuál, es necesario determinar.

El gráfico de control, anuncia también, con frecuencia, una dificultad próxima, lo cuál, permitirá examinar la situación y prevenir el error.

Es muy importante, una determinación correcta de los límites de control, ya sea teóricamente ó basados en datos de la experiencia, pues ello nos permite:

- 1.- Determinar si tenemos los datos suficientes para controlar la calidad de la producción.
- 2.- Detectar las causas explicables de variación, ya que permite, establecer un criterio para separarlas de las causas debidas al azar.
- 3.- Tomar la acción adecuada, según la naturaleza de la causa del error.

Cuando el gráfico de control, indica que la poligonal se mueve entre los límites de control, se habrán conseguido los siguientes objetivos:

- a) La variación entre las piezas aceptables, es mínima, obteniéndose así, una uniformidad en la calidad.
- b) La calidad del producto, puede ser controlada en cualquier momento, eligiendo al azar, muestras del mismo.
- c) Puede predecirse la calidad del producto en fabricación.
- d) Los porcentajes de la inspección por muestreo, pueden ser reducidos.
- e) La calidad del producto se apoya sólo en las escasas variaciones debidas al azar de la fabricación y no a las causas explicables.

f) Una calidad uniforme del producto.

TIPOS DE GRAFICOS DE CONTROL

Los gráficos de control, pueden dividirse en dos grupos; por atributos ó por variables.

La inspección por atributos es, aquélla, en virtud de la cuál, el producto se clasifica en "defectuoso" y "no defectuoso", respecto a una característica dada.

La inspección, es por variables, cuando la característica que ha de inspeccionarse, puede medirse y expresarse en metros, ohmios, gramos, metros por segundo, etc.

Los cuatro tipos de gráficos de control, a que dan origen las dos clases de inspección consideradas, son las siguientes:

Inspección por atributos:

- 1.- Gráficos "P" de Shewhart, para fracción defectiva.
- 2.- Gráficos "C", para el número de defectos por unidad.

Inspección por variables:

- 3.- Gráficos " \bar{X} "
- 4.- Gráficos "R"

Los gráficos de control utilizados en la industria de las pinturas, son los basados en inspección por atributos, en determinaciones tales como, color y brillo de resinas, olor de disolventes, etc.; y, por variables, viscosidad, rango de destilación, gravedad específica, etc.

GRAFICOS "P"

Estos gráficos se utilizan siempre que no interesa adoptar una cierta unidad de medida para la calidad.

Sólo nos interesa saber si el producto es defectuoso ó no lo es.

Los gráficos "P", son muy usados por ser muy fáciles de comprender; pueden aplicarse a lotes, días ó semanas.

En éstos gráficos, no se anotan las unidades defectuosas, sino sólomente los porcentajes defectuosos, determinados por cualquier procedimiento, es decir, independientemente del plan de muestreo y del tamaño de la muestra.

Los objetivos que se persiguen con los gráficos "P", son los siguientes:

- 1.- Determinar el porcentaje medio de unidades defectuosas sometidas a inspección, durante un cierto período de tiempo.
- 2.- Llamar la atención a la Dirección, sobre las variaciones en el nivel de calidad.
- 3.- Determinación de los puntos altos fuera de control, que permitan identificar la causa y tomar la acción debida para corregir el defecto.

- 4.- Determinación de los puntos bajos fuera de control, que indicarán un relajamiento de la inspección ó una causa de mejora en calidad.
- 5.- Determinar los casos en que deben usarse los gráficos X y R, para localizar un problema determinado.
- 6.- Establecer las bases necesarias para determinar si los resultados obtenidos pueden considerarse representativos de la operación considerada.

Como ejemplo de construcción de un gráfico "P", supongamos que, como resultado de la inspección de un cierto número de lotes diarios, se han obtenido los siguientes resultados:

Día	Unidades inspeccionadas	Unidades defectuosas	Porcentaje defectuoso %
Mayo 4	460	46	10
Mayo 5	580	73	12
Mayo 6	610	55	9
Mayo 7	640	68	11
Mayo 8	570	65	11
Mayo 9	512	61	12
Mayo 11	413	46	11
Mayo 12	488	41	9
Mayo 13	510	42	8
Mayo 14	516	41	8

El total de piezas inspeccionadas en los cinco primeros días, es 2860 y el total de piezas defectuosas 307, siendo el porcentaje defectuoso el 11%. Esta cifra nos define la línea central ó porcentaje medio defectuoso. Se puede poner:

$$n = 2860/5 = 572, \quad \bar{p} = 11$$

Los límites superior e inferior vienen dados por la fórmula

$$L = \bar{p} \pm 3 \sqrt{\bar{p}(100 - \bar{p})/n}$$

Se obtiene:

$$\text{Límite superior :} \quad \text{LSC} = 16$$

$$\text{Límite inferior :} \quad \text{LIC} = 6$$

Se han utilizado, los resultados de los cinco primeros días (ó cinco primeros lotes), para establecer la banda de control, obteniéndose así el gráfico de la fig. 5.5, donde han quedado anotados también los resultados de los siguientes días, que quedan dentro de la banda de control.

El problema fundamental que se presenta al proceder a confeccionar un gráfico "P", es la determinación de la operación más adecuada para representarla; deberá poder determinarse cuál es ésta operación y cuál es el momento más oportuno para proceder a su estudio; los resultados de

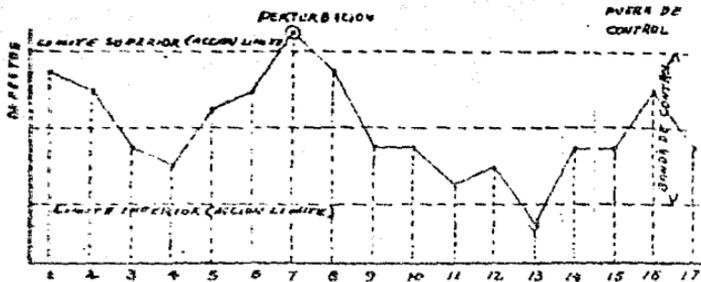


Fig. 5.4

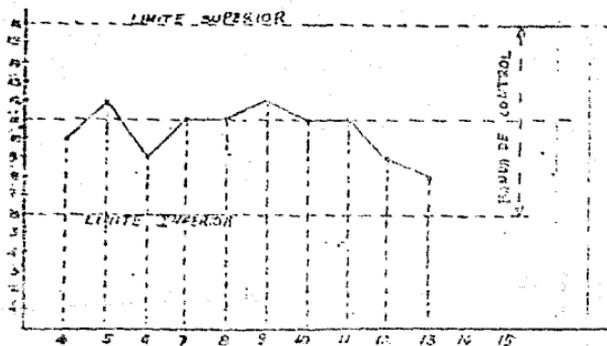


Fig. 5.5

ésta investigación dictaminarán dónde debe ser aplicado el gráfico "P" y cuántos gráficos se necesitan.

Los gráficos "P" son baratos, ya que suelen utilizarse datos ya anotados con otros fines, tales como Parte de fabricación, la Ficha de control de calidad, etc.

En la fig. 5.6, se ha producido un modelo usual de gráfico "P", con los resultados correspondientes a las cifras y fechas que figuran en la parte inferior. Se han incluido también, los resultados resumen por semanas y el resultado medio del gráfico, durante el intervalo considerado.

GRAFICOS "C"

Los gráficos "C", registran el número de defectos por unidad ó por un grupo de unidades.

Los gráficos "C", son más útiles que los "P", en todos aquéllos casos en que es más importante conocer los defectos de un cierto producto, que el número de unidades defectuosas.

En un gráfico "C", la unidad sometida a inspección, tiene un carácter muy variable, pudiendo ser una pieza, un conjunto, una parte de un producto, etc., con tal de que sea susceptible de tener ciertos defectos característicos repetidos.

Para establecer un gráfico "C", deberá comenzarse por numerar las muestras, unidades ó conjuntos de unidades que han de ser sometidas a la inspección; a continuación, deberá anotarse el número de defectos comprendidos en cada unidad ó grupo numerado de unidades.

Por ejemplo, el caso de un radiador, anotemos para cada unidad, el número de vasos defectuosos por soldadura incorrecta. Tomaremos como unidad de inspección, un grupo de 10 radiadores. Los defectos encontrados en 20 grupos, se detallan a continuación:

Número de la muestra	Número de defectos	Número de la muestra	Número de defectos
1	12	11	4
2	3	12	6
3	8	13	2
4	13	14	9
5	10	15	3
6	5	16	3
7	9	17	7
8	10	18	6
9	8	19	7
10	7	20	8

Se designará con la letra "c", al número de defectos, dividido entre el número de grupos de 10 unidades:

$$\bar{c} = 140 / 20 = 7$$

Los límites superior e inferior, se calculan por la fórmula:

$$L = \bar{c} \pm 3 \sqrt{\bar{c}}$$

se obtiene:

$$LSC = 7 + 3 \sqrt{7} = 14.7$$

$$LIC = 7 - 3 \sqrt{7} = -0.9$$

El gráfico que se obtiene, es el de la fig. 5.7

El gráfico "C", es una historia de los defectos que se producen en un cierto producto; suministra los datos necesarios para poder determinar los puntos donde suelen producirse los defectos ó los errores habituales de un operario.

La aparición de puntos por debajo del límite inferior, puede indicar una tendencia del inspector a dar una información más uniforme, cuando observa una mejora en el trabajo ó bien, una negligencia en la inspección.

Los puntos por encima del límite superior, pueden ser debidos a un descenso en la calidad del trabajo ó a una inspección excesivamente meticulosa en zonas no importantes.

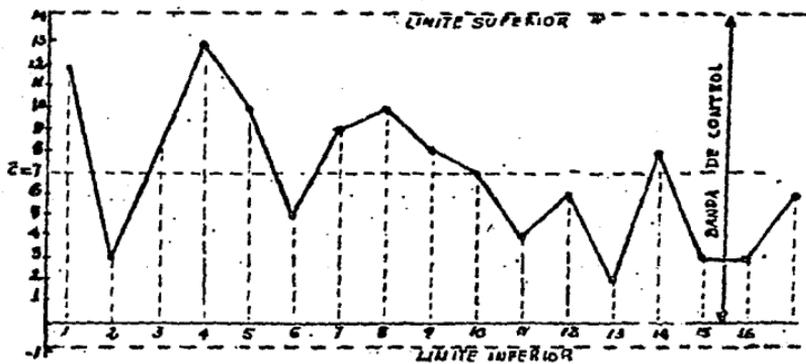


Fig. 5.7

Es muy importante, que los métodos y técnicas de la Inspección, estén debidamente normalizados para que los gráficos "C" sean efectivos.

GRAFICOS \bar{X} Y R

Los gráficos \bar{X} y R, se utilizan, cuando la característica puede medirse, como una longitud, un peso, una resistencia, etc., de manera que la cifra obtenida, sea una medida de la aproximación de la calidad del producto a la calidad deseada. Son especialmente adecuados para operaciones de mecanizado y fabricación continua.

Los gráficos \bar{X} y R, permiten determinar:

- 1.- Si el proceso y los procedimientos están firme y adecuadamente establecidos.
- 2.-Cuál es la calidad media del producto.
- 3.- Cuánto y cómo varía la calidad media del producto.

Los gráficos \bar{X} y R, suelen construirse sobre la misma hoja (fig. 5.8) y mientras el primero controla la calidad media del producto, el segundo controla la variación de la calidad.

Antes de proceder a la confección de los gráficos, es necesario seleccionar la característica ó variable que ha de ser sometida a control.

GRÁFICO DE CONTROL DE LA CALIDAD (̄ y R)							GRANCO #2	FECHA
							TALLER	A
DISEÑO/ANÁLISIS							EQUIPO	DEPARTAMENTO
DISEÑO								INSTRUMENTOS
CARACTERÍSTICAS	UNIDAD	ESCALA	MEDIDOR	PRODUCTO	MÁQUINA	OPERARIO	ANALISTA	
INDICACIONES	DEVIACION	INDICACIONES	INDICACIONES	INDICACIONES	INDICACIONES	INDICACIONES	INDICACIONES	
								RESULTADOS INDIVIDUALES
								TOTALS
								PROPÓSITO
								DEVIACION

Fig. 5.8

Elegida la característica, es muy importante determinar el dispositivo, para medir la que va a utilizarse. Todos los dispositivos que se utilicen, deben ser perfectamente inspeccionados.

El proceso general a seguir para la construcción de los gráficos \bar{X} y R, es el siguiente:

- 1.- Se seleccionan la dimensión ó característica X que ha de ser sometida a control.
- 2.- Se elige el elemento de medida que ha de utilizarse.
- 3.- Se decide el tamaño de la muestra, que se designará con la letra n. Este tamaño debe ser superior a dos, siendo el más corriente 4 ó 5.
- 4.- Se toma una muestra compuesta por n unidades de la máquina ó banco de trabajo. Se mide la característica considerada y se anotan los resultados. Las muestras, deben ser lo más homogéneas posible, es decir, las variaciones dentro de cada muestra deben ser mínimas y las de unas a otras, deben ser máximas.
- 5.- Se obtiene el valor medio \bar{X} de las medidas de cada muestra. Si, por ejemplo, $n = 4$, se suman todas las medidas de las 4 unidades y el resultado se divide entre 4. Es decir:

suma de medidas de n unidades

$$\bar{x} = \frac{\text{suma de medidas de n unidades}}{\text{tamaño de la muestra (n)}}$$

- 6.- Se determina el margen de variación R de las 4 medidas para lo cuál, basta restar la medida más pequeña de la mayor.
- 7.- Se repiten las operaciones 4, 5 y 6 en un total de más de 25 muestras. Se habrán obtenido así, 25 valores medios de \bar{x} ($\bar{x}_1, \bar{x}_2, \dots$) y otros 25 de R (R_1, R_2, \dots).
- 8.- Se determina el valor medio, de todos los valores medios y se les denomina, gran promedio $\bar{\bar{x}}$. Basta sumar los 25 valores medios y dividir entre 25.
- 9.- Se halla el valor medio \bar{R} de todas las desviaciones R, para lo cuál, basta sumar los 25 valores de R y dividir entre 25.
- 10.- Se seleccionan, en la tabla siguiente, los valores de A_2, D_3 y D_4 , correspondientes al valor de n.

Tabla de factores de conversión para los límites de control de los gráficos \bar{X} y R

n	A ₂	D ₃	D ₄	d ₂
2	1.88	0	3.27	1.128
3	1.02	0	2.57	1.693
4	0.73	0	2.28	2.059
5	0.58	0	2.11	2.326
6	0.48	0	2.00	2.534
7	0.42	0.08	1.92	2.704
8	0.37	0.14	1.86	2.847
9	0.34	0.18	1.82	2.97
10	0.31	0.22	1.78	3.078

11.- Se calculan los límites de control superior e inferior del promedio \bar{X} , utilizando las fórmulas siguientes:

$$LSC\bar{X} = \bar{\bar{X}} + A_2\bar{R}$$

$$LIC\bar{X} = \bar{\bar{X}} - A_2\bar{R}$$

12.- Se calculan los límites de control superior e inferior, de desviaciones R, por medio de las fórmulas:

$$LSCR = D_3\bar{R}$$

$$LICR = D_4\bar{R}$$

13.- Se anotan los resultados en el gráfico.

14.- Los valores de \bar{X} ó R que aparezcan fuera de los límites de control, indicarán, causas explicables de variación, es decir, fuera de control, las cuáles, deben ser analizadas, identificadas y eliminadas por el personal técnico adecuado. La falta de control quedará indicada no solamente por los puntos fuera de los límites, sino por los puntos repetidos muy próximos a los límites.

15.- Un gráfico \bar{X} y R, en que la operación se mantiene "en control", se interpretará del modo que se indica a continuación:

a) La operación está planteada correctamente.

b) La calidad del producto puede medirse por la cifra \bar{X} .

c) La variación del producto se mide por el número:

$$\bar{R}/d_2$$

d) Se llama variabilidad normal al número:

$$\delta\bar{R}/d_2$$

En la fig. 5.9, se da un ejemplo de éste gráfico.

En un gráfico \bar{X} y R, son resultados corrientes los siguientes:

a) La operación se desarrolla dentro de la banda de control, pero ciertas unidades son rechazadas por estar

fuera de tolerancias; esto indica, que la variación natural de la operación, es mayor que la tolerancia permitida por las especificaciones del dibujo.

- b) Pueden existir puntos fuera de los límites de control, y, sin embargo, todas las piezas son admitidas por estar dentro de tolerancias. Esto quiere decir, que las variaciones de la operación, son menores que las tolerancias admitidas por las especificaciones.

Si la operación se desarrolla dentro de control, pero las piezas están fuera de tolerancias, deberá hacerse una de las tres cosas siguientes:

- 1.- Efectuar cambios en el modo de efectuar la operación, que permita poner de acuerdo los resultados con las especificaciones.
- 2.- Adaptar las tolerancias a los niveles de control.
- 3.- Separar las piezas no aceptables de todos los lotes a que pertenezcan.

Si la operación está fuera de control, pero las piezas están dentro de tolerancias, lo aconsejable es ampliar la banda de control dentro de ciertos límites, de modo que permita incluir todas las piezas aceptables.

A continuación, se hace un resumen sobre los elementos a considerar, proceso seguido, utilización y significado de los gráficos de control \bar{X} y R:

- a) Recopilación de datos y construcción del gráfico.
- b) Examen cuidadoso del mismo para determinar y eliminar las causas de variación evitables.
- c) Si la operación se desarrolla dentro de las bandas de control, pero el promedio y las variaciones son demasiado grandes respecto a la calidad de las piezas, rectificar procesos y datos, y mejorar los gráficos.
- d) Si los resultados, se estabilizan y adquieren uniformidad, mejorando la calidad y disminuyendo la variación, se interpretará que se ha adquirido el control deseado, y que se mantiene a un nivel satisfactorio. El gráfico ha pasado por un período inicial de acoplamiento, ha estabilizado los resultados, y se ha conseguido el gráfico deseado a efectos de rendimiento y aprovechamiento de las interpretaciones. Las líneas medias y los límites de control, son los justos, y se tendrán en cuenta en la construcción de nuevos gráficos.

A continuación, se hace un resumen de las ventajas e inconvenientes de los distintos procedimientos explicados anteriormente:

- 1.- La ventaja principal del gráfico "P", es su facilidad para controlar varias características con un sólo gráfico. Uno de sus inconvenientes es, que el tamaño de

muestra deber ser grande y su sensibilidad es escasa, comparada con los gráficos por variables.

- 2.- El gráfico "C", es muy útil para el control de unidades complicadas en que sea útil controlar sus defectos posibles. Fuera de éstos casos, su utilidad es escasa.
- 3.- Los gráficos por variables, tiene sobre los demás la ventaja de que suministran toda la información necesaria sobre una característica determinada, pudiendo determinarse y controlarse la calidad respecto a dicha característica. Su inconveniente principal, es que son costosos, ya que se necesita un gráfico para cada dimensión ó característica.

Del análisis anterior, puede deducirse, cuál debe ser el gráfico a utilizarse en cada caso.

- a) El gráfico "P", puede ser utilizado en todos los casos, especialmente cuando se trate de unidades sencillas de fabricación continua.
- b) El gráfico "C", es adecuado y muy útil en el caso de unidades complejas susceptibles de tener muchos defectos que es necesario controlar y eliminar.
- c) Los gráficos por variables, son muy útiles, en el caso de características que es difícil controlar, y siempre que sean susceptibles de ser medidas. (18)

COSTOS DE LA CALIDAD

Uno de los factores económicos a considerar en la elaboración de materia prima, es el costo de la calidad.

Los programas de control total de la calidad, han podido resolver los dos problemas importantes; mejor calidad y menor costo. Los resultados de éstos programas, se observan en la reducción de los costos, sobre todo en los costos por fallas y evaluación.

Los costos de la calidad, se dividen en 3 categorías diferentes, que están constituidas a su vez, de elementos de costo.

Las categorías son las siguientes:

COSTOS DE PREVENCIÓN

Son aquéllos gastos efectuados, para prevenir la mala calidad, ó para evitar que ocurran defectos. El personal que comprenden, son; ingenieros de Control de Calidad y empleados adiestrados en asuntos de calidad. Algunos de los elementos que los constituyen, son:

a) Planeación de la calidad

Comprende, los gastos correspondientes, al tiempo que el personal de control de calidad, invierte en la planificación del sistema de calidad y en transformar los diseños de productos y los requisitos exigidos por los

consumidores, en controles específicos de fabricación, sobre la calidad de materiales, procesos, y productos, por medio de procedimientos e instrucciones.

b) Control de procesos (trabajo de ingenieros)

Comprende, los costos originados por el tiempo que el personal de control de calidad, emplea en estudiar y analizar los procesos de fabricación, con el fin de establecer medios de control y mejoramiento de la capacidad de los procesos existentes, y también, proporcionar ayuda técnica al personal de fabricación en la aplicación efectiva de los planes de la calidad, y en la iniciación y desarrollo del control en las operaciones de la producción.

c) Diseño y desarrollo del equipo de información de calidad.

Costos, ocasionados por el tiempo empleado en el diseño y en el desarrollo del equipo de información de la calidad, medidas de seguridad y artificios de control.

d) Instrucción sobre la calidad

Los costos relativos al adiestramiento en los programas del control de calidad en todas las operaciones de la compañía, y que tiene como finalidad, que el personal se percate del uso del control de calidad y de sus técnicas.

e) Otros gastos de la prevención

Gastos bajo la responsabilidad del gerente de control de calidad, no especificados anteriormente, tales como: secretaria, teléfono, telégrafo, renta y gastos de viajes.

COSTOS DE EVALUACION

Incluyen los gastos necesarios para conservar en la compañía, los niveles de calidad, éstos gastos comprenden los de los elementos de inspección, pruebas, sanciones y auditoría de calidad.

Los elementos que los constituyen, son:

a) Inspección y pruebas de materiales comprados

Representan costos aplicables al tiempo dedicado a las pruebas y a la inspección, para valorar la calidad de los materiales adquiridos, por el personal de la oficina supervisora. Incluye, también, el costo de los viajes de inspectores a las plantas de los vendedores, a fin de valorar los materiales comprados.

b) Laboratorio de pruebas de aceptación

Costos de las pruebas de aceptación de materiales comprados, a cargo de un laboratorio ó de una unidad de pruebas.

c) Laboratorio de mediciones ó de otros servicios

Costos de un laboratorio de mediciones, tales como de calibración de instrumentos, de reparación y de comprobación de procesos.

d) Inspección

Costos de inspección, relativos al tiempo empleado en la inspección por el personal respectivo, evaluando la calidad del producto en los talleres, por supervisores y personal de oficina.

e) Pruebas

Representa, los costos del personal de pruebas, en la evaluación de la actuación del producto, en pruebas técnicas dentro del taller; incluyendo gastos de personal de oficina.

f) Trabajo de cotejo

Son los costos, debidos al tiempo de confronta, que el obrero de taller, consume en comprobar su propio trabajo.

g) Preparación para pruebas e inspección

h) Material para pruebas e inspección

En éste inciso, entran los gastos de energía, para mover aparatos grandes, tales como vapor ó combustible consumido, en pruebas destructivas, pruebas de resistencia al tiempo, ó inspección de desgarramiento ó ruptura.

i) Auditoría de la calidad

La auditoría de la calidad, representa los costos relativos al tiempo que emplea el personal, en hacer revisiones de calidad, durante el proceso de fabricación y en los productos terminados.

j) Contratos con el exterior

Estos, se refieren a los costos de laboratorios comerciales, inspecciones de Compañías de Seguros, etc.

k) Conservación y calibración del equipo

La conservación y calibración del equipo, en cuanto a costos, comprende lo que devenga el personal de mantenimiento, por el tiempo empleado en calibrar y cuidar del equipo de pruebas y de inspección.

l) Revisión del producto y embarque del mismo.

Representa los costos aplicables al tiempo que el personal de producción tarda en hacer una revisión de los datos correspondientes a las pruebas y a la inspección del producto, antes de autorizar su entrega para que salga de la fábrica.

m) Pruebas de campo

Estos son los costos en que se incurre por pruebas en el terreno de uso, del consumidor, antes de la entrega

definitiva del producto, y comprenden gastos de viaje, gastos de estancia, etc.

COSTOS POR FALLAS

Causados por materiales y productos defectuosos, que no satisfacen las especificaciones de calidad de la compañía. Incluyen elementos inútiles, elementos por reprocesar, desperdicios y quejas que provienen del mercado.

En el caso de materia prima, para pinturas alquídicas, el costo mayor que se verifica, es aquél donde el material que no cumple con las especificaciones, es regresado al proveedor, y la cantidad de pintura, planeada para una entrega, no se hace, consecuentemente, el trabajo a realizar para la próxima entrega, será mayor, ya que tendrá que reponerse la cantidad que no fué entregada a tiempo. El proveedor, a su vez, sufrirá una pérdida, tanto en tiempo, como en dinero, ya que tendrá que "arreglar" a la materia prima, ó desecharla.

Los elementos que los constituyen, son los siguientes:

Costos debidos a fallas internas

a) Desperdicios

Con el fin de obtener los costos de la calidad en la operación, se tienen que considerar los costos por desperdicios en los que se incurre mientras se logran

alcanzar los niveles de calidad requeridos. Los desperdicios, pueden también ser el resultado de fallas en el propio trabajo de la fábrica ó por faltas atribuibles al vendedor.

b) Reproceso

Los trabajos suplementarios, representan los pagos extra a los operadores, mientras se alcanza la calidad requerida. No incluye pagos que se efectúen por reprocesos a cambio de diseño, para satisfacer al consumidor.

c) Costo por suministro de materiales

Costos adicionales, en que incurre el personal dedicado al suministro de materiales, al dedicarse al manejo de quejas y rechazo de materiales comprados.

d) Consultas entre ingenieros de la fábrica

Estos costos, se refieren al tiempo que los ingenieros de producción emplean en la solución de algunos problemas, relacionados con la calidad de los productos; por ejemplo, cuando un producto, un componente ó algún material no están de acuerdo con las especificaciones de la calidad, ó bien, cuando a algún ingeniero de la producción, se le asigna la tarea de revisar la posibilidad de un cambio en las especificaciones.

Costos por fallas externas

a) Quejas

Comprenden todos los gastos originados por el arreglo de diferencias con el consumidor.

b) Servicio sobre el producto

Comprende los gastos ocasionados por todo servicio directo, destinado a la corrección de imperfecciones ó a pruebas especiales, no incluidos en las quejas. Tampoco incluye los servicios ó contratos de instalación y mantenimiento.(7)

La experiencia a demostrado, que con el sistema de inspección considerado, como función de control de calidad, las fallas y la evaluación, tienen la tendencia de marchar hermanadas y que es extremadamente difícil, hacerlas bajar, una vez que han tomado ímpetu hacia arriba. La razón es clara, un ciclo deficiente, se desarrolla generalmente como sigue: mientras más defectos se producen, suben los costos por fallas, y tradicionalmente, a mayor número de fallas, más inspección. Esto último, significa costos de evaluación más altos.

La solución, por medio del control total de la calidad, consiste, en invertir el ciclo y proporcionar la cantidad necesaria de prevención, respaldando, aún, cuando sea de una manera modesta la ingeniería del control de la calidad, la ingeniería del control en el proceso, y la parte ingenieril del equipo de información.

Cuando los costos de prevención, aumentan para pagar la calidad apropiada de servicios ingenieriles, ocurre que un gran número de defectos dejan de producirse, ésta reducción de defectos significa una reducción substancial de costos por fallas.

De igual manera sucede con los costos de evaluación. Un aumento en los costos de prevención, causa una reducción en deficiencias, lo que origina un efecto positivo en los

costos de evaluación, por reducirse necesariamente las rutinas de inspección y pruebas.

Finalmente, cuando se obtiene un mejor equipo de control de calidad, de personal y de prácticas, resulta una reducción adicional en los gastos de evaluación. A mejor calidad en el equipo de pruebas y de inspección, modernización de las prácticas del control de la calidad, y el reemplazo de varios operadores de rutina por número menor pero más eficiente de inspectores y operadores en el control del proceso, provoca una baja positiva en los costos de la función de evaluación.

Un elemento esencial de un programa de control total de la calidad, consiste en la identificación, el análisis y el control de los costos de la calidad para todo el negocio.

Los datos necesarios para calcular los costos de la calidad, existen, en el departamento de contabilidad, datos que, permiten organizar los costos de la calidad.

Una vez que los costos de la calidad han sido identificados y obtenidos, es necesario sujetarlos a un análisis, antes de que se usen como una base para tomar una acción. El análisis consiste, en examinar cada elemento de costo en relación con otros elementos y con el total. Incluye, una comparación de tiempo en tiempo; por ejemplo, la operación de un mes, con algunas operaciones mensuales

anteriores, ó un cuarto de año, con otros cuartos anteriores.

Se sugiere que los costos de la calidad, se refieran, por lo menos, a tres bases (de volumen) diferentes. Las bases que se seleccionen, dependerán del tipo de artículos manufacturados. Por ejemplo, las bases a volumen que pueden ser consideradas, serían: mano de obra directa, mano de obra directa productiva, costo del suministro al taller, costo de lo producido en el taller, costo de toda la producción, valor contribuido, equivalente a las unidades producidas y, monto neto de ventas.

Los reportes de control de calidad, se harán en forma periódica, ya sea semanalmente, cada mes ó cada cuarto de año, como sea requerido. Estos reportes contendrán los gastos relativos a las tres categorías citadas anteriormente. También contendrán los datos relativos a los costos de la calidad de periodos anteriores, para poder apreciar las tendencias que se presenten.

La fig. 5.10, representa, la tendencia de costos de la calidad, en relación a ventas.

Las bases para medir los costos de la calidad, son de mucha importancia y deben ser escogidas con cuidado. Es indispensable considerar las ventajas y las desventajas de las bases antes de hacer una selección definitiva.

TENDENCIAS DE COSTOS OPERATIVOS DE LA CALIDAD CON RELACION A VENTAS
 COMPAÑIA XYZ
 MES DE DICIEMBRE

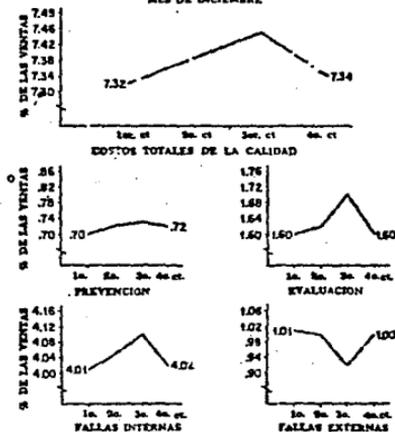


Fig. 5.10

Algunas consideraciones que deberán hacerse sobre la selección de bases, podrían ser las siguientes:

- Si serán sensitivas a las altas y bajas de los calendarios de producción.
- Si se verán afectadas por la mecanización y por los costos bajos de mano de obra, resultantes.
- Si se verán afectadas por las ventas en épocas especiales.
- Si serán demasiado alterables por fluctuaciones en precios.

En el caso de ser afectadas por las influencias mencionadas, las bases deberán ser escogidas, de modo que reflejen circunstancias corrientes ó usuales.

En la mayoría de los casos, se eligen como bases, las siguientes: Mano de obra, Costos de producción, Ventas y unidades de producto.

Las descripciones de las bases tomadas en consideración, se dividirán en dos partes.

I.- Ventajas y Desventajas

II.- Definiciones y Cálculos

I.- Ventajas y Desventajas

a) Mano de obra, como base

- 1.- Mano de obra total.
- 2.- Mano de obra estándar.

La mano de obra estándar, es siempre superior a la mano de obra total, porque representa una acción planeada y no acción planeada más variaciones.

Ambas bases, sobre mano de obra, son afectadas por las altas y bajas del negocio. Se ven afectadas también, por mecanización, debido a la reducción de operadores.

b) Costos basados en costos de producción

- 1.- Costos sobre lo producido en los talleres (CPT)
- 2.- Costos sobre producto manufacturado (CPM)
- 3.- Costos sobre suministro a los talleres (CST)

Los costos sobre producto manufacturado son mayores a costos sobre lo producido en talleres, cuando el producto requiere el uso de conocimientos técnicos elevados, puesto que (CPM) hace tangibles los costos de ingeniería de diseño. Por el contrario, si los costos de ingeniería no son importantes, (CPT) constituyen una base mejor.

Cuando el ciclo de manufactura, es demasiado largo, ambos guardarán poca relación con los costos corrientes de la calidad; en tales circunstancias (CST) se prestará mejor como base.

c) Ventas como base

1.- Ventas netas

2.- Valor contribuido (ventas netas - material directo)

Ambas bases se consideran como buenas cuando el ciclo de manufactura es corto, y el producto es vendido inmediatamente después de terminado.

El valor contribuido, es preferido a ventas netas cuando el material representa parte considerable del monto de las ventas ó cuando las fluctuaciones en material hagan inestables a Ventas netas.

d) Unidades usadas como base

1.- Producción referida al valor contribuido

2.- Producción relacionada a costos de la calidad

3.- Costo de calidad referido a la unidad de producción.

Estas tres bases, son útiles porque ponen en comparación unidades de producción ó producción total al costo en moneda. La primera no es recomendable cuando existen diversos productos con valores diferentes.

II.- Definiciones y Cálculos

a) Mano de obra directa, total.

b) Mano de obra operativa, (mano de obra planeada)

c) Mano de obra directa

Material directo, actual,

Costos indirectos,

costos

de

taller

d) Costos de ingeniería

de producción

Reservas para quejas,

Empaques y envíos

costos

de

manufactura

costos

de

ventas

e) Ingeniería de contratos, sus costos y gastos

Costos de construcción de instalación

Otros gastos (en la planta, etc.)

f) Monto de las ventas netas

Menos costos de las ventas, igual a ganancia total.

Menos los gastos administrativos y comerciales, igual con ganancia antes de la deducción por contribuciones.

Menos las contribuciones, igual con ganancia neta.

g) Valor contribuido, igual con monto de ventas netas menos el valor de los materiales actualmente usados.

- h) Producción referida al valor contribuido: multiplíquese el valor contribuido, por unidad, por la producción durante el período considerado.
- i) Producción referida al costo de la calidad: dividir el costo total de la calidad entre el número de piezas y expresar en \$ por unidad ó por millar de unidades.
- j) Costos de calidad en \$ por el equivalente de unidades terminadas: cuando el producto es múltiple y el costo de manufactura es diferente para cada tipo, es conveniente hacer un promedio previamente. Este costo está referido a unidad terminada y aceptada. El camino a seguir es el siguiente:
- 1.- Selecciónese el producto que representa la mayor cantidad en \$ y designesele, producto 1.
 - 2.- Tómese el costo de fabricación ó el valor contribuido (el que sea de aplicación más adecuada), del producto 1
 - 3.- Denomínese a éste costo, factor 1
 - 4.- Tómese el costo ó el valor contribuido del producto 2
 - 5.- Divídase el valor presentado por el inciso 4 entre el valor del inciso 2; el cociente, valor de 4/ valor de 2 = factor relativo, para inciso 4, y así sucesivamente para los valores de otros productos.

- 6.- Multiplíquese la producción correspondiente al producto 1, por el factor 1.
- 7.- Multiplíquese la producción correspondiente al producto 2, por el factor relativo, (inciso 5).
- 8.- El total de 6 y de 7, es el equivalente de las unidades terminadas del producto.
- 9.- El costo total de la calidad dividido entre el equivalente en unidades de la producción total, (inciso 8), proporciona en \$ el costo de la calidad por unidad de producto.

Cuando se ha completado un análisis de costo de la calidad, la interpretación consiste en entrar en un período de acción. Es conveniente expresar resultados por medio de una relación de valores, por ejemplo: hacer un balance entre \$ invertidos en prevención de errores, y \$ salvados como resultado de evitar fallas en las operaciones. A medida que el programa progresa y los casos de fallas mayores se han controlado, los esfuerzos preventivos producen resultados inferiores en magnitud; llegando un momento en que la curva se aproxima a una recta; desde ese momento los esfuerzos por reducir deficiencias, deben aplicarse a conservar el nivel conquistado. Reportes completos y análisis de costos de la calidad, ayudan a conseguir ese punto óptimo.

El Gerente del Control de la Calidad, se ve precisado a tomar decisiones, a fin de obtener costos de la calidad que sean un mínimo, comparado a los costos de salida del material producido.

Desde el momento en que el costo de la calidad ha sido fraccionado en segmentos, el Gerente del Control de la Calidad, puede obtener de la manera más fácil una estimación en \$ para cualquiera de las actividades.

Los costos de la calidad sirven de guía al Gerente del Control de la Calidad, para formar sus presupuestos, de modo que los programas de control de la calidad, puedan llevarse a efecto. Estos programas, se ajustan a los objetivos de la organización, los que a la larga, pueden concretarse en obtener productos de alto nivel de confiabilidad.

No todos los programas serán factibles de manera inmediata, en vista de los recursos con que se cuente. Algunos tendrán que escalonarse, cuando sus resultados no puedan alcanzarse sino al cabo de 2 ó de 3 años. Este procedimiento permite asegurar presupuestos realistas, así como la obtención de metas de alta confiabilidad.

El Equipo de Costos de la Calidad, representa capital invertido, en la adquisición de equipo para mediciones específicas en la aceptación y control. Este tipo de inversión tiene lugar con motivo de la prevención de evaluación. En el caso de costos operativos, éstos están

representados por la adquisición de equipo de medición, máquinas para inspección y pruebas. Cuando se han identificado convenientemente, se han amortizado y consolidado con los costos de operación relacionados con la calidad, se tienen bases más completas para poder estimar la efectividad de los programas del control total de la calidad.

Medida de la efectividad

La siguiente es una medida de efectividad, y refleja la calidad relativa del trabajo efectuado. Para esto son necesarias dos mediciones; la primera es:

Costos de evaluación de material adquirido, dividido entre las pérdidas en la manufactura atribuibles a los proveedores.

Los costos de evaluación del material adquirido, reflejan el esfuerzo aplicado. Las pérdidas en la manufactura, atribuibles a los proveedores, ponen de manifiesto, la efectividad de los esfuerzos hechos para impedir que el material adquirido, de mala calidad, llegue a los talleres.

A medida que la calidad de la evaluación de materiales adquiridos es mejor, el conjunto de pérdidas en la fabricación, tiende a decrecer y consecuentemente la efectividad tendrá que aumentar.

El índice de efectividad, no significa progreso por el simple incremento de los costos de evaluación del material adquirido, porque el incremento en dichos costos hará que el índice de productividad baje, lo cuál no es indicio de un progreso de orden general.

La segunda medida de efectividad es:

Pérdidas ocasionadas por los proveedores, pero recuperadas, divididas entre las Pérdidas totales, atribuibles a los proveedores

El trabajo verificado en el control de materiales adquiridos, no sólo es efectivo en cuanto que permita separar producto de mala calidad, sino que su efectividad también alcanza a la recuperación de porcentajes cada vez mayores de las pérdidas asociadas a los proveedores. Esta recuperación es, a veces, tan sólo de un 15 por ciento, en tanto que las pérdidas totales debidas a los proveedores llegan, a veces, a cientos de miles de pesos al año. Esta, es otra medida importante de la potencialidad de incrementar las ganancias, haciendo crecer la efectividad de las operaciones.

La oportunidad en la actuación, proporciona otro medio que manifiesta la calidad relativa en el trabajo ejecutado. En ésta ocasión, se necesitan también dos estimaciones que presenten, con claridad, el potencial de ganancia. La

primera es: Porcentaje de lotes que no llenan las especificaciones de aceptabilidad.

Esto, constituye una estimación de la oportunidad del trabajo en la prevención de defectos, en el campo del control de los materiales adquiridos. Es importante, segregar producto malo de producto bueno, pero es, sin duda, más importante efectuar un trabajo de prevención de defectos no sólomente con los proveedores, sino con los Departamentos de Ingenieros y de Compras, a fin de reducir los porcentajes de lotes que no satisfagan las especificaciones. Los buenos resultados hacen palpable lo oportuno de la actuación.

La segunda es: Promedio de lotes por semana No sacados del muelle para entregar al almacén ó para su uso en el término de 24 horas. Aquí, el retardo en la actuación, se refleja en "no" disponer a tiempo del material ó en "no" promover acción correctiva antes de enviarlo a los almacenes, ó ponerlo en uso. Las actuaciones oportunas en las compras, en la reducción de inventarios, en la suspensión de trabajo por falta de material, y el menor número de veces en que se dispone de material que se encuentra dentro de una calidad marginal, se use a como dé lugar, con tal de que los trabajos no se retarden, contribuyen a ampliar las posibilidades de aumento en las ganancias. Cuando los materiales fluyen con rapidez y los

procedimientos se mejoran, la actuación sobre el control del material adquirido, indica progreso.

El control de la calidad y su contribución en el logro de ganancias, son fácilmente inteligibles y estimados cuando se presentan en forma gráfica.

Una indicación de que los componentes del control de calidad están operando con efectividad, es la presentación de reportes regulares, manifestando progresos en los diversos índices (ya sean de efectividad, productividad, etc.).

El uso de éstos índices, dentro del marco estructurado por los datos operativos del costo de la calidad, es uno de los más firmes cimientos del control total de la calidad.(7)

Como se observó, no se muestran cálculos exactos, para evaluar el costo del control de la calidad, puesto que los datos para hacer tal cálculo, son obtenidos del departamento de contabilidad de la empresa, datos de carácter confidencial.

Sólo se señalan las bases que se pueden tomar para estimar el costo.

Se encontró que, generalmente, el costo del control de calidad, para empresas que lo llevan a cabo, no sobrepasa el 8% del costo total de manufactura del producto.

Y, que además, en sí, el control de calidad, no involucra gasto apreciable, que no sea gasto por papel, si se utilizan gráficas; mantenimiento de equipos eléctricos, material de prueba, etc. Sino que, son los materiales que se encuentran fuera de especificaciones, los que originan la elevación del costo.

La experiencia ha demostrado, que sale más caro, rearmar un producto defectuoso, no sólo por pérdida de tiempo en reajustarlo, sino por el retraso en otras entregas, que haberlo hecho bien desde el comienzo.

Lo importante es, por tanto, realizar el trabajo bien desde un principio, para que los gastos de calidad, sólo se apliquen al mantenimiento del nivel de calidad.

CONCLUSIONES

El Control de Calidad, aplicado a materias primas, es un paso muy importante para la obtención de productos que satisfagan por entero al consumidor.

De la buena calidad de las materias primas, depende mucho la calidad del producto final. Existen diversos métodos que nos ayudan a saber cuándo aceptar o desechar una materia prima.

Uno de los inconvenientes que se observó en la aceptabilidad de un producto y precisión del método de prueba, es que, en la evaluación de sus propiedades, se utiliza la capacidad olfatoria y visual del laboratorista que realiza la prueba.

Por ésta razón, se prefieren mediciones de las propiedades por medio de aparatos.

En base a los costos de calidad, se considera que no son los productos aceptables los que elevan los costos, sino material fuera de especificaciones, lo que causa la elevación del costo de la calidad, ya que, el material defectuoso, se tendrá que "rearrreglar" ó desechar. Lo mejor es realizar el trabajo correctamente desde un principio.

Inicialmente, al introducir el equipo de control de calidad, el costo de inversión se elevará, pero, se

equilibrará con el servicio que proporcione, y posteriormente, se obtendrá "ganancia" para la empresa, al disminuir material de desecho y de reprocesado. El porqué se obtiene un producto fuera de especificaciones, las razones podrían ser; fallas mecánicas, humanas, proceso, etc. Lo que se desea, particularmente en éste estudio, es el evitar que material, fuera de especificaciones, llegue a utilizarse en el proceso.

Otra herramienta muy útil, es la utilización de la estadística en el control de la calidad; cuyos métodos, hacen posible la agilización del registro de resultados de calidad; desde una producción por lote, hasta una producción continua; y además de cuyo análisis, se llevará a cabo el control del proceso, puesto que nos dará información acerca del momento en el cuál, existe una irregularidad en la calidad y también, cuándo tomar decisiones oportunas en cuanto a proceso, material, equipo y personal.

Otro material de información utilizado, fueron los métodos ASTM, cuya sociedad, se ha preocupado por estandarizar y dar una forma específica de tratamiento y control a un gran número de materiales; abarcando, desde el manejo de los aparatos, hasta definiciones de términos utilizados en control. Cabe señalar, que algunos métodos, son demasiado exigentes, y por lo tanto difícilmente aplicables, en lo que se refiere a condiciones de prueba;

por ejemplo: $25 \pm 0.05^{\circ}\text{C}$, en el laboratorio más completo de México, difícilmente se logra mantener ese intervalo de temperatura. Pruebas de 24hrs., si la muestra se toma cada 24 hrs., se puede realizar la prueba en ese intervalo. Pero si se desea obtener el resultado de la prueba porque se duda de la calidad de la materia prima, que se está recibiendo, va a ser difícil obtener dicho resultado. A menos que se utilice otra prueba, que no involucre demasiado tiempo, como alternativa de control. Angulo de visión de 40° , en la práctica se hace aproximadamente, etc.

Se observó que en pequeñas y medianas industrias de pinturas, se realizan pruebas sencillas de control de calidad. Por ejemplo, para pureza de resina, se utiliza el "sellado", que consiste en aplicar una película de resina modificada sobre un papel específico, y mediante aplicación de calor, sellar el papel, por supuesto que el punto de fusión no es el real, ya que intervienen; la sensibilidad del aparato y el intervalo de fusión de la resina. Así como ésta "prueba", se realizan muchas otras, que dependen más que nada de el criterio del que las está realizando.

En las grandes industrias de pinturas, sobre todo, en las de exportación, es donde se cuenta con un laboratorio de control de calidad completo. Y esto es de esperarse, puesto que tienen que competir con otras industrias y además, se debe de mantener el prestigio de la empresa.

Se encontró que las industrias que no realizan control de calidad, es porque piensan que es muy costoso, y que además, mientras se invierta poco y se gane más, es mejor. Esto es, mientras que el negocio "salga", no hay que mejorar nada.

Actualmente, se ha realizado poca investigación, en cuanto a otros campos de aplicación de pinturas alquídicas, por lo que la información que se encontró al respecto fué escasa. Sin embargo, la información en la aplicación de la estadística en el control de calidad y métodos de prueba para materia prima, fué la suficiente.

El presente trabajo, nos proporcionó un panorama general, del campo de aplicación de la Ingeniería Química; ya que se correlacionaron diversas materias estudiadas a lo largo de la carrera y que son aplicadas en una de tantas industrias, en éste caso, la industria de las pinturas.

BIBLIOGRAFIA

- 1.-Allcock, H.R.; Lampe, F.W.
Contemporary Polymer Chemistry
Edit. Prentice-Hall, Inc., USA
1981

- 2.-Annual Book of ASTM Standards(19)
Paints, Related Coatings and Aromatics. Section 6.
Edit. Staff
American Society for Testing and Materials, 1985.

- 3.-Bagchi, D.; Malakar, R.K.
"Sorbitol as an Alkyd Ingredient"
J. Coat. Technol., 1986, 58(740), 51-7

- 4.-Blanco M., A.; Sánchez R., L.; Villegas Y., L.(8)
Tecnología de Pinturas y recubrimientos orgánicos. Vol. I y II
Edit. Química S.A.
Mexico, D.F., 1974

- 5.-Boxall, J.; von Fraunhofer, J.A.
Concise Paint Technology
Edit. Chemical Publishing, New York
1a. edición

- 6.-Brody, D.E.
"Alkyd Resins"
Am. Paint Coatings J. 66,43(July 12,1982)

- 7.-Catálogo CIBA-GEIGY
"PIGMENTOS"
1975
- 8.-Catálogo de Pigmentos para uso en las
industrias de pinturas, tintas, plásticos
y hules.(20)
Pigmentos y Oxidos S.A.
Monterrey, N.L. Mex. 1982
- 9.-Catálogo sobre Pigmentos
Colorquim, S.A. de C.U.
1976
- 10.Coetzee, J. F.
Recommended Methods for Purification of Solvents and
Test for Impurities.
Oxford, Gran Bretaña. Pergamon
2a. edición
1982
- 11.-Considine, D. M.
Chemical and Process Technology Encyclopedia
Edit. Mc Graw-Hill Book Company, New York
1974
- 12.-Cowan, J.C.
"Alkyd Resins"
Kirk-OTHmer. Encyclopedia of Chem. Technol.
Wiley-Interscience, Pub.
3er.ed., Vol. 8, pag. 134 y 141
- 13.-Crosby, P.B.
Quality is Free. "The art of making quality certain"
Mentor Executive Library
1980

- 14.-Devoré, G.(12)
Química Orgánica
Edit. Publicaciones Cultural
3a. reimpression
pág. 493
1975
- 15.-Diccionario Científico y Tecnológico
Vol. 1, Parte 2
pág. 1227-1397
1979
- 16.-Diccionario Científico y Tecnológico Chambers
Ediciones Omega, S.A.
Barcelona, 1979.
- 17.-Diccionario de Química y de productos químicos
Ediciones Omega, S.A.
pág. 671
España. 1975
- 18.-Diccionario Enciclopédico SALVAT (Universal)(14)
SALVAT Editores
Tomo 17
pág. 101-156
1975
- 19.-Ellenhorst, H.
"Alkyd Resins"
Am. Paint Coatings J. 67, 42(Oct. 18, 1982)
- 20.-Encyclopedia of Polymer Science and Engineering
Edit. John Wiley & Sons, Inc., USA
2a. edición. Vol. 5
pág. 203-214
1986

21. Encyclopedia of Sciences and Technology.
Edit. Mc. Graw-Hill
Tomo 9
pág. 557
22. Feigenbaum, A.U.(?)
Control total de la calidad
Cía. Editorial Continental
1975
23. Finzel, W. A.
"Alkyd Resins"
J. Coatings Technol. 52,55(1980)
24. Flick, E. W.
Industrial Solvents Handbook
Edit. Park Ridge, New Jersey. Noyes Data
3a. edición
1985
25. Gosselin, R. E.; Hodge, H.C.; Smith, R.P.; Gleason, M.N.
"Clinical Toxicology of Commercial Products"
The Williams & Wilkins Co. (Baltimore)
4th. edition
1976
26. Gran Enciclopedia RIALP.
Ediciones RIALP. Vol. 18
pág. 512-513
1979
27. Grant, E.L.; Leavenworth, R.S.(17)
Control de Calidad Estadístico
Edit. Continental, S.A.
México, 1977.

- 28.-Hansen Bertrand, L.(16)
Teoría y práctica del Control de Calidad
Edit. HispanoEuropea
2a. edición
1980
- 29.-Hartshorn, J. H.
"Alkyd Resins"
J. Coat. Technol. 54(687), 53(1982)
- 30.-Hayes and Romig(6)
Modern Quality Control
Edit. BRUCE
1a. edición
1977
- 31.-Hearle, J.W.¹
Polymers and their properties
Vol. 1. Fundamentals of Structure and Mechanics
Edit. Ellis Horwood Limited Pub.
1a. edición
1982
- 32.-Houwink, R.; Salomon, G.
Enciclopedia de la Química Industrial
"Adherencia y Adhesivos". Tomo 3
Ediciones URMD
1978
- 33.-Hoyle, C. E.
"Alkyd Resins"
Am. Paint Coatings J. 68,42(May 14, 1984)
- 34.-Industrial Chemicals Safety Manual
Toxic and Hazardous
Edit. The International Technical Information Institute
4a. edición
1978

- 35.-Ishikawa, K.(10)
¿Que es el Control Total de la Calidad?
Edit. Norma
Impreso en Colombia
1986
- 36.-Juran, J.M. etal(9)
Quality Control Handbook
Edit. Mc. Graw-Hill
2a. edición
1962
- 37.-Kent, J.A.
Riegel's Handbook of Industrial Chemistry
Edit. Van Nostrand Reinhold Company
7a. edición
pág. 344-357, 1974
- 38.-Kirk, R.E.; Othmer, D.F.(13)
Encyclopedia of Chemical Technology. Vol. 12
Interscience Publishers Inc.
pág. 654
1960
- 39.-Lanson, H.
"Alkyd Resins"
Encycl. Polym. Sci. Eng.
1985, 1, 644-79
Edit. por Kroschwitz Jacqueline I. Wiley
- 40.-Mehlenbacher, U.C.(15)
Enciclopedia de la Química Industrial
"Análisis de grasas y aceites". Tomo 6
Ediciones URMO
1978
- 41.-Myers, R.R.
Formulations
Edit. Marcel Dekker Inc., New York and Basel
Vol. 4, parte I
pág. 306-313
1975

- 42.-Myers, R.R.; Long, J.S.
Characterization of Coatings;Physical Techniques.
Edit. Marcel Dekker Inc., New York and Basel
Vol.2, parte II
pag. 135, 413-437
1974
- 43.-Myers, R.R.; Long, J.S.
Film Forming Compositions.
Edit. Marcel Dekker Inc.,New York and Basel
Vol.1, parte I a III
1974
- 44.-Myers, R.R.; Long, J.S.
Pigments
Edit. Marcel Dekker, Inc., New York and Basel
Vol. 3, parte I
1975
- 45.-Parker, H.D.(11)
Enciclopedia de la Quimíca Industrial.
"Tecnología de los recubrimientos de superficies".Tomo 7
Ediciones URMO
Pag. 256-273
1978
- 46.-Patton, T.C.
Alkyd Resin Technology
Edit. Interscience Publishers, New York
1962
- 47.-Patton, T.C.
Pigment Handbook
Wiley-Interscience Pu.
Vol. I-III
1985
- 48.-Patton, T.C.
Paint flow and Pigment dispersion
A Rheological Approach to Coating and
Ink Technology
2a. edición

- 49.-Quesnay, F.
Polym. Paint Colour Journal
1984
174(4129)
68-74
- 50.-Sanchez S., A.(18)
La Inspección y el Control de la Calidad
Edit. Limusa
4a. edición
1980
- 51.-Sax, I.N.
Dangerous Properties of Industrial Materials
Edit. Van Nostrand Reinhold Company, New York
6a. edición
1984
- 52.-Solomon, D.H.
The Chemistry of Organic Film Formers
Edit. Robert E. Krieger Publishing Co.
Huntington, N.Y.
pag. 35-74
1977
- 53.-Strivens, T. A.
"Basis of Rheological Additives"
Polym. Paint Colour J. 1986, 176(4169), 466, 468(Eng.)
- 54.-Sward, G.G.
Paint Testing Manual. Physical and Chemical
Examination of Paints, Varnishes, Lacquers and Colors
Edit. American Society for Testing and Materials
13a. edición, 1972
- 55.-Swern, D.
Bailey's Industrial oil and fat products
Edit. Wiley-Interscience Publication
4a. edición. Vol. 1
pag. 16-31
1979

56.-Thomas Scientific
Scientific Apparatus and Reagents
1987

57.-Wicks, Z.W. Jr.
"Drying Oils". Encycl. Polym. Sci. Eng.
1986, 5, 203-14
Editada por Kroschwitz, Jacqueline I. Wiley

58.-Wolfgang, G.
ULLMANN'S. Encyclopedia of Industrial Chemistry
Edit. VCH Publishers
5a. edición
pág. 409-423
1985