

**DISEÑO DE UN PROTOCOLO SOPORTADO ESTADÍSTICAMENTE PARA LA  
SELECCIÓN DE LAS MUESTRAS EN EL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE  
PROPILCO S. A.**

**JORGE ENRIQUE VELEZ HOYOS  
RONALD ENRIQUE TIJERA CASTRO**

**UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE BOLÍVAR  
ESPECIALIZACIÓN EN GERENCIA DE PRODUCCIÓN Y CALIDAD  
CARTAGENA DE INDIAS D. T. Y C.  
JULIO 2009**

**DISEÑO DE UN PROTOCOLO SOPORTADO ESTADÍSTICAMENTE PARA LA  
SELECCIÓN DE LAS MUESTRAS EN EL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE  
PROPILCO S. A.**

**JORGE ENRIQUE VELEZ HOYOS  
RONALD ENRIQUE TIJERA CASTRO**

**Asesor**

**ROBERTO GÓMEZ FERNÁNDEZ  
INGENIRO INDUSTRIAL  
ESPECIALISTA EN ESTADISTICA APLICADA**

**UNIVERSIDAD TECNOLOGICA DE BOLIVAR  
ESPECIALIZACION EN GERENCIA DE PRODUCCION Y CALIDAD  
CARTAGENA DE INDIAS D. T. Y C.**

**JULIO 2009**

**NOTA DE PRESENTACIÓN**

---

---

---

**FIRMA DEL PRESIDENTE DEL JURADO**

---

**FIRMA DEL JURADO**

---

**FIRMA DEL JURADO**

---

**Cartagena de Indias D. T. Y C. Julio de 2009**

**Este trabajo constituye el punto de llegada de un largo proceso de investigación, pero también un punto de partida de nuevos interrogantes.**

**Por eso invitamos al lector a pensar sobre lo que se dice en estas páginas, pero fundamentalmente sobre lo que no se dice: lo que se omitió, por las imperfecciones propias del paso dado.**

***Jorge Enrique Vélez Hoyos***  
***Ronald Enrique Tijeras Castro***

## CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	1
1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	3
1.1 Formulación Del Problema	3
1.2 Pregunta De Investigación	4
1.3 Justificación De La Investigación	5
1.4 Objetivo	6
1.4.1 Objetivo General	6
1.4.2 Objetivos Especificos	6
2. DESCRIPCION DE LA EMPRESA	7
2.1 Nombre o Razón Social de la empresa.	7
2.2 Tipo de Empresa.	7
2.3 Ubicación.	7
2.4 Reseña Histórica de PROPILCO.	8
2.5 Organización Actual	10
2.6 Misión	11
2.7 Visión	12
2.8 Mapa de Proceso de PROPILCO	12

2.9 Proceso de producción del polipropileno	14
2.9.1 Área de servicios generales	14
2.9.2 Área de almacenamiento de monómero	14
2.9.3 Área de purificación de materias primas	15
2.9.4 Área de reacción	15
2.9.5 Producción de copolímero de impacto	16
2.9.6 Área de desgacificación y peletizado	16
2.9.7 Área de recuperación	16
2.9.8 Área de almacenamiento	17
2.10 Plantas y Tecnología	17
2.10.1 Capacidad	17
2.10.2 Producción	18
2.10.3 Tecnología planta 1 Unipol PP	20
2.10.4 Tecnología planta 2 Novolen PP	20
3. MARCO TEÓRICO Y REVISIÓN DE LITERATURA	22
4. INFORME DE INVESTIGACIÓN	30
4.1 Métodos Actuales para la Selección de la Muestra Utilizados en el Laboratorio	30
4.2 Análisis de los resultados	38
4.3 Diseño del protocolo para la selección de muestras	51
CONCLUSIONES	52
RECOMENDACIONES	54
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	55
ANEXOS	56

## ÍNDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Resultado de entrevistas	34
Tabla 2. ANOVA para Índice de Fluidez por Frecuencia Muestreo	43
Tabla 3. Cálculo de Medias para Índice de Fluidez por frecuencia de muestreo con intervalos de confianza del 95,0%	44
Tabla 4: Verificación de Varianza	49
Tabla 4: Método Tukey HSD 95,0%	49

## ÍNDICE DE GRÁFICAS

	Pág.
Gráfico 1: Gráfico de control de proceso	24
Gráfica 2. Corrida 1 de 2008.	39
Gráfica 3. Corrida 10 de 2008.	40
Gráfica 4. Corrida 16 de 2008.	40
Gráfica 5. Corrida 20 de 2008.	41
Gráfica 6. Corrida 30 de 2008.	41
Gráfico 7: Gráfico de medias y 95% de Fisher LSD	45
Gráfico 8: Gráfico Caja y Bigotes	46
Gráfico 9: Gráfico de Residuos vs. Corridas	47
Gráfico 10: Gráficos de Residuos contra corridas	48



## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Mapa de procesos de Propilco S. A.	13
Figura 2. Diagrama de Flujos de procesos de Propilco S. A.	19

## GLOSARIO DE TERMINOS

- PP: Polipropileno
- Unipol: Planta Petroquímica productora de polipropileno ubicada en Texas E.E.U.U.
- ASTM: American Society for Testing and Materials
- PVC: Poli cloruro de Vinilo – Plástico proveniente del Cloruro de Vinilo.
- Targor: Planta Petroquímica productora de polipropileno ubicada en Frankfort – Alemania.
- Novolen: Planta Petroquímica productora de polipropileno ubicada en Madrid España.
- 03H82: Identificación de una referencia de polipropileno producida en Propilco S. A.
- LCI: Límite de control Inferior.
- LCS: Límite de Control Superior.
- ANOVA: Análisis de Varianza.
- Transición: Etapa en la producción en la que se sale de una referencia a otra entrar a otra referencia deseada. (Producción continua)
- Protocolo o procedimiento: Documento escrito en la que describe de una manera sencilla los pasos a seguir de una actividad dada.
- Plastómetro: Equipo utilizado para la medición de Índice de Fluidez de los polímeros.
- Índice de Fluidez: Medida indirecta del tamaño de las cadenas de polipropileno y en el número de gramos del polímero que para por un orificio de tamaño constante, a una temperatura constante y con un empuje constante en un tiempo de 10 minutos. A mayor valor de índice de fluidez, menor es el tamaño de las cadenas del polímero.
- Homopolímero: Polímero producido a partir de un solo monómero.

- Copolímero Ramdon: Polímero producido a partir de dos monómero y crecimiento de las cadenas de manera aleatoria. El propileno está presente mínimo en un 90%.
- Copolímero de alto impacto: Polímero producido a partir de dos monómero, en donde la matriz de un homopolímero es incrustado en la matriz Copolímero.

## INTRODUCCIÓN

El Polipropileno es uno de los materiales, pertenecientes a la familia de los termoplásticos, más utilizados en la actualidad por el hombre, desplazando al hierro, el acero, la madera, el cuero, y hasta otros materiales de su misma familia. Su amplia gama de propiedades hace que sea adecuado para una gran variabilidad de aplicaciones en diferentes sectores, y marca la parada ante los materiales del futuro, además de suponer una alternativa, mucho más económica. Debido a esto, el empleo de este material está creciendo, gracias en gran parte, al desarrollo de nuevos y mejores productos de consumo final, por lo tanto este incremento ha hecho que en la producción de polipropileno sea necesario hacer un gran número de referencia para así satisfacer a las exigencias en la variedad de la demanda.

Ante los cambios que se producen cuando la producción pasa de una referencia a otra (transición) se hace necesario la alteración de la frecuencia de la toma de muestra para su control de calidad, no sólo en el período de transición, sino también cuando los resultados de las muestras de laboratorio indican que el proceso es o no confiable, por lo que en el presente trabajo investigativo se busca establecer estadísticamente cual es la frecuencia ideal para la toma de muestra independientemente si el proceso es confiable o no, o si se está en una transición.

En el primer capítulo se identifican los actuales métodos para la selección de la frecuencia de muestreo utilizados en el laboratorio y si genera los mejores resultados de confiabilidad para el control de proceso, en el segundo se hace una breve descripción de la empresa y en los siguientes capítulos todo lo relacionado con la investigación y sus conclusiones.

Uno de los grandes motivos que nos ha llevado a realizar este trabajo integrador es el gran volumen de trabajo que se está viendo en las labores del laboratorio sin

ningún criterio sólido por parte de los supervisores de planta, así como también los altos costos que genera el sobre trabajo innecesario. Es por ello que en el presente trabajo queremos dar soporte sólido a la mejor manera de estimar una frecuencia de muestreo que nos garantice una alta confiabilidad en la información obtenida.

# 1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

## 1.1 Formulación Del Problema

Una de las herencias adquiridas, desde la fundación de Propilco por parte de UNIPOL fue el diseño y la filosofía administrativa del área del laboratorio, una de las áreas de mayor apoyo en el proceso productivo, y es por ello que desde ese entonces se viene realizando la toma de muestras en la producción, las que se han incrementado ante el crecimiento, tanto en volumen de lo producido como en la variedad de referencias.

Debido a que el proceso de producción es continuo y a que la rata de producción (población) es muy variable, es muy común observar al personal del área de proceso aumentar o disminuir la frecuencia de muestreo, las cuales de acuerdo al protocolo establecido por la empresa, se encuentran estipuladas cada dos horas. No obstante y sin ningún criterio estadístico, solo dependiendo del estado de ánimo o del grado de seguridad para actuar del supervisor de turno, éstas se han incrementado, tomando muestras cada 60 minutos o cada 30 minutos, lo que ha puesto en tela de juicio, en algunos casos, la credibilidad del resultado del análisis, ya que no es el reflejo del comportamiento del proceso.

Entiéndase que el protocolo de muestreo no es más que un procedimiento operacional en el cual se estipula la frecuencia y los pasos a seguir para la toma de muestra en las líneas de producción por parte del personal.

Actualmente se está teniendo en el laboratorio un ritmo laborar bastante corrido, con una frecuencia de muestreo alta (muestras hasta cada quince minutos) para una producción que aparentemente está fuera de control y esto está llevando a los analistas a un punto de actividad acelerada, lo que está ocasionando incremento del error humano y por ende mayores costos a la empresa, lo que podrían

considerarse de innecesarios, en la mayoría de los casos. Razón por la cual se formula la siguiente pregunta de investigación:

## **1.2 Pregunta de investigación**

¿Con el diseño de un protocolo, soportado estadísticamente, para la selección de la frecuencia de toma de muestras en el proceso de producción de PROPILCO S.A, se lograra contar con una herramienta efectiva para la recolección de información, con la cual se analizara el comportamiento de la producción y se tomaran planes de mejora basados en dicha información?

### **1.3 Justificación**

Las pruebas, muestras y ensayos, desarrolladas mediante los procesos de producción, cada día cobran más importancia, con el fin de garantizar la calidad de los productos, ser más competitivos y generar confiabilidad tanto en los procesos, como en los productos finales.

Con el fin de dar cumplimiento a estos objetivos, la empresa PROPILCO S. A. cuenta con un laboratorio, el cual tiene cinco equipos plastómetros marca Tinius Olsen con celdas ópticas automáticas para la medición del Índice de Fluidez, bajo la norma ASTM D-1238 (anexo A) los cuales están a disposición de las tres (3) líneas de producción con las cuales cuenta el departamento de producción. Las líneas de producción producen un promedio de 18 TM de polipropileno por hora. Una línea de producción es muestreada normalmente cada dos horas, según el protocolo establecido actualmente, es decir, cada dos horas se lleva al laboratorio tres muestras.

Actualmente la frecuencia de muestreo se cambia de dos horas a una, lo que incrementa a 18 el número de análisis por hora y si esta se cambia a media hora, se estarían realizando 36 análisis cada hora, lo que incrementa, en forma considerable los costos operacionales de dicha labor por cada hora de producción.

Razón por la cual y entendiendo el incremento en la variabilidad de las exigencias de mercado, lo que conlleva a igual movilidad en la producción, en el presente trabajo investigativo se busca garantizar resultados confiables de los análisis de laboratorio y de tener un control en los costos operacionales de la empresa, mediante el diseño de un protocolo, soportado estadísticamente, para la frecuencia de toma de muestras a ser analizada.



## **1.4 Objetivo**

### **1.4.1 Objetivo General**

Diseñar un protocolo, mediante un soporte estadístico, para la selección de las muestras en el proceso de producción de Propilco S. A. que conlleve a garantizar una alta confiabilidad en los resultados del proceso.

### **1.4.2 Objetivos Específicos**

- Identificar los actuales métodos para la selección de la muestra utilizados en el laboratorio.
- Establecer cuál de los actuales métodos utilizados, para la selección de la muestra está ofreciendo los mejores resultados de confiabilidad para el control de proceso.
- Recomendar un método soportado estadísticamente para la selección de la muestras en el proceso de producción.

## **2. DESCRIPCION DE LA EMPRESA**

### **2.1 Nombre O Razon Social:**

**Polipropileno del Caribe S. A. - PROPILCO S.A**

### **2.2 Tipo De Empresa:**

**Petroquímica**

**– Fabricación de Polipropileno por medio de un proceso químico**

### **2.3 Ubicación:**

Tiene sede en dos lugares:

En Bogotá funciona la Presidencia, la Vicepresidencia Financiera y Administrativa y la Vicepresidencia de Ventas y Aplicación y Desarrollo. Las oficinas de PROPILCO S.A. en Bogotá están ubicadas en el Edificio Bavaria del Centro Internacional Tequendama.

En Cartagena funciona la Planta de Producción que conforma la Vicepresidencia de Operaciones. La Planta de Cartagena está ubicada en la zona industrial de Mamonal.

Teléfonos:

Com. +57 5 6688700

Fax. +57 5 6685757

## **2.4 Reseña Historia De Propilco**

La Sociedad Polipropileno del Caribe S.A. - PROPILCO S.A. - fue creada en julio de 1989 como un aporte al desarrollo industrial colombiano y constituido como compañía privada por inversionistas colombianos, reconocidos además como soportes de la Industria Nacional desde hace más de 100 años. La composición accionaria de la compañía en su nacimiento fue 51% de propiedad de los Socios de Petroquímica Colombiana S.A. en ese entonces (empresa que produce resinas de PVC) y el 49% restante en poder de la industria cervecera del país liderada por Bavaria S.A. y el grupo Carvajal de Cali, Gracias a ello en PROPILCO S.A. se cuenta con una amplia trayectoria y experiencia industrial para llegar hoy como proveedores de alta tecnología y calidad. Al transcurrir los años el grupo Santo Domingo fue aumentando sus acciones hasta llegar hoy en día a tener el 100% de las acciones de Propilco.

Nuestros clientes son todas aquellas industrias que transforman resina de polipropileno en Bienes Intermedios y Finales que sirven para mejorar la Calidad de vida de la humanidad.

Empleando la tecnología UNIPOL PP desarrollada por el consorcio Unión Caribe Y Shell Oil de los EE.UU, PROPILCO S.A. inició operaciones en julio de 1990 con capacidad de producción de 120.000 TM/año de resina de alta calidad que ha venido destinando al mercado nacional y a más de 20 países en los continentes asiático, europeo y latinoamericano con gran éxito.

Desde 1.991, PROPILCO S.A ha estado atendiendo más de 800 clientes ubicados en más de 20 países alrededor del mundo. La tecnología de punta, la calidad, el servicio y la confiabilidad que PROPILCO brinda a sus clientes, han permitido desarrollar productivas relaciones de largo plazo, que han sido el cimiento de nuestro éxito comercial.

PROPILCO S.A. cuenta con los últimos adelantos tecnológicos en cuanto a proceso, equipos y sistemas automáticos de control, los cuales le permiten producir en la actualidad tres (3) tipos de resina:

**Homopolímeros**, caracterizados por su gran rigidez.

**Copolímeros Random**, distinguidos por sus propiedades ópticas y de sellamiento.

**Copolímero de Impacto**, con excelente relación rigidez - resistencia al impacto.

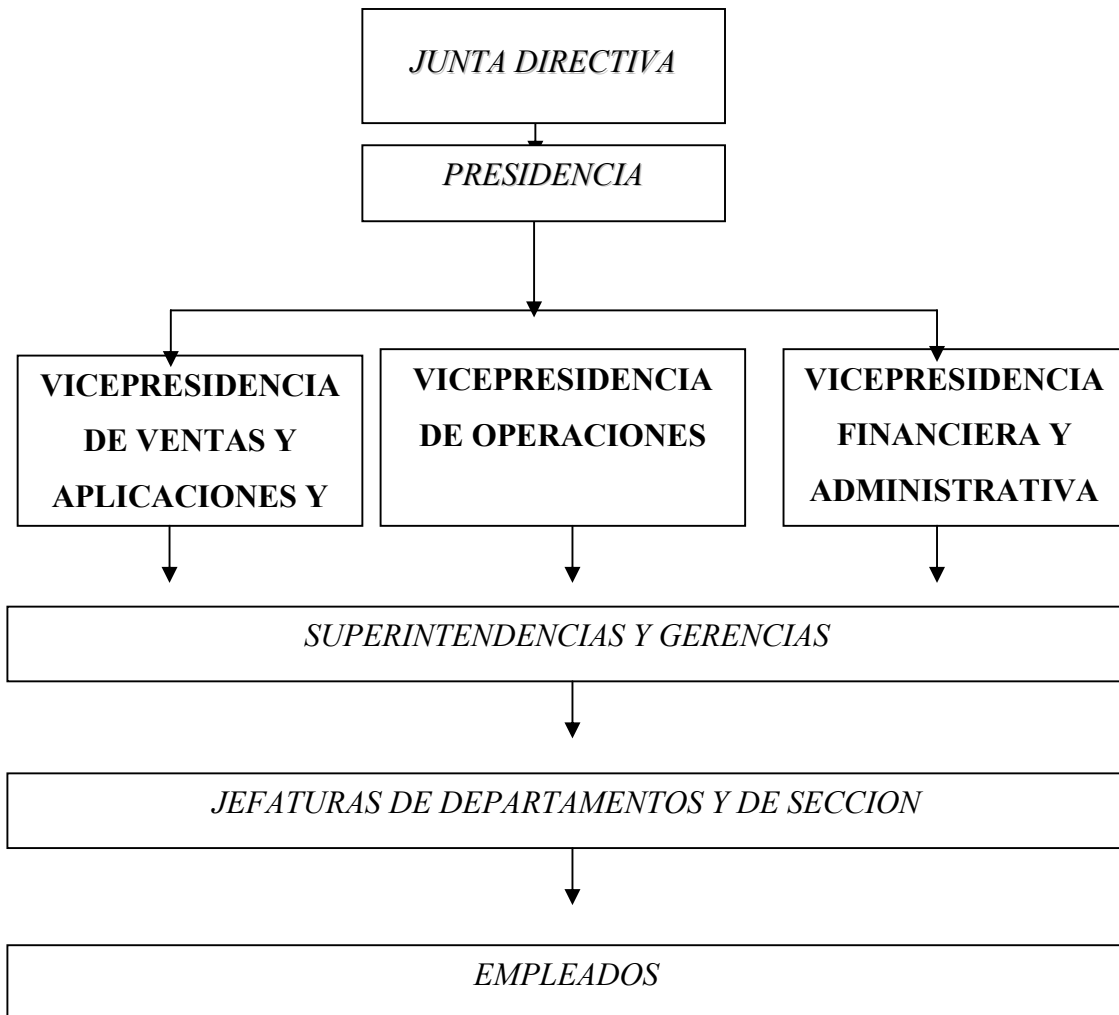
Durante el periodo 1991 - 1998 el mercado Colombiano de polipropileno, ha experimentado un crecimiento promedio del 17% anual. Las ventas en el mercado local ascienden a 105.000 Tm./año. Desde 1.997 la planta de PROPILCO S.A opera al 100% de su capacidad y ello ha limitado la capacidad de PROPILCO de abastecer el crecimiento de los mercados de exportación. Para poder continuar suministrando productos a sus clientes, de manera confiable, PROPILCO ha realizado continuos incrementos de capacidad, eliminando algunos cuellos de botella en el proceso productivo. Para continuar haciéndolo, es necesario construir una nueva planta de 140,000 toneladas métricas por año.

En consecuencia, PROPILCO ha decidido construir una segunda planta en Cartagena, usando la tecnología Targor®. Mientras la tecnología UNIPOL® continúa siendo un éxito comprobado, la nueva tecnología le permitirá a PROPILCO expandir y mejorar su gama de productos para de esta forma satisfacer las necesidades de sus clientes actuales y acceder a nuevos nichos de mercado.

La nueva planta, con capacidad para producir 140.000 Tm/año de polipropileno, inició operaciones en octubre del año 2.001. El propileno, principal materia prima para la producción del Polipropileno, es suministrado por las empresas Chevron, Mobil y Profalca. Esta última, desde su nueva planta localizada cerca de Venezuela, con una capacidad de 120,000 Tm/año, mediante un acuerdo suscrito a 11 años entre Pequiven y Propilco.

## 2.5 Organización Actual

La organización general de la empresa se presenta a continuación:



Como se observa Propilco S.A. esta organizado en una presidencia y tres vicepresidencias que manejan el funcionamiento de la compañía.

## 2.6 Misión

Nuestra Misión es: “Producir y proveer Resinas de Polipropileno, ofrecerle al cliente el servicio técnico que le facilite optimizar sus condiciones operativas, desarrollar nuevas aplicaciones, solucionar sus problemas de proceso y proporcionarle un servicio logístico y financiero de tal manera que seamos el mejor proveedor. Con tecnología y servicio oportuno damos a nuestros clientes la oportunidad de crecer y fortalecerse”.

Nuestros clientes son todas aquellas industrias que transforman resinas de Polipropileno en bienes intermedios y finales que sirven para mejorar la calidad de vida de la humanidad.

En la investigación, desarrollo y producción de nuestras resinas, utilizamos las tecnologías UNIPOL PP y NOVOLEN, reconocidas mundialmente como de vanguardia.

Para asegurar nuestro crecimiento futuro, realizamos todas nuestras actividades mejorando continuamente nuestros procesos para así consolidar nuestra posición en los mercados naturales y conquistar nuevos mercados.

Nuestro mercado es el mundo.

Gracias al profesionalismo, el dinamismo y la creatividad del equipo humano de Propilco S.A., nos distinguimos por ser una organización orientada al cliente, justa y versátil.

En la planeación y realización del producto Propilco S.A identifica y da cumplimiento a las normas legales y de adopción voluntaria asociadas con el negocio.

Estamos comprometidos con la preservación del medio ambiente a través de programas de reutilización del plástico y mediante actividades internas y de participación con la comunidad.

La Seguridad Industrial en las instalaciones de Propilco S.A. prima sobre todos nuestros actos.

Nuestro compromiso es satisfacer las necesidades de nuestros clientes, proporcionar oportunidades de desarrollo y reconocimiento a nuestros empleados y proveer a los accionistas el retorno.

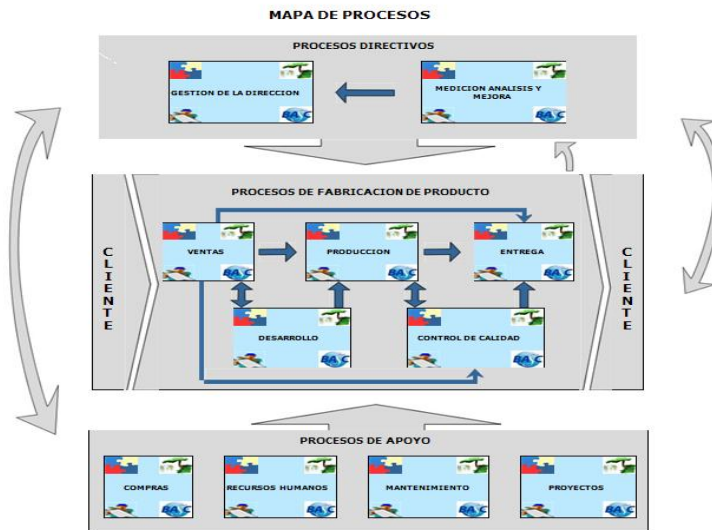
## **2.7 Visión**

“Ser el proveedor preferido en los mercados que atendemos, ofreciendo productos y servicios que superen las expectativas de nuestros consumidores, incrementando así sus posibilidades de crecimiento”.

## **2.8 Mapa De Proceso De Propilco**

Dentro del programa de administración de Propilco, utiliza unos pasos de forma secuencial para conseguir elaborar polipropileno (outputs) a partir de determinadas materias primas (inputs). Dentro de este aspecto se ha detenido a Identificar cada uno de esos pasos llamándolos procesos, los cuales los clasifíco en tres grandes grupos que son: Procesos estratégicos, Procesos fundamentales y procesos de soporte. Cada uno de estos tipos de procesos identificados los organizó en un diagrama llamado “Mapa de Proceso”, como el que se muestra a continuación:

Figura 1. Mapa de Proceso de Propilco S. A.



Fuente: Manuales del proceso administrativo de Propilco

- **Procesos Directivos:** son aquellos que proporcionan directrices a todos los demás procesos y son realizados por la dirección. Se suelen referir a las leyes, normativas, políticas y estrategias (misión, visión y valores), aplicables a los sistemas de gestión de los procesos aplicables a la fabricación del polipropileno y que no son controladas por el mismo.
- **Procesos de Fabricación de Producto:** atañen a diferentes áreas de producción y tienen impacto en el cliente creando valor para éste. Son las actividades esenciales en la elaboración del polipropileno, siendo esta su razón de ser.
- **Procesos de Apoyo:** dan apoyo a los procesos fundamentales (diseños de nueva referencia, apoyo post-ventas a los clientes) y realiza un Servicio dando soluciones por medio de investigaciones.



## **2.9 Proceso De Producción Del Polipropileno**

El Polipropileno es un polímero obtenido a partir de un monómero olefinico de tres carbonos en una cadena de enlace de átomos de carbono hidrogeno.

PROPILCO S.A. produce Homopolímero, Copolímero Ramdon y Copolímero de Impacto. Cada uno de estos productos se fabrica en diferentes grados clasificados según el Índice de Fluidez, el contenido de etileno y/o el tipo de aditivos que posea.

Para una mejor comprensión del proceso de producción del Polipropileno en la planta de PROPILCO S.A, haremos una división por áreas:

### **2.9.1 Área De Servicios Generales:**

Se encarga de suministrarle a todas las áreas de la planta servicios tales como:

- Aire comprimido: El cual se usa para operar las válvulas automáticas.
- Vapor: Usado como fluido de calentamiento en intercambiadores.
- Agua: Empleada como fluido refrigerante.

### **2.9.2 AREA DE ALMACENAMIENTO DE MONOMEROS (Propileno Y Etileno) :**

En la producción de Homopolímero se emplea únicamente Propileno, el cual es un hidrocarburo que llega a la planta en estado liquido y a temperatura de -44 C. Este hidrocarburo arriba en buques y se bombea desde el muelle hasta la planta para ser almacenado en dos (2) esferas aisladas convenientemente para la conservación del frío y que cumplen con todas las normas de seguridad requeridas para este almacenamiento.

En la producción de Copolímero Ramdon y Copolímero de Impacto además de propileno se emplea el etileno. Este hidrocarburo, al igual que el propileno, llega a la planta en buques, en estado líquido a  $-106\text{ }^{\circ}\text{C}$  y se almacena en un tanque cilíndrico debidamente aislado para conservación del frío.

### **2.9.3 Área De Purificación De Materias Primas:**

Las materias primas que participan en la reacción de polimerización normalmente contienen impurezas tales como : agua, oxígeno, alcoholes, monóxido de carbono, etc. Dichas impurezas son nocivas para el catalizador que se emplea en la reacción y por ende son retiradas usando un tren de purificación especialmente diseñado para cada reactante. En el proceso de purificación se emplean básicamente operaciones de destilación y absorción en lecho frío.

### **2.9.4 Área De Reacción:**

#### **Producción de homopolímero y Copolímero Ramdon:**

La reacción se efectúa en fase gaseosa en un reactor de lecho fluidizado el cual se alimentan continuamente los reactantes y un catalizador especialmente desarrollado para la producción de polipropileno de excelente calidad.

El sistema de reacción consta de un reactor, un compresor y un enfriador. El reactor tiene aproximadamente 40 metros de altura y 4 metros de diámetro. El compresor mantiene en circulación continua los gases, succionando gases calientes del tope del reactor forzándolos a pasar a través de un enfriador para retornarlos por el fondo del reactor. El polipropileno sólido formado se descarga continuamente hacia el área de desgasificación.

### **2.9.5 Producción de Copolímero de Impacto:**

En la fabricación de estos productos intervienen dos (2) reactores instalados en serie. El sistema de reacción No. 2, al igual que el sistema de reacción No. 1, está compuesto de un reactor, un compresor y un enfriador. En el reactor No. 1 se produce Homopolímero a partir de Propileno y el catalizador. El Polipropileno formado se descarga continuamente al reactor No. 2 donde la reacción prosigue con una mezcla de propileno y etileno. El Copolímero así formado se descarga hacia el área de desgasificación.

### **2.9.6 Área De Desgasificación y Peletizado:**

El polipropileno descargado del reactor No. 1 y No. 2 llega al tanque receptor de producto acompañado de gases ricos en monómero (s), los gases se ventean hacia el sistema de recuperación y la resina pasa al tanque de purga de producto. En este tanque se purga con nitrógeno los pocos hidrocarburos que aun contiene el polipropileno. La mezcla Nitrogeno-hidrocarburos se ventean hacia la Tea donde son higiénicamente quemados evitando con ello contaminar el ambiente. La resina libre de hidrocarburos pasa al mezclador continuo donde se funde y mezcla con aditivos para ser luego peletizada.

El polipropileno peletizado se envía al área de Almacenamiento. Los aditivos son compuestos químicos que brindan al polipropileno características especiales de resistencia físico-químicas y se adicionan de acuerdo a la aplicación final a que se destine el producto.

### **2.9.7 Area De Recuperacion:**

Los gases venteados en el tanque receptor de productos son ricos en monomeros y es menester recuperarlos a fin de hacer más eficiente el proceso. Mediante compresión, enfriamiento y destilación, el Polipropileno venteadado se pasa de la

fase gaseosa a la líquida y se recircula a los reactores. Cuando se usa etileno, este se recircula hacia el sistema de reacción en estado gaseoso.

### **2.9.8 Area De Almacenamiento:**

El polipropileno peletizado se almacena en Silos y previa certificación en laboratorio de la calidad del producto, este se despacha a los clientes en alguna de las siguientes modalidades :

- Al granel en carro tolva.
- En super-sacos de 500Kgs.
- En bolsas de 25 Kgs.

## **2.10 Plantas y tecnología**

### **2.10.1 Capacidad**

Propilco cuenta en la actualidad con una capacidad de Producción de 320.000TM/A, donde se emplea dos plantas de producción con diferente tecnología:

#### **Planta 1**

**Tecnología:** Unipol PP

**Capacidad:** 140.000 tons./año

**Productos:** Homopolímeros, Copolímeros de Impacto y Copolímeros Random.



## **Planta 2**

**Tecnología:** Novolen

**Capacidad:** 180.000 tons./año

**Productos:** Homopolímeros y Copolímeros Random.

En la actualidad, Propilco está adelantando una ampliación de la capacidad de su Planta 1, que aumentará su producción en 60,000TM anuales. Se espera que dicha ampliación esté concluída para Abril de 2005.

### **2.10.2 Producción**

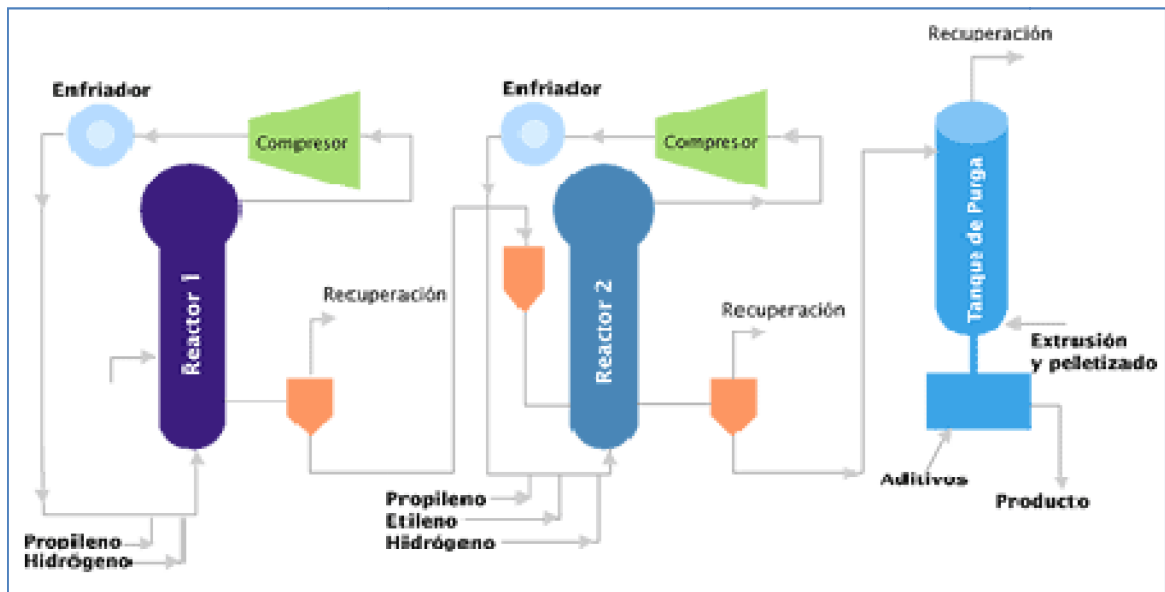
En términos generales, el polipropileno se obtiene gracias al proceso de polimerización del propileno bajo condiciones controladas de temperatura y presión en presencia de un catalizador.

El propileno se obtiene a través de diversas fuentes entre las cuales se destaca el petróleo como base común, el cual por medio de un sistema de destilación se separa el propileno de los demás subproductos.

Existen en la actualidad dos tecnologías para la polimerización del propileno: Fase Líquida y Fase Gaseosa.

Propilco en sus dos plantas emplea tecnología en fase gaseosa, la cual ha demostrado ser la más versátil para la fabricación de las diferentes familias de PP, por la excelente uniformidad del producto, simplicidad del diseño, alto grado de pureza y alta eficiencia.

Figura 2 Diagrama de flujo del proceso de Propilco.



Fuente: Manuales del proceso de Propilco

Este proceso utiliza un reactor al que se le alimenta el propileno, catalizador y un agente de selectividad para generar una reacción bajo condiciones controladas de presión y temperatura, que hacen posible el proceso de polimerización del monómero obteniéndose de esta forma el grado homopolimero. Para la fabricación de copolímeros es necesario además la adición de un segundo monómero (generalmente etileno) al cual reacciona con el propileno.

Una vez efectuada la reacción, la resina en forma sólida pasa a un sistema de desgasificación en donde una corriente de nitrógeno húmedo remueve los residuos de monómero y desactiva los residuos de catalizador.

Posteriormente la resina obtenida es aditivada con agentes antioxidantes que evitan su degradación y por agentes especiales de acuerdo con la aplicación final a la que este destinado el producto. Este proceso se hace simultáneamente con la operación de pelletizado que permite disponer del producto en forma de pellet que finalmente pasan al área de empaque.

### **2.10.3 Tecnología Planta 1- Unipol PP**

Combina la eficiencia de la tecnología de polimerización en fase gaseosa en lecho fluidizado con el desarrollo de catalizadores de última generación Ziegler/Natta de alta actividad. El polipropileno obtenido ofrece excelente balance de resistencia al impacto y rigidez, fácil procesabilidad, excelente transparencia y muy buenas propiedades de sellabilidad.

Entre las ventajas que ofrece nuestra planta con tecnología Unipol se destaca:

- Capacidad de producción de todos los Copolímeros de Impacto.
- Producción de Homopolímeros de altos solubles en xileno, lo que se traduce en productos con una amplia variedad de propiedades mecánicas
- Capacidad de producción de Copolímeros Random de alto Melt Flow en el reactor
- Menor consumo de catalizador y co-catalizadores que producen menor cantidad de metales residuales en el producto final.
- Mayor flexibilidad en el manejo de la extrusora a través de sistemas que favorecen la homogenización de la resina y la mezcla con los aditivos.
- Sistema flexible y de fácil control en la adición de catalizador hacia el reactor.

### **2.10.4 Tecnología Planta 2- Novolen PP**

Tecnología de polimerización en fase gaseosa en lecho agitado, cuyas ventajas más sobresalientes se destacan:

- Obtención de resinas de alta rigidez
- Obtención de resinas de alta transparencia.
- Excelente control de la granulometría del producto
- Proceso que permite la fabricación de terpolímeros

- Continuidad en la operación del reactor al tener mayor capacidad de almacenamiento de resina granular
- Sistema de transporte neumático y remoción de finos, que permite disminuir estos residuales en el producto terminado
- Optimización en el proceso de control de contaminaciones en el producto final a partir de la filtración de fluidos que se encuentran en contacto con el producto en proceso.
- Menor tiempo de preparación del reactor para el arranque de la reacción, lo que permite mayor producción.
- Disminución en las cantidades de producto de transición durante los cambios de resinas en la producción del PP, debido al menor volumen del reactor.

En todo proceso o industria manufacturera una de las prácticas necesarias para garantizar la eficiencia y calidad del producto son los requerimientos de control de calidad, es por ello que se hace casi indispensable un departamento o área que se encargue de esa labor y en cuya actividad se requiere observar la producción por medio de toma de muestras para luego ser analizadas y así ver el comportamiento de lo producido.

Aquí, solo nos queremos detener a conocer el proceso de fabricación del Polipropileno de la empresa PROPILCO S. A., conocer una de las pruebas de laboratorio que se realiza en el proceso de producción y estudiar específicamente la frecuencia de toma de muestra y la relación que tiene dicha frecuencia con la calidad de los datos para la toma de decisiones.

Entre los diferentes análisis que realiza el laboratorio para el control de calidad en la producción de polipropileno en Propilco S. A. tenemos:

- Índice de Fluidez (objeto de estudio)



- Solubles en Xilenos
- Granulometría
- Densidad aparente
- Tamaño promedio de los peles
- Medición de aditivos por medio de espectrofotometría de rayos X e infrarroja
- Cuantificación de partículas contaminantes (Conteos de Geles)
- Medición de Humedad
- Medición de gases volátiles
- Panel de olor

### 3. MARCO TEÓRICO Y REVISIÓN DE LITERATURA

La ASQC, American Society for Quality Control, define la calidad como “la totalidad de particularidades y características de un producto o servicio que inciden sobre su adecuación para satisfacer determinadas necesidades, es decir la calidad mide lo bien que un producto o servicio satisface las necesidades de los clientes. Las empresas reconocer que para ser competitivas en la economía globalizada actual, deben tener altos niveles de calidad. Como resultado de esto existe un mayor énfasis hacia métodos que permitan monitorear y mantener la calidad de los productos que se fabrican en una empresa.

El aseguramiento de la calidad define al sistema total de políticas, procedimientos y lineamientos establecidos por una organización para alcanzar y mantener la calidad. El control de calidad consiste en efectuar una serie de inspecciones y mediciones para determinar si se están cumpliendo las normas de calidad. Si estas no se cumplen, se deben emprender acciones consecutivas y/o preventivas para alcanzar y mantener el apego de las normas. Y para ello, las técnicas estadísticas son de mucha importancia para el control de calidad<sup>1</sup>.

A pesar de las normas estrictas de calidad en las operaciones de manufactura y producción, los equipos, las herramientas, se desgastan de manera invariable, las vibraciones obligan a que los ajustes de las máquinas varíen, los materiales pueden estar defectuosos y los operadores cometen errores, Cualquiera o todos estos factores pueden hacer que la producción sea de baja calidad. Afortunadamente se dispone de procedimientos para supervisar lo producido para que la mala calidad se detecte pronto y el proceso de producción se ajuste o se corrija sobre la marcha. El principal objetivo del control estadístico del proceso es determinar si las variaciones en el producto son por causas asignables (desgaste

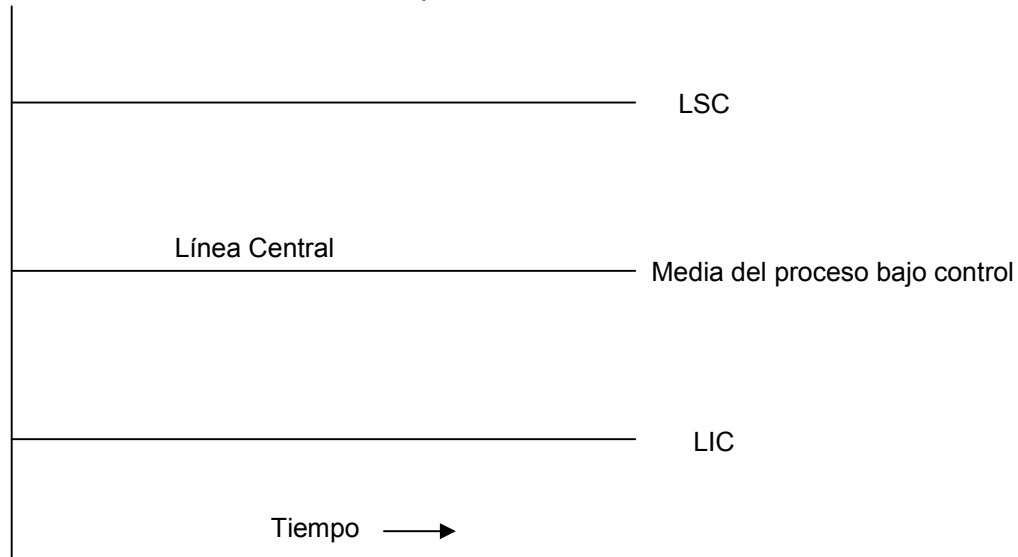
---

<sup>1</sup> SWEEMEY, Anderson William. Estadísticas para Administración y Economía. 7ª, edición. Editorial Edimed Internacional Thomsom Editores. México Pág. 843

de herramientas, malos ajustes de la maquinaria, materia prima de mala calidad o error del operador) o por causas comunes (variaciones aleatorias en los materiales, en la temperatura, humedad). Si se detectan causas asignables se considera que el proceso está fuera de control, por lo que se debe emprender una acción correctiva para regresar al proceso hacia un nivel de calidad aceptable. Si por el contrario la variación se debe a causas comunes, se considera que el proceso está bajo control estadístico, o simplemente bajo control, por lo que no son necesarios cambios o ajustes.

Una gráfica  $\bar{x}$ , mide la calidad del producto en función de una variable como longitud, peso, temperatura. Propilco en este caso ha tomado la decisión de continuar o ajustar el proceso de producción y se basa y ajusta solo con este tipo de gráfica de control para todas sus variables y en la media del valor determinado en una muestra del producto, ejemplo:

Gráfico 1: Gráfico de control de proceso



La línea central de la gráfica corresponde a la media del proceso, cuando éste está bajo control. La línea vertical representa la escala de medida de la variable de

interés. Cada vez que se toma una muestra de un proceso de producción se calcula un valor  $\bar{x}$ , la media muestral, y se grafica un punto que representa al valor de  $\bar{x}$ . Las líneas LSC y LIC determinan si el proceso está bajo o fuera de control (límite superior de control y límite inferior de control). Cuando el proceso está bajo control, existe una probabilidad de que el valor de  $x$  quede entre esos dos límites. Los valores fuera de los límites de control indican una fuerte evidencia estadística de que el proceso está fuera de control y que se deben emprender acciones correctivas.

Se tiene que la ubicación y los patrones de los puntos de una gráfica de control permiten determinar, con baja probabilidad de error, si un proceso está bajo control estadístico. Una indicación inicial de que puede estar fuera de control es que un punto de los datos esté fuera de los límites de control. No obstante existen ciertos patrones de los puntos que aún se encuentran dentro de los límites de control que permiten anticipar problemas de control de calidad, como cuando se observa que todos los puntos se encuentran dentro de los límites de control, pero una gran cantidad de ellos están en uno de los lados de la línea central. Este comportamiento puede indicar que existe un problema en el equipo, cambio de materiales o alguna otra causa asignable que provoque un desplazamiento de la calidad, razón por la cual se debe emprender una investigación cuidadosa del proceso de producción para determinar si ha cambiado la calidad. Otro patrón a vigilar en las gráficas de control es un desplazamiento gradual, o tendencia, al paso del tiempo. Si existen seis o siete puntos sucesivos que indiquen una tendencia creciente o decreciente, se hace necesario el análisis de ésta, aún cuando todos los puntos estén dentro de los límites de control.

“Las gráficas de control son de las herramientas más importantes y que más se utilizan en la estadísticas”. Se tienen algunos criterios para determinar cuando un proceso no es estadísticamente estable, entre ellos se tiene que:

- Existe un patrón, una tendencia o un ciclo que evidentemente no son aleatorios.
- Existe un punto fuera de la región entre los límites superior e inferior.
- Existen ocho puntos consecutivos por encima o debajo de la línea central.
- En un proceso estadísticamente estable, hay una probabilidad de 5% de que un punto esté por encima o por debajo de la línea central de manera que es muy poco probable que ocho puntos consecutivos aparezcan por encima o por debajo de la línea central (Regla de la Racha)

Una racha se define como una secuencia de valores muestrales, tres o más datos, con una característica en la que los valores obtenidos, que para este caso en particular son los datos de Índice de Fluidez, son iguales o caen en el mismo lado, por encima o por debajo de la media, de manera consecutiva y seguida por valores que no presentan esa característica. Así, se considera una racha la secuencia de  $k$  valores consecutivos superiores o iguales a la media muestral (o a la mediana o a la moda, o a cualquier otro valor de corte) siempre que estén precedidos y seguidos por valores inferiores a la media muestral (o a la mediana o a la moda, o a cualquier otro valor de corte).

El número total de rachas en una muestra proporciona un indicio de si hay o no aleatoriedad en la muestra. Un número reducido de rachas (el caso extremo es 2) es indicio de que las observaciones no se han extraído de forma aleatoria, los elementos de la primera racha proceden de una población con una determinada característica (valores mayores o menores al punto de corte) mientras que los de la segunda proceden de otra población. De forma idéntica un número excesivo de rachas puede ser también indicio de no aleatoriedad de la muestra.

Al hacer el contraste de significación se prueba la veracidad de una hipótesis denominada hipótesis nula, la cual es aquella que mediante un método analítico no está sujeto a errores sistemáticos. El término nulo se emplea para indicar que

no hay otra diferencia entre el calor observado y el conocido que lo atribuible a la variación aleatoria. Suponiendo que esta hipótesis nula es verdadera, la teoría estadística se puede emplear para calcular la probabilidad de que la diferencia observada (o una superior a ella) entre la  $\bar{x}$  (media muestral), y el verdadero valor  $\mu$  (media poblacional) se deba solamente a errores aleatorios. Cuanto más pequeña sea la probabilidad de que la diferencia observada ocurra por azar, menos probable será que la hipótesis nula sea verdadera. Normalmente la hipótesis nula se rechaza cuando la probabilidad de que dicha diferencia observada ocurrida por azar es menor que 1 en 20 veces (es decir, 0.05 o 5%). En este caso se dice que la diferencia es significativa al nivel 0.05 (ó 5%). Utilizando este nivel de significación se rechaza en promedio, la hipótesis nula, aunque sea de hecho verdadera, 1 de cada 20 veces. El nivel de significación se indica escribiendo la letra P (es decir la probabilidad = 0.05), y proporciona la probabilidad de rechazar una hipótesis nula cuando ésta es verdadera<sup>2</sup>.

A menudo se comparan dos métodos de análisis estudiando muestras de ensayo que contienen sustancialmente diferentes cantidades de analítico, para ello se analiza una cantidad determinada de lotes diferentes para ver si difieren los resultados obtenidos por los dos métodos.

Como siempre existe variación entre las medidas debida al error aleatorio de la medida. La diferencia entre lo analizado y los métodos pueden contribuir a la variación entre las medidas. Esto permite conocer si los métodos producen resultados significativamente diferentes. El contraste para separar dos medias puede no ser apropiado si no se separa la variación debida al método, dado que los efectos se “confunden”. Esta dificultad se soslaya observando la diferencia entre cada par de resultados dados por los dos métodos (d). Si no existen diferencias entre los dos métodos, entonces estas diferencias se obtienen de una

---

<sup>2</sup> MILLER, James N. y MILLER, Jan C. Estadística y Quimiometría para Química Analítica, Contrastes de Significación. Editorial Pearson Prentice Hall. 4ª edición Madrid 2002. Pág. 42 – 43.

población con media  $\mu_d = 0$ , siendo  $\mu_d$  el promedio de las diferencias de los dos métodos. Para probar la hipótesis nula, se prueba si  $d$  difiere significativamente de cero utilizando el estadístico  $t^3$ . En el análisis de la varianza, se tiene que en el trabajo analítico se suelen presentar a menudo comparaciones en las que intervienen más de dos medias. Algunas situaciones posibles de este tipo son la comparación de los resultados medios obtenidos de un analítico utilizando diferentes métodos, y compara la media de los resultados en una valoración obtenidos por diferentes operadores usando los mismos aparatos. En ello existen posibles fuentes de variación. Entre ellas, que se deba al error aleatorio en la medida, lo que provoca que se obtenga un resultado diferente, cada vez que se repite una medida bajo las mismas condiciones, o que esta se deba a lo que se conoce como factor controlado o de efecto fijo.

El análisis de varianza (ANOVA) es una técnica estadística que se utiliza para separar y estimar las diferentes causas de variación. Puede ser utilizado para separar la variación debida al error aleatorio de cualquier otra variación que venga provocada al cambiar el factor de control. De este modo se puede contrastar si una alteración del factor de control conduce a diferencias significativas entre los valores medios obtenidos. El ANOVA puede también ser utilizada en situaciones donde hay más de una fuente de variación aleatoria. Cuando las muestras se escogen al azar, la variación es aleatoria y a veces se conoce como "Factor de efecto aleatorio". Nuevamente se puede utilizar ANOVA para separar y estimar las fuentes de variación. Ambos tipos de análisis estadísticos donde hay un factor, ya sea controlado o aleatorio, además del error aleatorio de las medidas se conocen como ANOVA de un solo factor<sup>4</sup>.

En este tipo de diseño de experimento se considera de un sólo factor de interés el de la frecuencia de muestreo y el objetivo es comparar más de dos tratamientos con diferentes frecuencias de muestreo, con el fin de elegir la mejor alternativa

---

<sup>3</sup> *Ibíd.* p. 49.

<sup>4</sup> *Ibíd.* p. 58.

entre las varias que existen, o por lo menos para tener una mejor comprensión del comportamiento de la variable de interés en cada uno de los distintos tratamientos. En este caso el interés del experimentador se centra en comparar los tratamientos en cuanto a sus medias poblacionales, sin olvidar que también es importante compararlos en relación a sus varianzas y su capacidad actual y futura para cumplir con los requerimientos de calidad y productividad. La hipótesis fundamental a probar cuando se comparan varios tratamientos es:

$H_0: \mu_i = \mu_j = \dots = \mu_k = \mu \rightarrow$  donde  $i = 1, 2, 3, \dots, k$  y  $j = 1, 2, 3, \dots, k$

$H_1: \mu_i \neq \mu_j$  para algún  $i \neq j$

con la cual se quiere decidir si los tratamientos son iguales estadísticamente en cuanto a sus medias, contra la alternativa de que al menos dos de ellos son diferentes.

La estrategia natural para resolver este problema es obtener una muestra representativa de mediciones en cada uno de los tratamientos con base en las medias y varianzas muestrales, construir un estadístico de prueba para decidir el resultado de dicha comparación.

En caso de no rechazar  $H_0$ , se concluye que los tratamientos son iguales en cuanto a la media de cierta variable de salida de interés. En caso de rechazar  $H_0$  se acepta como verdadera la hipótesis alternativa  $H_1$ , que indica que al menos dos de los tratamientos son diferentes entre sí.

Es importante que las posibles diferencias entre los datos se deban principalmente al factor de interés, y no a otros factores que no se consideran dentro del experimento. Al existir éstos factores no controlables se estaría afectando sensiblemente las conclusiones.

El modelo a seguir en este caso en particular es el Diseño Completamente al Azar (DCA) cuya representación matemática es:



$$Y_{ij} = \mu + t_i + \varepsilon_{ij}$$

Donde  $Y_{ij}$  es la variable de salida o de interés que para el caso específico de este trabajo se refiere a la frecuencia de muestreo;  $\mu$  es la media poblacional que para el caso de este trabajo es la media obtenida con una frecuencia de muestreo dada,  $t_i$  es la medida del efecto al Índice de Fluidez debido al  $i$ -ésimo Frecuencia de muestreo y  $\varepsilon_{ij}$  es el error aleatorio dado en la frecuencia de muestreo dada.

## 4. INFORME DE INVESTIGACIÓN

### 4.1 Métodos Actuales para la Selección de la Muestra Utilizados en el Laboratorio de Propilco S. A.

Con el fin de tener una visión clara de la situación actual del proceso productivo y de la frecuencia de toma de muestra para sus análisis, se realizó un seguimiento de tipo observatorio, por un periodo de tiempo de un mes aproximadamente, en diferentes momentos del día, mañana, tarde y noche, con el propósito de ver el comportamiento de la frecuencia de la toma de muestra en diferentes situaciones, ver su variabilidad y a la vez poder interactuar con cada una de las personas involucradas y que hacen parte en todo el sistema.

Durante este tiempo se pudo observar algunos aspectos los cuales se describen a continuación y que serán analizados en detalle, más adelante:

- Durante el tiempo observado se noto que en la producción hay una gran variación de referencias producidas, es decir, a pesar que el proceso es continuo y que el cambio de producto o referencia se hace sobre la marcha, la producción de una referencia no dura mucho tiempo, escasamente de 30 a 40

horas donde la rata de producción es de 20 a 25 TM/hr., en otras palabras, por referencia se están haciendo de 700 a 1000 toneladas de producto en una línea de producción.

- Como la producción es continua, la transición en un cambio de referencia dura dos horas en el mejor de los casos, pero en muchas ocasiones esta transición puede durar cuatro y hasta cinco horas dependiendo de la complejidad de poner dentro de control aceptable las variables a controlar de la nueva referencia. Este producto que se genera en la transición y que es producto fuera de grado, es almacenado en unos silos aparte, para luego ser mezclado gradualmente con producto dentro de especificaciones en un proceso adicional o aparte y que genera unos gastos adicionales que será mayor o menor dependiendo de la cantidad de producto fuera de grado.
- La frecuencia de muestreo en una producción dentro de control, y así esta establecido en los procedimientos de operaciones, es normalmente cada dos horas, sin embargo muchas veces este muestreo aumenta a cada hora e incluso, a veces hasta cada media hora, dependiendo de la vulnerabilidad de salirse de control la referencia que se está elaborando. Este aumento de frecuencia en la toma de muestra, es considerado normal, durante las transiciones, por algunos supervisores de turno, por aquello que hay que hacer un seguimiento riguroso al proceso y así poder hacer cambio de silo lo antes posible.
- Durante los cambios de referencias (transición), que es donde mas se incrementa la frecuencia de muestreo y en donde se llega a realizar cada media hora, en ocasiones, se da el hecho que entre una muestra y otra, donde hay muy poco tiempo, no se ha terminado de hacer los análisis de la primera muestra cuando ya está llegando la siguiente. Esto es algo, que no siempre se da, sin embargo para algunos supervisores o grupos de turnos es muy

frecuente esta situación, argumentando que independiente al dato obtenido en el análisis, la muestra hay que tomarla y analizarla cada media hora por que se está en transición, por lo tanto, esto pone en evidencia que los datos son de poco aporte en la toma de decisión para el ajuste del proceso o que el ajuste de la variable en el proceso tarda mas de media hora en reflejarse en el producto, sin embargo el comentario común de los operadores de producción y analistas del laboratorio es: “El laboratorio son los ojos de producción, los resultados de los análisis son el factor principal a la hora de tomar decisiones para el ajuste del proceso producción”.

Una vez realizado el proceso observatorio en la cual, con el fin de poseer una visión más amplia de la situación actual, se procede a obtener información por medio de entrevistas, al personal encargado del proceso, supervisor de turno, quien es la persona responsable en la toma las decisiones del proceso.

El área de producción la conforma un personal dividido en cuatro grupos, los cuales están tres laborando en turnos de 8 horas y uno está en descanso y cada uno de los grupos es liderado por un supervisor. A éstos se les realiza la entrevista, con las mismas preguntas, es decir, el número y tipo de preguntas fueron las mismas para los cuatro supervisores. Dirigiendo éstas al campo objeto de este trabajo, con el fin de conceptualizar de una manera clara el o los métodos actuales de selección de la muestra.

Para una mayor facilidad en el entendimiento y seguimiento de cada una de las preguntas formuladas, se detallara de una manera continua la respuesta de cada uno de los entrevistados.

En ellas se observa que los supervisores varían el tiempo de toma de muestra de 2 horas a 1 e incluso cada media hora, cuando el producto se encuentra en transición y éste se sale de control o está fuera de las especificaciones. Todos son

conscientes del incremento de los costos que esta frecuencia de muestras genera para la empresa, pero consideran que los gastos son mínimos en comparación con los que se generaría si se sacarían toneladas de productos, fuera de las especificaciones; que además de ello, estos costos se encuentran incluidos dentro de los procesos de producción y en ellos está establecida la posibilidad de incrementar la frecuencia. El criterio por el cual se cambia la frecuencia, es por que la frecuencia de muestras cada media o una hora, es porque esto genera mayor confiabilidad y por ser necesario cada vez que el producto se encuentra fuera de grado o no cumple con las especificaciones. Esto se puede observar mejor en la tabla 1, donde se muestra el resultado de la entrevista realizada a cada uno de los supervisores de la empresa.

Tabla 1. Resultado de entrevistas

¿Cuál es la frecuencia de toma de muestra para los análisis de la producción y cuál es la razón de la misma			
SUPERVISOR 1	SUPERVISOR 2	SUPERVISOR 3	SUPERVISOR 4
<p>Actualmente y de acuerdo al procedimiento establecido para la toma de muestra para laboratorio, la frecuencia es de cada 2 horas para una corrida sumamente estable, sin embargo si la producción se sale de rango de control, esta frecuencia puede aumentar a cada hora e incluso a cada media hora si es posible. La razón por la que se ha establecido así es porque quedo como herencia de Unipol, empresa norteamericana que vendió la tecnología, llamada hoy día Dow Chemical Company.</p>	<p>La gente del laboratorio se demora mucho para tirar los datos y yo necesito estar seguro de mi proceso, por eso, si es necesario, yo mando muestra cada hora. Cuando estamos en un producto fácil entonces pongo muestra cada dos horas y si estamos en un producto complicado mando muestra cada media hora. La razón? Es porque no puedo sacar producto fuera de especificaciones</p>	<p>Normalmente las muestras las mandamos cada dos horas, sin embargo cuando la cosa se complica las pongo cada hora y si es posible cada media hora para tener un mejor seguimiento de lo que está pasando en el proceso. Como es sabido no nos podemos dar el lujo de sacar material fuera de especificaciones, así es que cuando empieza a salir datos en rojo o cuando estamos en una transición, lo que hago es que pongo el muestreo cada media hora con el objetivo de ver el comportamiento del proceso más de cerca mientras el producto off grade (fuera de grado) lo enviamos a otro silo, una vez empieza a salir producto bueno, cambiarnos de silo rápidamente. Con las muestra cada media hora me aseguro de tener menos producto fuera de especificaciones.</p>	<p>El personal del laboratorio se queja mucho del trabajo y a veces hay que castigarlos, por eso mando muestras cada media hora si es posible, además, yo no puedo sacar producto fuera de grado y entre más seguido tengo el muestreo mejor observo el proceso y así tomo decisiones más acertadas y rápidas.</p>

Continuación tabla 1.

¿Usted es consciente de los costos que acarrea el sobre muestreo innecesario?			
SUPERVISOR 1	SUPERVISOR 2	SUPERVISOR 3	SUPERVISOR 4
Claro que sí, pero es más económico llevar una muestra al laboratorio que sacar unas toneladas de producto malo por falta de datos, además, si la gente del laboratorio no se le lleva muestra, ¿entonces que hacen?	Los costos de los análisis están incluidos en los costos de producción y eso incluye la posibilidad o la necesidad de tener que repetir un ensayo y/o aumentar la frecuencia de muestreo, por lo tanto no creo que eso le afecte a la empresa	Si, los costos se incrementan un poquito, sin embargo eso debe ser transparente ya que si consideramos cuánto vale un kilogramo de POLIPROPILENO fuera de grado vemos que el costo del análisis es insignificante.	Claro que soy consciente, cada vez que mandamos una muestra al laboratorio sabemos que estamos incrementando los costos de operación en el producto final, sin embargo ese monto es insignificante frente a los costos generados si llegamos a sacar unos kilos de producto fuera de grado. Yo prefiero mandar las muestras que sean necesarias con tal de asegurarme en sacar producto bueno o dentro de especificaciones.

Continuación tabla 1.

El procedimiento establece que el muestreo de la producción debe hacerse cada dos horas. ¿Bajo qué criterios se cambia esta frecuencia?			
SUPERVISOR 1	SUPERVISOR 2	SUPERVISOR 3	SUPERVISOR 4
<p>Cuando el producto está dentro de especificaciones la frecuencia de muestreo se debe hacer cada dos horas, como lo dice el procedimiento, sin embargo en un cambio de referencia, el cual se hace sobre la marcha, hay un lapso de tiempo en el que sacamos producto fuera de grado, es decir, no cumple con las especificaciones ni del producto saliente ni del producto entrante y mientras estamos en esa etapa tenemos que aumentar la frecuencia de muestreo para ver lo más rápido posible cuando estamos dentro de especificaciones en la nueva referencia. Hay que recordar que el producto en transición es considerado producto fuera de grado.</p> <p>Por otro lado, cuando por cualquier circunstancia en medio de la corrida una de las variables del proceso se sale de control y los datos del laboratorio muestran producto fuera de grado, entonces se aumenta la frecuencia de muestreo con el fin de ver lo más rápidamente cuando entra en control el proceso y se incluye el producto dentro de especificaciones.</p>	<p>Cada vez que salen datos en rojo en el laboratorio, es decir, producto fuera de especificaciones. El muestreo se coloca cada dos horas si el producto está ok, pero si se sale de rango hay que colocarlo cada hora o cada media hora si es necesario para ver más de cerca en qué momento se retoma el control y esto aplica para las únicas dos razones en las se saca producto fuera de rango... Cuando estamos en transición por un cambio de referencia o por que por alguna razón las variables del proceso se descontrolan reflejándose en el producto.</p>	<p>Existen dos razones básicas por la que producimos material fuera de especificaciones: Cuando estamos en una transición, es decir, pasamos de una referencia a otra o cuando por alguna circunstancia los controles del proceso se alteran y esto se refleja en el producto. Cada vez que hacemos producto fuera de especificaciones, tenemos que muestrear cada hora o si es el caso cada media hora.</p>	<p>Cada vez que el producto este fuera de especificaciones hay que aumentar la frecuencia del muestreo y el criterio es porque con datos más seguidos mientras que el producto este fuera, menos material tendremos fuera de grado.</p>

Continuación tabla 1.

¿En qué momento y bajo qué criterios se restablece la frecuencia de muestreo a lo establecido en el procedimiento?			
SUPERVISOR 1	SUPERVISOR 2	SUPERVISOR 3	SUPERVISOR 4
<p>Cuando el producto entra en rango yo espero dos o tres datos más y si muestran estabilidad, entonces disminuyo la frecuencia y la coloco cada dos horas.</p>	<p>Una vez los datos empiezan a dar dentro de especificaciones yo mantengo la frecuencia por unos cuatro o cinco datos más y si muestran estabilidad, entonces me paso a cada dos horas.</p>	<p>Eso depende, si es un material muy crítico, es decir, sensible a cualquier cambio, lo dejo con alta frecuencia de muestreo por un buen rato, a veces todo el turno aunque este dentro de especificaciones, pero si es un producto dócil, fácil de hacer, entonces una vez entre en especificaciones muestreo unos cinco o seis datos más con alta frecuencia y si muestran estabilidad lo normalizo a lo establecido en el procedimiento.</p>	<p>Cuando estamos pasando de un producto a otro y los datos muestran que el proceso está dentro de rango del producto objetivo, yo espero dos datos más si la entrada fue gradual, pero si la entrada fue brusca, es decir, con saltos bruscos espero unos tres o cuatro datos mas aunque los datos estén dentro de rango pero inestables. La idea es disminuir la frecuencia cuando los datos muestren estabilidad.</p>



## 4.2 Análisis de los resultados

Para obtener una información más clara y de observar el comportamiento del proceso productivo con relación a la frecuencia de muestreo, se analizarán los datos de una referencia (Polipropileno referencia 03H82) producida en la planta durante todo el año 2008, es decir, del libro de control de proceso donde el laboratorio reporta los resultados de los análisis, que para este estudio el análisis escogido es el Índice de Fluidéz, se tomará un determinado número de corridas producidas durante del año 2008. En este caso fueron escogidas en forma aleatoria 5 corridas (enero, febrero, marzo, abril, octubre).

Una corrida se define como la cantidad de producto de una referencia determinada, que se fabrica de manera continua y sin interrupción alguna.

La razón por la cual se escogió la referencia 03H82 es porque es la que más se produce, la más estable y fácil de controlar y por ende se espera que la frecuencia de muestreo para su análisis sea igualmente estable y conlleve al cumplimiento del procedimiento de toma de muestra que actualmente se tiene. Para Propilco esta referencia es considerada como guía para las otras referencias en su comportamiento.

El Índice de Fluidéz, es la cantidad de masa en gramos de producto (muestra de Polipropileno) que pasa por orificio de diámetro constante, con un empuje o fuerza constante y a una temperatura constante, en un tiempo de 10 minutos y su unidad de medición es "gr/10min"

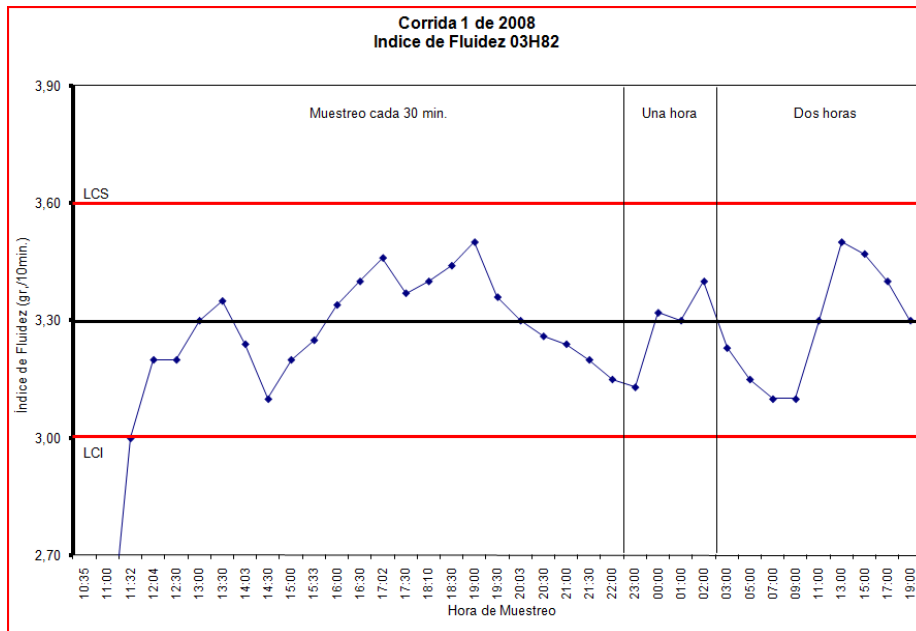
La medida de Índice de Fluidéz es una medida indirecta del tamaño de las cadenas de polímero (Polipropileno), es decir, entre mayor sea el valor de Índice

de Fluidez, más pequeño es el tamaño de la cadena de polímero y es por eso que pasa más cantidad de muestra por el orificio.

Los supervisores de grupo, quienes son los responsables del proceso, deberían apegarse al procedimiento que está establecido para la toma de muestra, cumplir con la frecuencia que establece el procedimiento, y solo aumentar la frecuencia de muestreo en la etapa de transición y/o cuando el proceso está fuera de control.

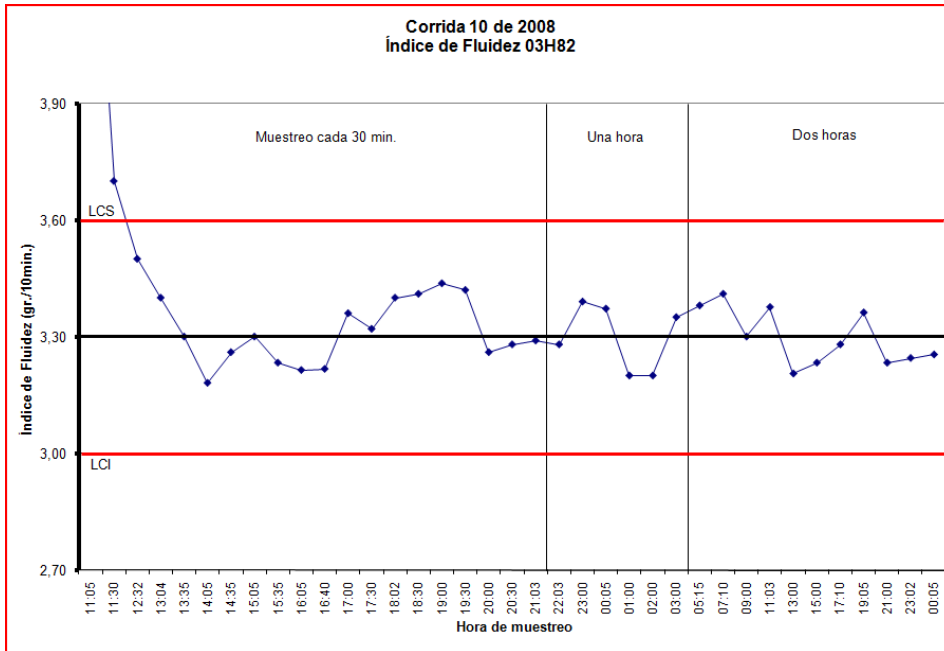
Durante el año 2008 la referencia 03H82 se produjo 35 veces (corridas) de las cuales, después de hacer un cálculo del tamaño de la muestra para variables dicotómicas con población finita (35), se tomaron para este estudio 18 corridas (muestras) y así observar el comportamiento de la producción y la frecuencia de muestreo utilizada en cada corrida. El comportamiento de corridas de 03H82 producidas durante el año 2008 las cuales podemos a través de algunas gráficas tomadas del muestreo las cuales presentamos a continuación:

Gráfica 2. Corrida 1 de 2008.



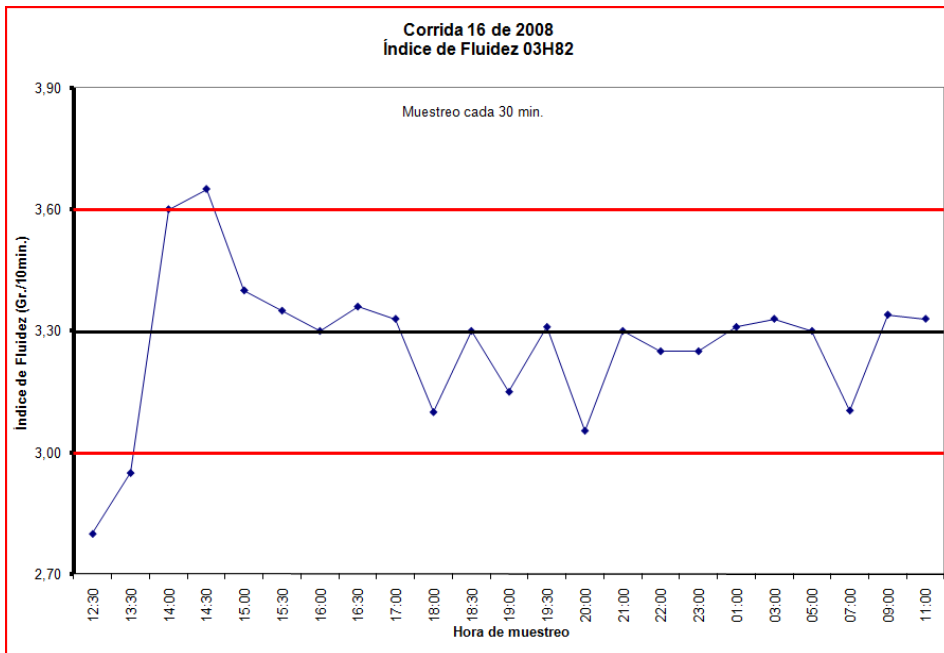
Fuente: Libro de Control de Proceso. Propilco (Ver datos en Anexo1)

Gráfica 3. Corrida 10 de 2008.



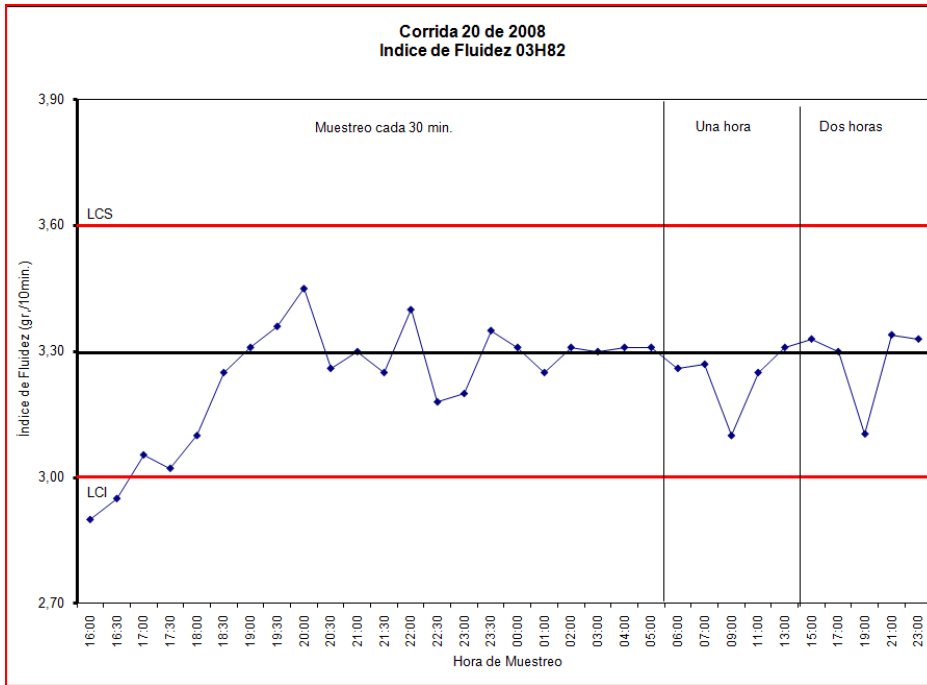
Fuente: Libro de Control de Proceso. Propilco (Ver datos en Anexo2)

Gráfica 4. Corrida 16 de 2008.



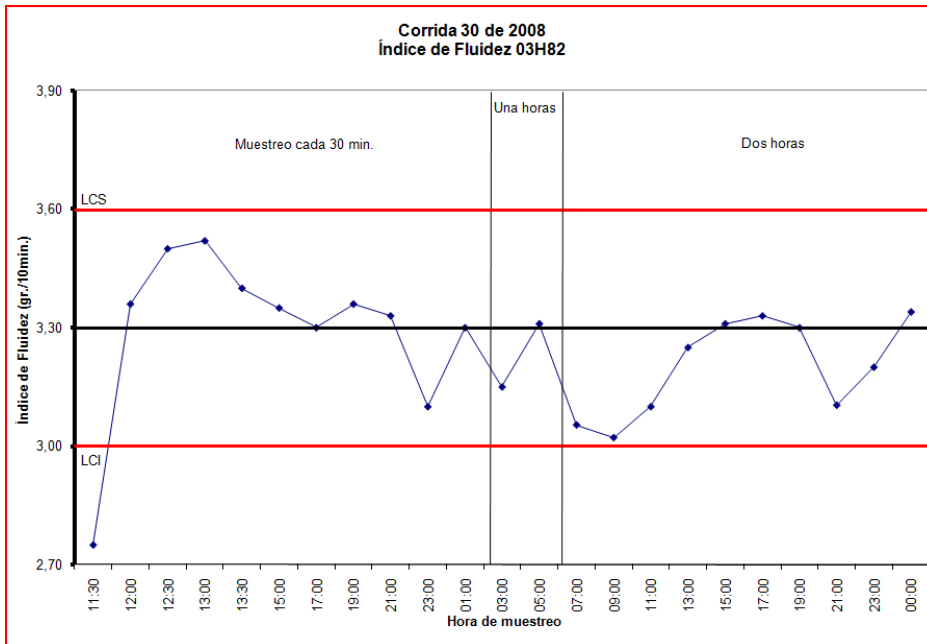
Fuente: Libro de Control de Proceso. Propilco (Ver datos en Anexo3)

Gráfica 5. Corrida 20 de 2008.



Fuente: Libro de Control de Proceso. Propilco (Ver datos en Anexo4)

Gráfica 6. Corrida 30 de 2008.



Fuente: Libro de Control de Proceso. Propilco (Ver datos en Anexo5)

El valor ideal determinado en la muestra del producto es de 3.3, la cual es la media de la muestra y sus límites se encuentran establecidos entre 3.6 gr/10min (LCS) y 3.0 gr/10min (LCI).

En todas las gráficas anteriores mostradas se puede observar que el proceso cuando viene de la producción de otra referencia hacia la referencia 03H82 y con frecuencia de muestreo de cada media hora por que se está en etapa de “transición”, el Índice de Fluidez una vez entra en rango, se mantiene bajo control, con lo cual se debería retornar a una frecuencia de muestreo de cada dos (2) horas después de la tercera muestra dentro de rango.

Nótese que la frecuencia más utilizada, para la toma de muestras mediante el proceso de producción, es de cada media hora.

Para saber si la frecuencia de muestreo para el análisis de Índice de Fluidez tiene una influencia significativa, se procedió a realizar el análisis estadístico ANOVA. Para ello, se utiliza el software estadístico Statgraphics Centurion, planteando el ejercicio a seguir:

- Factor de Interés: Frecuencia de muestreo.
- Niveles del factor: “1/2 hr.” ; “1 hr.” ; “2 hrs.” (3 niveles K=3)
- Variable de Interés: Y = Índice de Fluidez
- Réplicas por nivel:  $n_{1/2 \text{ hr}} = 71$  ;  $n_{1 \text{ hr}} = 10$  ;  $n_{2 \text{ hrs}} = 35$

Hipótesis Nula  $H_0$ : La frecuencia de muestreo influye en el análisis de Índice de Fluidez.

Hipótesis Alternativa  $H_1$ : La frecuencia de muestreo no influye en el análisis de Índice de Fluidez.

Modelo a seguir: Diseño Completamente Aleatorio (DCA)

$$Y_{ij} = \mu + t_i + \varepsilon_{ij}$$

Donde  $Y_{ij}$  es el Índice de Fluidez ;  $\mu$  es la media poblacional de la corrida de 03H82 ;  $t_i$  es el efecto del i-ésimo tratamiento y  $\varepsilon_{ij}$  es el error aleatorio.

Los resultados se analizan con Statgraphics obteniéndose lo siguiente:

Tabla 2 ANOVA para Índice de Fluidez por Frecuencia Muestreo

Fuente	Suma de Cuadrados	GI	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre frecuencias de muestreo	0,0305063	2	0,0152532	1,50	0,2237
Dentro de una frecuencia de muestreo	4,37508	431	0,010151		
Total	4,40558	433			

La tabla ANOVA descompone la varianza de Índice de Fluidez en dos componentes: un componente entre las diferentes frecuencias de muestreo y un componente dentro de una misma frecuencia de muestreo. La razón-F, que en este caso es igual a 1,50, es el cociente entre el estimado entre frecuencias de muestreo y el estimado dentro de una frecuencia de muestreo. Puesto que el valor-P de la razón-F es mayor que 0,05, no existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de Índice de Fluidez entre un nivel de Frecuencia Muestreo y otro, con un nivel del 95,0% de confianza, por lo tanto se rechaza la hipótesis nula, es decir, la frecuencia de muestreo entre grupos no influye en el Índice de Fluidez.

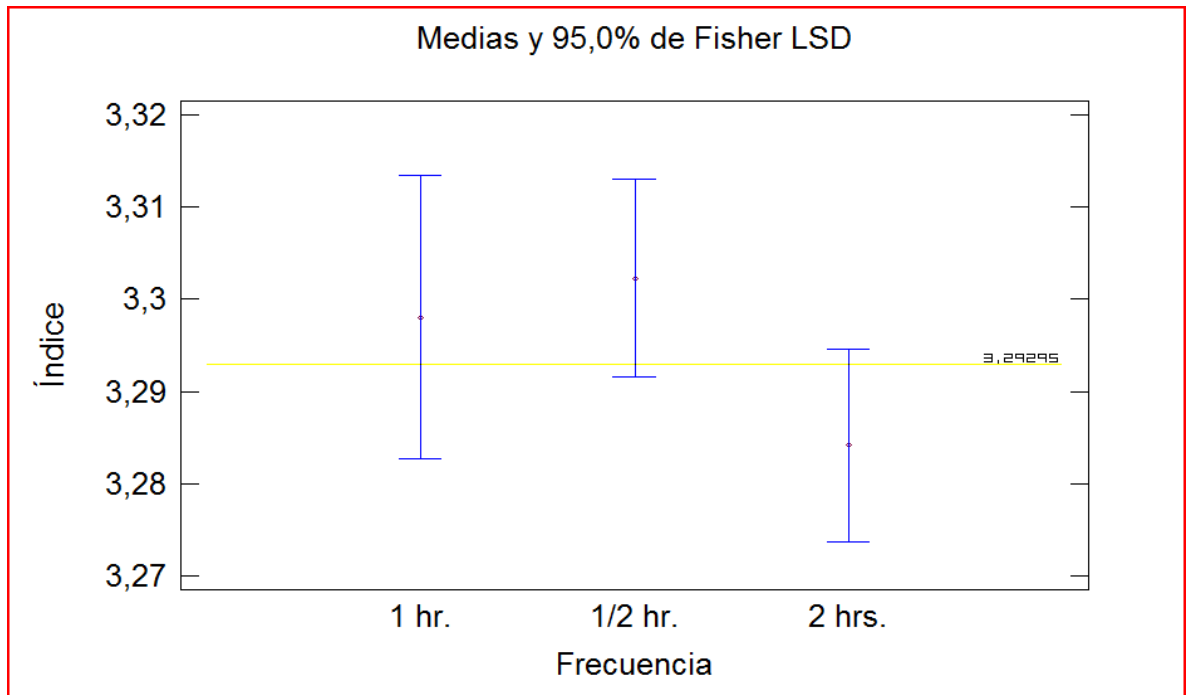
Tabla 3: Cálculo de Medias para Índice de Fluidez por frecuencia de muestreo con intervalos de confianza del 95,0%

<b>Frecuencia</b>	<b>Casos</b>	<b>Media</b>	<b>Error Est. (s agrupada)</b>	<b>Límite Inferior</b>	<b>Límite Superior</b>
1 hr.	83	3,29807	0,01105900	3,2827	3,31344
1/2 hr.	171	3,30228	0,00770471	3,29157	3,31299
2 hrs.	180	3,28417	0,00750962	3,27373	3,2946
Total	434	3,29396			

Esta tabla muestra la media de Índice de Fluidez para cada nivel de Frecuencia de muestreo. También muestra el error estándar de cada media, el cual es una medida de la variabilidad de su muestreo. El error estándar es el resultado de dividir la desviación estándar mancomunada entre el número de observaciones en cada frecuencia de muestreo. La tabla también muestra un intervalo alrededor de cada media. Los intervalos mostrados actualmente están basados en el procedimiento de la diferencia mínima significativa (LSD) de Fisher. Están contruidos de tal manera que, si dos medias son iguales, sus intervalos se traslaparán un 95,0% de las veces.

Lo anterior lo podemos corroborar con el gráfico de medias y 95.0% de Fisher LSD (Diferencia Mínima Significativa) y gráfico de caja y bigote:

Gráfico 7: Gráfico de medias y 95% de Fisher LSD

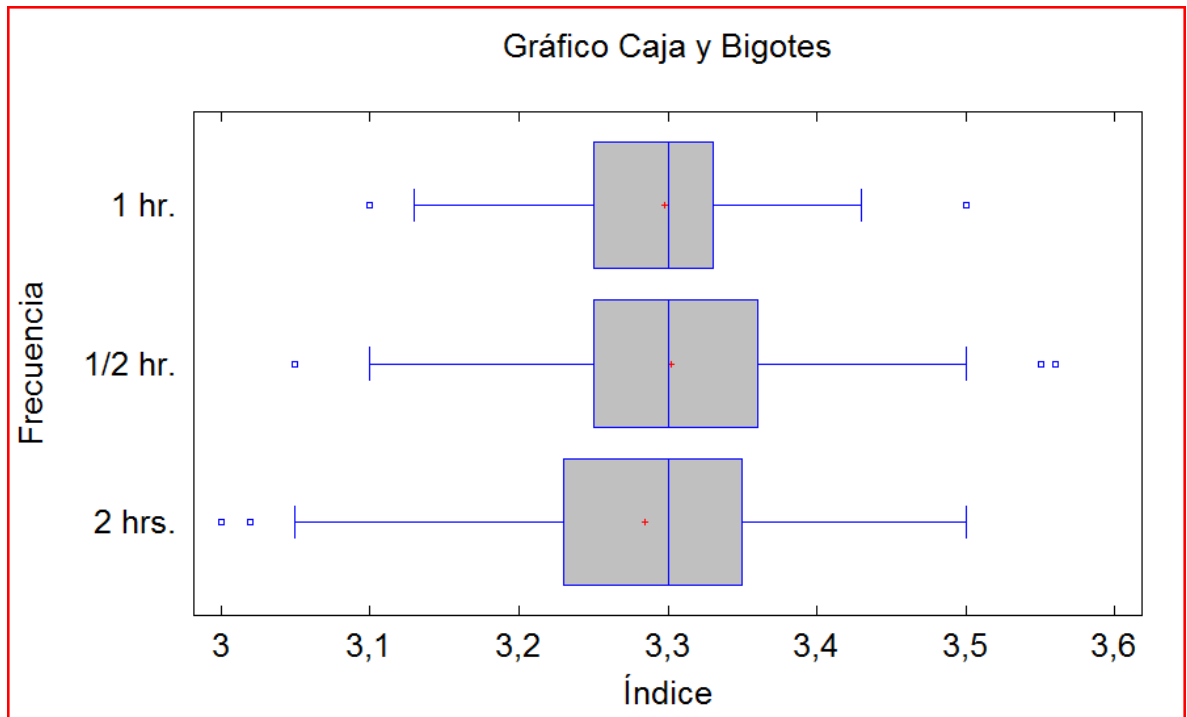


Fuente: Resultado del diseño corrido en el Software Statgraphics Centurion

En la anterior gráfica podemos apreciar que las tres frecuencias de muestreo son estadísticamente iguales, puesto que línea amarilla cruza los tres rangos LSD de Fishes.



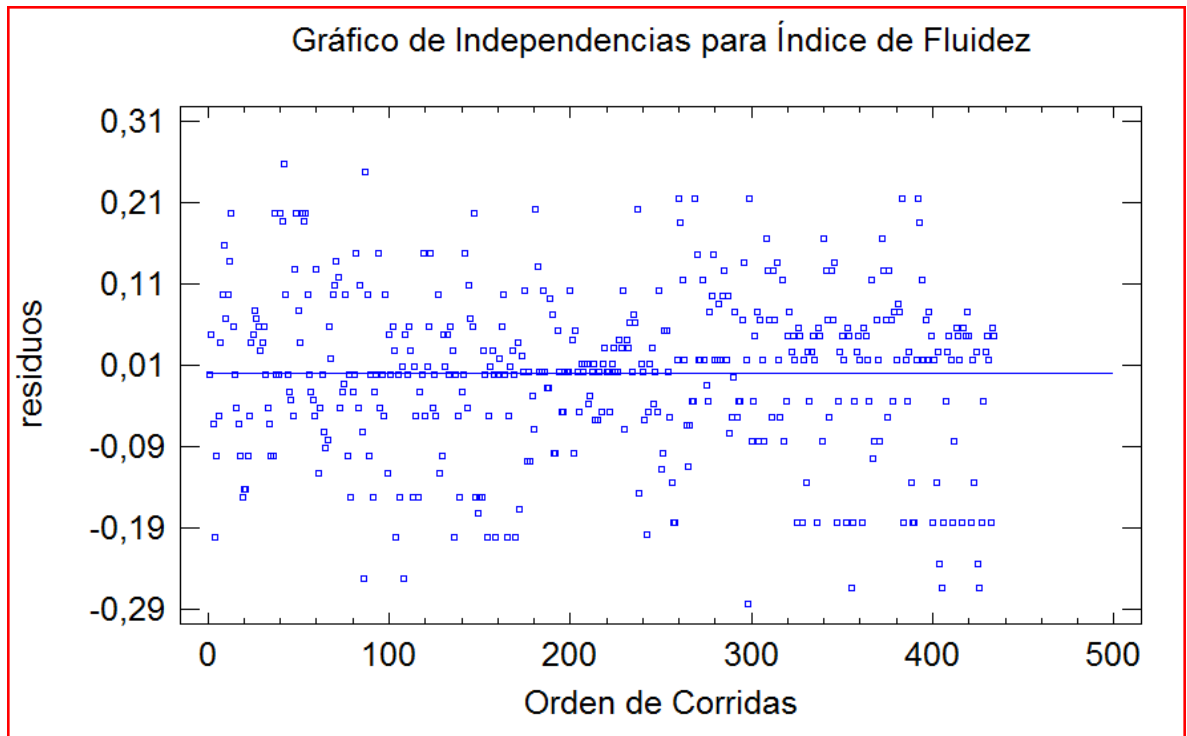
Gráfico 8: Gráfico Caja y Bigotes



Fuente: Resultado del diseño corrido en el Software Statgraphics Centurion

En el gráfico de caja y bigotes, igualmente podemos observar que las tres variables, frecuencia de muestra, son estadísticamente iguales, puesto que las tres cajas se colocan una encima.

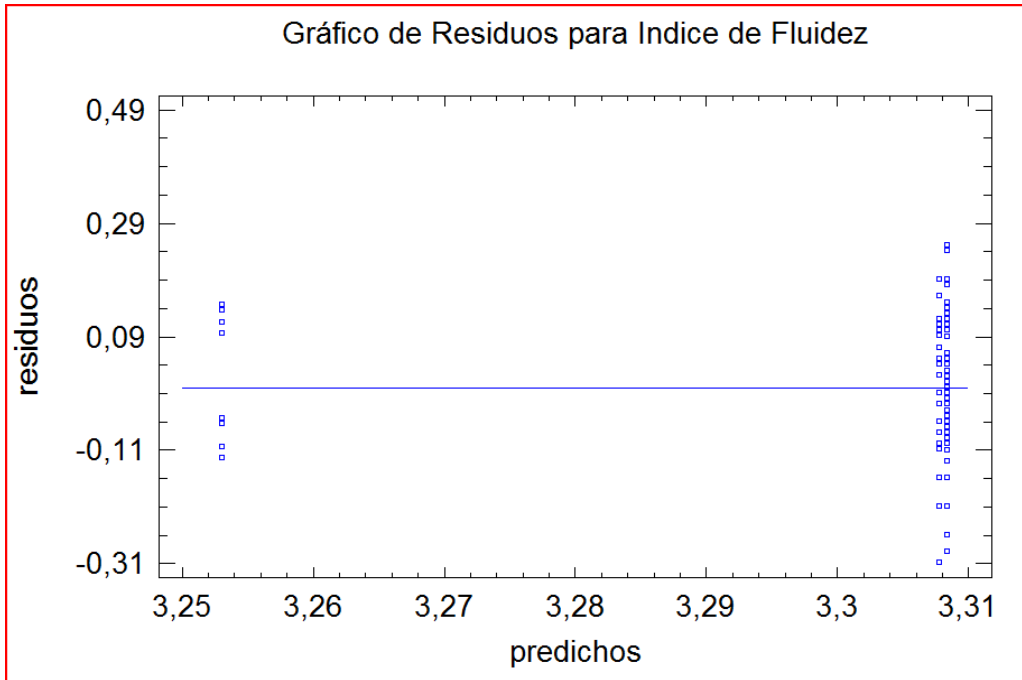
Gráfico 9: Gráfico de Residuos vs. Corridas



Fuente: Resultado del diseño corrido en el Software Statgraphics Centurion

Con este gráfico podemos observar que los datos están distribuido de manera homogénea alrededor de la línea horizontal, lo cual confirma el supuesto de independencia de cada uno de los datos de Índice de Fluidez.

Gráfico 10: Gráficos de Residuos contra predichos



Fuente: Resultado del diseño corrido en el Software Statgraphics Centurion

Con este gráfico se confirma el supuesto de igual varianza para cada una de las frecuencias de muestreo, puesto que los datos se distribuyen a cada extremo de la línea central.

Adicionalmente se realizó la prueba de verificación de varianza con el estadístico prueba de Bartlett en donde se dan como hipótesis lo siguiente:

Hipótesis Nula  $H_0$ : La varianza de los datos para las diferentes frecuencias de muestreo son iguales.

Hipótesis Alternativa  $H_1$ : La varianza de los datos para las diferentes frecuencias de muestreo son desiguales.

El resultado obtenido en el software para la verificación de la varianza de acuerdo a la prueba de Bartlett es:

Tabla 4: Verificación de Varianza

	<i>Prueba</i>	<i>Valor-P</i>
Prueba de Bartlett	1,00064	0,965506

Fuente: Resultado del diseño corrido en el Software Statgraphics Centurion

El estadístico mostrado en esta tabla evalúa la hipótesis de que la varianza de Índice de Fluidez dentro de cada uno de los 3 niveles de Frecuencia de Muestreo es la misma. De particular interés es el valor-P. puesto que es mayor o igual que 0,05, por lo tanto no existe una diferencia estadísticamente significativa entre las varianzas de las diferentes frecuencias de muestreo, con un nivel del 95,0% de confianza.

Pruebas de Múltiple Rangos para Índice de Fluidez por Frecuencia Muestreo

Tabla 5: Método Tukey HSD 95,0%

<b><i>Nivel</i></b>	<b><i>Casos</i></b>	<b><i>Media</i></b>	<b><i>Grupos Homogéneos</i></b>
1 hr	10	3,253	X
2 hr	35	3,30771	X
1/2 hr	71	3,30831	X
<b><i>Contraste</i></b>	<b><i>Sig.</i></b>	<b><i>Diferencia</i></b>	<b><i>+/- Límites</i></b>
1 hr - 1/2 hr		-0,0553099	0,094007
1 hr - 2 hr		-0,0547143	0,0997974
1/2 hr - 2 hr		0,000595573	0,0574826

Fuente: Resultado del diseño corrido en el Software Statgraphics Centurion

Esta tabla aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. No hay diferencias estadísticamente significativas entre cualquier par de medias, con un nivel del 95,0% de confianza. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia honestamente significativa (HSD) de Tukey. Este método se aplica cuando se quieren comparar todos los pares de medias de índice de fluidez, para este caso, de los diferentes tratamientos o niveles de frecuencia de muestreo. Con este método hay un riesgo del 5,0% al decir que uno o más pares son significativamente diferentes, cuando la diferencia real es igual a 0. cada nivel no es el mismo.

El análisis de varianza (ANOVA) realizado a los datos de media hora, una hora y dos horas, muestra en todos los casos que no hay una diferencia estadísticamente significativa al comparar cada una de las pruebas obtenidas con el software Statgraphics

### **4.3 Diseño del protocolo soportado estadísticamente para la selección de muestras en el proceso de producción**

Con base en los resultados obtenidos y en el procedimiento que actualmente tiene Propilco S. A. para la toma de muestra, se realizó una actualización de éste, en la cual se determina la frecuencia de muestreo soportado estadísticamente. Este diseño se realizó partiendo de la base del procedimiento ya establecido y actualizando el punto 2 donde se especifica el alcance del procedimiento, agregándole el soporte estadístico (Anexo 1). Lo anterior es debido a que en dicho procedimiento existente se describe más que todos los pasos operacionales a seguir para maniobrar los equipos, tubería, válvula, etc. que intervienen en la toma de muestra en el proceso.

## CONCLUSIONES

Propilco S. A. actualmente tiene un protocolo o procedimiento para la toma de muestra del proceso para sus análisis en el laboratorio y en la que tienen establecido una frecuencia de muestreo de cada dos horas, sin embargo no tiene un soporte fundamentado con algún tipo de estudio que sustente que la frecuencia establecida es la adecuada, adicional a esto en la practica la frecuencia de muestro no es la establecida en el procedimiento actual, es por ello que se dio la necesidad de diseñar un protocolo soportado estadísticamente para la selección de las muestras en el proceso de producción.

Dicho estudio nos llevo a desarrollar unas entrevistas con el personal involucrado y realizar unas observaciones directas de la situación actual que permitieran conocer más de cerca el proceso actual de la empresa en este aspecto. En éstas actividades se pudo establecer que las muestras están siendo tomadas de acuerdo al criterio de cada supervisor, prevaleciendo entre ellos, la toma de muestras cada media hora, que según el criterio propio de cada supervisor, es mejor generar una mayor confiabilidad a partir de una alta frecuencia de muestreo, aunque se incrementen los costos de producción, los cuales consideran mínimos en comparación con los que se generarían al tener que desechar toneladas de productos, sin embargo esto no está soportado con algún tipo de estudio.

Para la investigación, se escogió un solo producto o referencia, el 03H82 y el análisis Índice de Fluidez, para un mejor análisis de las corridas, éstas fueron organizadas por la frecuencia en las cuales se tomaron las muestras, quedando así: cada media hora, cada hora y cada dos horas, pudiéndose observar que la frecuencia más utilizada es la de cada media horas.

Para determinar, la influencia que tiene el tiempo o la frecuencia de muestreo en el proceso se procedió a realizar el análisis estadístico, para lo cual se utilizó el software estadístico Statgraphics Centurion, que realiza análisis estadístico avanzado.

Finalmente, se concluye que la frecuencia en el tiempo de muestreo, no influye significativamente el análisis del Índice de Fluidez, rechazando la hipótesis Nula (La frecuencia en el tiempo de muestreo Influye en el análisis de Índice de Fluidez), así como tampoco influye en la varianza de los datos organizados por frecuencia de muestreo, hecho evidenciado con el test de Bartlett (tabla 4).

Además, en el tiempo de muestreo de dos horas el Error estándar es menor que en los otros dos tiempo de muestro (ver tabla 3), lo que evidencia una pérdida de tiempo e incremento de costos innecesarios si se realizan frecuencia de muestreo cada hora o cada media hora.



## RECOMENDACIONES

Basados en la investigación, realizada las conclusiones, a continuación se sugiere:

- Dado que en las pruebas anteriores se pudo demostrar que existe igual comportamiento del proceso tomando muestra a diferentes frecuencias en el tiempo, se sugiere cumplir a cabalidad la frecuencia de toma de muestra de cada dos horas establecida en el procedimiento.
- Se sugiere socializar entre los supervisores de turno en Propilco y el personal directivo en general, el estudio estadístico realizado en este trabajo con el fin de concientizarlos más en relación a la frecuencia de muestreo.
- Se sugiere realizar a futuro otro tipo de estudios, tipo cohortes que permitan hacer una seguimiento con un mayor número de muestras a mayor tiempo .

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

MONTGOMERY, Douglas C. Control Estadístico de la calidad. Editorial Limusa Wiley, 2004. México. 3ª edición.

MILLER, James N. y MILLER, Jan C. Estadística y Quimiometría para Química Analítica, Contrastes de Significación. Editorial Pearson Prentice Hall. 4ª edición Madrid 2002. Pág. 42 – 43.


SWEEMEY, Anderson William. Estadísticas para Administración y Economía. 7ª, edición. Editorial Edimed Internacional Thomsom Editores. México Pág. 843

TRIOLA, Mario F. Estadísticas. 9ª edición. Editorial Pearson Educación. México, 2004. Pág. 704 – 705

LIBRO DE REGISTRO DE DATOS DE ANÁLISIS DEL LABORATYORIO DE PROPILCO S. A., Analistas de turnos, Cartagena, Colombia 2008.

## ANEXOS

Anexo 1: Protocolo para la toma de muestra.

	PROTOCOLO PARA LA TOMA DE MUESTRAS DE RESINA PRODUCIDA EN EL REACTOR EN FORMA MANUAL	
	NÚMERO:	REVISIÓN No.:

### 1. OBJETIVO

Establecer los pasos a seguir para la toma de muestras de resina producida en el reactor en forma manual.

### 2. ALCANCE

Este procedimiento sólo se aplica para la toma de muestras de resina producida en el reactor en forma manual y solo debe realizarse con una frecuencia de cada dos horas a menos que se está en la etapa de transición.

#### 2.1 Soporte estadístico para la frecuencia de muestreo.

Debido a los costos generados por la alta frecuencia de muestreo para los análisis durante la producción de polipropileno, se realizó un estudio soportado estadísticamente con la cual se estableció que la frecuencia de muestreo óptimo es cada dos horas y no cada hora o cada media hora a menos que se esté en una transición. En este estudio estadístico se tomaron diferentes corridas producidas durante un periodo de un año de una referencia de polipropileno conocida (03H82) y en la que analizaron los resultados de índice de fluidez con muestras tomadas cada media hora, cada hora y cada dos horas. Estos datos con diferentes frecuencias de muestreo fueron estudiados con el estadístico Análisis de Varianza (ANOVA) y en la que se determinó que tanto el valor promedio de índice de fluidez

como el comportamiento de la varianza de los datos no son influenciados por la frecuencia en la toma de la muestra.

Por lo anterior y por costos se establece que las frecuencia de muestreo optima es cada dos horas.

### **3. DEFINICIONES**

No Aplica

### **4. DOCUMENTOS DE REFERENCIA**

VO-P-001 Procedimiento para Control de Documentos y Registros

### **5. CONDICIONES ESPECIALES**

#### **5.1. Medidas de Seguridad**

Abrir líneas que contengan resina bajo presión es extremadamente peligroso, ya que la resina al fluir a alta velocidad puede originar heridas al personal y además genera gran carga estática que se constituye en una fuente potencial de ignición. Por esto, es muy importante que el Operador corrobore que el pote de muestreo esté despresionado (0 psig en el indicador local de presión) antes de abrir la válvula de recolección de la muestra. De otra parte, se debe evitar que la resina entre en contacto con aire antes de ser completamente purgada con nitrógeno, de aquí la importancia de hacer la purga a presión al pote de muestreo luego de haber abierto la válvula de recolección de la muestra y dejarlo bajo atmósfera de nitrógeno después de tomar cada muestra.

## **6. PROCEDIMIENTO**

### **6.1. Estado Inicial del Sistema**

Todas las válvulas manuales del pote de muestras están cerradas, además, la presión en el pote de muestreo es mayor que la atmosférica.

### **6.2. Procedimiento de Muestreo a Efectuar el Operador del Campo**

- a. Abrir la válvula que comunica el pote de muestreo con el PR y la cual está ubicada en el tope del mismo.
- b. Cuando abra la válvula E del PDS-1, abrir la válvula respectiva de entrada de resina al pote de muestreo y mantenerla abierta durante 15 seg.
- c. Cerrar la válvula de entrada y venteo del tomamuestras.

### **6.3. Purga de la Muestra**

- a. Abrir la válvula de entrada de nitrógeno, localizada en la parte inferior del pote para presionar y luego se ventea hacia el PR a través de la línea de descarga de resina del otro PDS.
- b. Hacer 4 o más purgas a presión primeramente hacia el PR.
- c. Cerrar la válvula de entrada de nitrógeno y la válvula en la línea de igualación con el PR.
- d. Hacer 4 purgas a presión a la atmósfera.
- e. Despresionar el pote de muestreo, abriendo la válvula de venteo del mismo hasta que la presión en el pote sea 0 psig.

### **6.4. Recolección de la Muestra**

- a. Colocar el recolector de la muestra en la válvula de salida de resina, localizada en el fondo del pote.
- b. Abrir la válvula de salida de resina. Esta válvula debe mantenerse abierta hasta que el pote quede vacío (no salga más resina).

c. Cerrar la válvula de salida de resina y venteo del pote.

### **6.5. Reacondicionamiento del Pote para la Próxima Muestra**

Abrir la válvula de entrada de nitrógeno al pote de muestreo y permitir que se presione para mantenerlo inerte. Luego cerrarla.

Es muy importante purgar a presión para remover el oxígeno que pueda entrar al sistema cuando se abre la válvula de salida de resina.

**Anexo 2 Tabla de datos de Índice de Fluidéz – Fuente Libro de control de proceso del laboratorio de Propilco S. A.**

**Corrida 1**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidéz (gr/10min)</b>
10:35	2,40
11:00	2,40
11:32	3,00
12:04	3,20
12:30	3,20
13:00	3,30
13:30	3,35
14:03	3,24
14:30	3,10
15:00	3,20
15:33	3,25
16:00	3,34
16:30	3,40
17:02	3,46
17:30	3,37
18:10	3,40
18:30	3,44
19:00	3,50
19:30	3,36
20:03	3,30
20:30	3,26
21:00	3,24
21:30	3,20
22:00	3,15
23:00	3,13
00:00	3,32
01:00	3,30
02:00	3,40
03:00	3,23
05:00	3,15
07:00	3,10
09:00	3,10
11:00	3,30
13:00	3,50
15:00	3,47
17:00	3,40
19:00	3,30

**Corrida 3**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidéz (gr/10min)</b>
11:32	2,80
12:04	2,75
12:30	3,10
13:00	3,15
13:30	3,12
14:03	3,16
14:30	3,16
15:00	3,20
15:33	3,25
16:00	3,34
16:30	3,35
17:02	3,38
17:30	3,37
18:10	3,36
18:30	3,33
19:00	3,34
19:30	3,36
20:03	3,30
20:30	3,26
21:00	3,24
21:30	3,20
22:00	3,20
23:00	3,19
00:00	3,30
01:00	3,19
02:00	3,27
03:00	3,23
05:00	3,22
07:00	3,17
09:00	3,22
10:00	3,25
13:00	3,25

**Corrida 5**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidiez (gr/10min)</b>
07:00	4,20
07:30	4,10
08:00	3,20
08:30	3,05
09:00	3,30
09:30	3,50
10:00	3,30
10:30	3,30
11:00	3,50
11:30	3,49
12:00	3,56
12:30	3,40
13:00	3,30
13:30	3,28
14:00	3,27
14:30	3,25
15:00	3,43
17:00	3,50
19:00	3,43
21:00	3,30
23:00	3,30
01:00	3,40
03:00	3,30

**Corrida 9**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidiez (gr/10min)</b>
10:00	2,20
10:30	2,80
11:00	3,00
11:30	3,05
12:00	3,30
12:30	3,50
13:00	3,38
13:30	3,34
14:00	3,50
14:30	3,49
15:00	3,50
15:30	3,40
16:00	3,30
16:30	3,28
17:00	3,27
17:30	3,25
18:00	3,43
19:00	3,50
20:00	3,43
21:00	3,30
22:00	3,30
23:00	3,40
00:00	3,30
01:00	3,28
03:00	3,27
05:00	3,25
07:00	3,36
09:00	3,38
11:00	3,43
13:00	3,30
15:00	3,30
17:00	3,37
19:00	3,30



**Corrida 10**

Hora	Índice de Fluidez (gr/10min)
11:05	4,60
11:30	3,70
12:32	3,50
13:04	3,40
13:35	3,30
14:05	3,18
14:35	3,26
15:05	3,30
15:35	3,23
16:05	3,21
16:40	3,22
17:00	3,36
17:30	3,32
18:02	3,40
18:30	3,41
19:00	3,44
19:30	3,42
20:00	3,26
20:30	3,28
21:03	3,29
22:03	3,28
23:00	3,39
00:05	3,37
01:00	3,20
02:00	3,20
03:00	3,35
05:15	3,38
07:10	3,41
09:00	3,30
11:03	3,38
13:00	3,21
15:00	3,23
17:10	3,28
19:05	3,36
21:00	3,23
23:02	3,25
00:05	3,25

**Corrida 12**

Hora	Índice de Fluidez (gr/10min)
08:00	4,20
08:30	4,10
09:00	3,20
09:30	3,05
10:00	3,30
10:30	3,40
11:00	3,20
11:30	3,30
12:00	3,15
12:30	3,28
13:00	3,30
13:30	3,45
14:00	3,26
14:30	3,41
15:00	3,23
15:30	3,05
16:00	3,55
17:00	3,35
19:00	3,42
20:00	3,30
21:00	3,00
22:00	3,50
22:30	3,20
23:00	3,25
23:30	3,33
00:00	3,36

**Corrida 14**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidiez (gr/10min)</b>
10:00	4,00
10:30	3,90
11:00	3,20
11:30	3,05
12:00	3,30
12:30	3,40
13:00	3,20
13:30	3,30
14:00	3,15
14:30	3,28
15:00	3,30
15:30	3,45
16:00	3,26
16:30	3,30
17:00	3,25
17:30	3,40
18:00	3,18
19:00	3,20
21:00	3,35
23:00	3,30
01:00	3,20
03:00	3,45
05:00	3,41
07:00	3,35
09:00	3,23
11:00	3,41
13:00	3,35
15:00	3,42
17:00	3,30
19:00	3,23
21:00	3,40
23:00	3,20
01:00	3,25
03:00	3,33
05:00	3,36

**Corrida 16**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidiez (gr/10min)</b>
12:30	2,80
13:30	2,95
14:00	3,60
14:30	3,65
15:00	3,40
15:30	3,35
16:00	3,30
16:30	3,36
17:00	3,33
18:00	3,10
18:30	3,30
19:00	3,15
19:30	3,31
20:00	3,05
21:00	3,30
22:00	3,25
23:00	3,25
01:00	3,31
03:00	3,33
05:00	3,30
07:00	3,10
09:00	3,34
11:00	3,33

**Corrida 17**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidéz (gr/10min)</b>
05:00	3,90
05:30	3,85
06:00	3,60
06:30	3,54
07:00	3,40
07:30	3,35
08:00	3,30
08:30	3,36
09:00	3,33
11:00	3,10
13:00	3,30
15:00	3,15
17:00	3,31
19:00	3,25
21:00	3,31
23:00	3,33
01:00	3,30
03:00	3,10
05:00	3,34
07:00	3,33

**Corrida 18**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidéz (gr/10min)</b>
11:30	4,10
12:00	3,85
12:30	3,33
13:00	3,10
13:30	3,30
14:00	3,15
14:30	3,31
15:00	3,25
15:30	3,15
16:00	3,28
16:30	3,30
17:00	3,45
18:00	3,30
19:00	3,30
20:00	3,30
21:00	3,40
22:00	3,34
23:00	3,20
00:00	3,35
01:00	3,30
03:00	3,20
05:00	3,45
07:00	3,41
09:00	3,35
11:00	3,23
13:00	3,41
15:00	3,35
17:00	3,42

**Corrida 20**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidéz (gr/10min)</b>
16:00	2,90
16:30	2,95
17:00	3,05
17:30	3,02
18:00	3,10
18:30	3,25
19:00	3,31
19:30	3,36
20:00	3,45
20:30	3,26
21:00	3,30
21:30	3,25
22:00	3,40
22:30	3,18
23:00	3,20
23:30	3,35
00:00	3,31
01:00	3,25
02:00	3,31
03:00	3,30
04:00	3,31
05:00	3,31
06:00	3,26
07:00	3,27
09:00	3,10
11:00	3,25
13:00	3,31
15:00	3,33
17:00	3,30
19:00	3,10
21:00	3,34
23:00	3,33

**Corrida 22**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidéz (gr/10min)</b>
12:30	2,80
13:30	3,36
14:00	3,60
14.30	3,65
15.00	3,40
15:30	3,35
16:00	3,30
16:30	3,36
17:00	3,33
17.30	3,10
18.00	3,30
19.00	3,30
20:00	3,31
21:00	3,24
23:00	3,02
01:00	3,10
03:00	3,25
05:00	3,31
07:00	3,33
09:00	3,30
11:00	3,10
13:00	3,34
15:00	3,33

**Corrida 25**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidiez (gr/10min)</b>
08:00	2,75
08:30	2,85
09:00	3,10
09:30	3,18
10:00	3,20
10:30	3,25
11:00	3,15
11:30	3,28
12:00	3,30
12:30	3,45
13:00	3,26
15:00	3,30
17:00	3,25
19:00	3,40
21:00	3,18
23:00	3,20
01:00	3,35
03:00	3,30
05:00	3,20
07:00	3,45
09:00	3,41
11:00	3,35
13:00	3,23
15:00	3,41
17:00	3,35
19:00	3,25

**Corrida 27**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidiez (gr/10min)</b>
09:00	3,78
09:30	3,77
10:00	3,60
10:30	3,54
11:00	3,40
11:30	3,41
12:00	3,37
12:30	3,36
13:00	3,50
14:00	3,24
15:00	3,30
16:00	3,25
17:00	3,31
18:00	3,33
19:00	3,30
20:00	3,30
21:00	3,25
22:00	3,31
23:00	3,33
00:00	3,30
01:00	3,30
02:00	3,34
03:00	3,33
05:00	3,36
07:00	3,30
09:00	3,37
11:00	3,36
13:00	3,50
15:00	3,10
17:00	3,30
19:00	3,25
21:00	3,31

**Corrida 28**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidéz (gr/10min)</b>
12:30	2,85
13:30	2,80
14:00	3,05
14.30	3,24
15.00	3,20
15:30	3,15
16:00	3,13
16:30	3,15
17:00	3,15
18:00	3,40
19:00	3,23
21.00	3,15
23:00	3,10
00:00	3,10
01:00	3,30
03:00	3,50
05:00	3,47
07:00	3,40
09:00	3,30

**Corrida 30**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidéz (gr/10min)</b>
11:30	2,75
12:00	3,36
12:30	3,50
13:00	3,52
13:30	3,40
15:00	3,35
17:00	3,30
19:00	3,36
21:00	3,33
23:00	3,10
01:00	3,30
03:00	3,15
05:00	3,31
07:00	3,05
09:00	3,02
11:00	3,10
13:00	3,25
15:00	3,31
17:00	3,33
19:00	3,30
21:00	3,10
23:00	3,20
00:00	3,34

**Corrida 33**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidiez (gr/10min)</b>
07:00	3,76
07:30	3,70
08:00	3,56
08:30	3,50
09:00	3,31
09:30	3,33
10:00	3,30
10:30	3,10
11:00	3,25
11:30	3,31
12:00	3,33
12:30	3,30
13:00	3,10
14:00	3,34
15:00	3,33
16:00	3,36
17:00	3,30
18:00	3,37
19:00	3,36
20:00	3,50
21:00	3,15
22:00	3,31
23:00	3,30
00:00	3,24
01:00	3,10
02:00	3,25
03:00	3,31
05:00	3,33
07:00	3,30
09:00	3,10
11:00	3,34
13:00	3,33

**Corrida 35**

<b>Hora</b>	<b>Índice de Fluidiez (gr/10min)</b>
13:00	2,50
13:30	2,80
14:00	3,05
14:30	3,15
15:00	3,25
15:30	3,30
16:00	3,32
16:30	3,36
17:00	3,40
17:30	3,30
18:00	3,10
18:30	3,25
19:00	3,31
19:30	3,33
20:00	3,30
20:30	3,10
21:00	3,34
22:00	3,33
23:00	3,26
00:00	3,30
01:00	3,25
02:00	3,40
03:00	3,18
04:00	3,20
05:00	3,35
06:00	3,35
07:00	3,30
09:00	3,36
11:00	3,33
13:00	3,10
15:00	3,30
17:00	3,15
19:00	3,31
21:00	3,05
23:00	3,02
01:00	3,10
03:00	3,25
05:00	3,31
07:00	3,33
09:00	3,30
11:00	3,10
13:00	3,34
15:00	3,33