

Universidad Nacional de Ingeniería

**PROGRAMA ACADÉMICO DE INGENIERÍA
DE PETRÓLEO Y PETROQUÍMICA**



**“MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD DE LA PRODUCCION
DE GRANULOS DE POLIESTER”**

T E S I S

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

Ingeniero Petroquímico

EDUARDO PELLEGRINI MAGUIÑA

PROMOCION 1972

LIMA • PERU • 1979

A MI QUERIDO PADRE :
HUMBERTO PELLEGRINI DELGADO
MAESTRO, GUIA Y AMIGO.

MEMORIA DESCRIPTIVA

I N D I C E

I	DATOS PERSONALES	- 1 -
II	CONDICION ACADEMICA	- 2 -
II.1	Educación Básica	- 2 -
II.2	Educación Superior	- 2 -
III	PARTICIPACIONES	- 3 -
III.1	Prácticas Vacacionales	- 3 -
III.2	Convenciones	- 3 -
III.3	Cursos	- 3 -
IV	ACTIVIDADES PROFESIONALES	- 5 -
IV.1	Primera Institución	- 5 -
IV.2	Segunda Institución	- 5 -
IV.3	Tercera Institución	- 8 -
V	MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD DE LA PRODUCCION DE GRANULOS DE POLIESTER	- 12 -
Cap. 1	Introducción	- 12 -
Cap. 2	Normas SAI	- 14 -
Cap. 3	Procedimientos	- 19 -
Cap. 4	Control del Proceso	- 42 -
	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	- 57 -
	BIBLIOGRAFIA	- 58 -
	DIPLOMAS Y CERTIFICADOS	

I DATOS PERSONALES

NOMBRE	:	EDUARDO PELLEGRINI MAGUINA
NACIONALIDAD	:	PERUANA
LUGAR Y FECHA NACIMIENTO	:	E.E.U.U., 10. OCTUBRE 1947
EDAD	:	32 AÑOS
ESTADO CIVIL	:	CASADO
DIRECCION	:	CALLE 54 # 235 - URB. CORPAC - SAN ISIDRO
TELF. DOMICILIO	:	40-1529
CODIGO UNI	:	660444-D
DOCUMENTOS	:	
LIBRETA ELECTORAL	:	3153936
LIBRETA MILITAR	:	238806-47
LIBRETA TRIBUTARIA	:	F 362567
CARNET S.S.E.	:	164-457806

II CONDICION ACADEMICA

1- EDUCACION

Primaria Colegio Americano - Miraflores (1955-57)
 Colegio Champagnat - Miraflores (1958-59)

Secundaria Colegio Champagnat - Miraflores (1960-64)

2- EDUCACION SUPERIOR

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA : De 1966 a 1972.

Programa Académico de Ingeniería de Petróleo y Petroquímica
Especialidad de Ingeniería Petroquímica

Egresado en el ciclo : 1972 - 1

Grado Académico : Bachiller en Ciencias con mención en
Ingeniería Petroquímica.

III PARTICIPACIONES

1- PRACTICAS VACACIONALES

- Petróleos del Perú - Operaciones NorOeste - 1971
 - Dpto. de Perforación
 - Dpto. de Producción
 - Dpto. de Explotación

- Refinería Conchán Chevron - Conchán - Febrero/Marzo 1972
 - Unidad Primaria de Refinación
 - Procesos
 - Laboratorio
 - Tanques Almacenaje
 - Transporte
 - Mantenimiento
 - Intercambiadores de calor

2- CONVENCIONES

- Colegio de Ingenieros del Perú - I Simposium de Refinación de Petróleo y Petroquímica
Del 23 al 27 Octubre 1972

3- CURSOS

- Esan - Control de Calidad
Del 31 Marzo al 23 Mayo 1975

- Esan - Planeamiento y Estrategia de Mercadotecnia.
Del 21 Marzo al 17 Mayo 1977
- Instituto Metropolitano - Curso Ilvem. Lectura Veloz, Me memoria, Estudio, Oratoria, Redacción.
Del 24 Abril al 14 Junio 1973.

IV ACTIVIDADES PROFESIONALES

- 1- Institución : Petróleos del Perú
Período : Del 19 Marzo 1973 al 30 Noviembre 1973
Cargo : Ingeniero de Mantenimiento y Construcción de Operaciones Comerciales.
Reportaba : Al Jefe de Distrito de Operaciones Comerciales.

Actividades :

- Mantenimiento, Construcción, Reparación y Ejecución de Mejoras en Instalaciones de Estaciones de Servicio.
- Coordinación y Supervisión de los Trabajos Efectuados por los Contratistas (Eléctrico, Mecánico, Tuberías, Etc.)
- Preparación, Ejecución y Control del Presupuesto Anual de la Sección.
- Reportes Mensuales Sustentados en Reunión de Gerentes de Area.
- A cargo de la Flota de Vehículos de la Sección y Asignación de un Automóvil.

- 2- Institución : Manufacturas Nylon - Químico Industrial
Período : Del 03 Diciembre 1973 al 30 Abril 1976
Cargo : Encargado de Control de Calidad del Proyecto de Poliplantas, proyecto que involucra una Planta de Polimerización para producción de Gránulos de Nylon 6, una Planta de Policondensación para Gránulos de
.../

/...

Poliéster y una Planta de Hilatura y Fibra Corta de Poliéster.

Reportaba : Al Director Técnico.

Actividades en el Extranjero : HOLANDA - ESPAÑA

Del 01 Marzo 1974 al 30 Noviembre 1974.

Asistencia a un programa de capacitación por un período de nueve meses en los Procesos de Polimerización (Gránulos Nylon 6), Policondensación (Gránulos de Poliéster) e Hilatura y Fibra Corta de Poliéster dirigido por AKZO INTERNATIONAL - HOLANDA habiendo recibido especial adiestramiento para ejercer como Jefe de Control de Calidad del Proyecto Poliplantas en relación con un convenio de asistencia técnica suscrita entre MANUFACTURAS NYLON - QUIMICO INDUSTRIAL y AKZO INTERNATIONAL HOLANDA para el suministro de un "Turn Key Project".

Trabajos Realizados : 1ª Etapa: Plantas ~~FUC/FUV/FUX~~ Emmen
Holanda.

- Teoría sobre Polimerización
- Control sobre materias primas
- Fusión de la lactama
- Preparación de Catalizadores y Suspensión de Titanio.
- ~~Análisis~~ al Dowtherm (Difilo)
- Preparativos previos al arranque columna polimerización.
- Limpieza de la Columna
- Procedimiento de arranque de columna de polimerización.
- Cortadora de gránulos

- Columna lavadora de gránulos
- Control Digital sobre velocidad de bombas.
- Secadora - Programa de Vacío
- Mezcladora
- Unidad de evaporación del agua de lavado.

2ª Etapa: La Seda de Barcelona

- Teoría sobre policondensación
- Esquema y Programa Reactor Interesterificación.
- Esquema y Programa Reactor Autoclave. Sistema Vacío.
- Panel de Control de Proceso.
- Subproductos - Metanol
- Regeneración del Glicol
- Organización Dpto. Control de Calidad.
- Laboratorios químico textil.
- Normas de Seguridad
- Cálculo de Materias Primas en los procesos.
- Hilatura de Control
- Manual Práctico de Laboratorio
- Banco de Estiraje - Secadora - Cortadora - Abridora - prensa.
- Situaciones irregulares y procedimientos correctivos.

/...

- Preparación del Manual de Control de Calidad de la Producción de Gránulos de Poliester.

Actividades en el Perú: Se realizaron labores de coordinación y supervisión de trabajos previos y posteriores, paralelas al proyecto que realizaban contratistas para la empresa. Podemos mencionar;

- Construcción Civil.
- Recepción, clasificación y almacenaje de maquinaria
- Preparación del presupuesto
- Instalación eléctrica parcial - Brown Boveri.
- Ingeniería de Detalle - Tuberías con Cosapi.

3- <u>Institución</u>	<u>Sandoz Perú S.A.</u>
<u>Oficina</u>	Las Begonias 552 3o. Piso San Isidro Telfs. 40-4170 - 40-8032
<u>Planta</u>	Km. 4,5 Carretera Central Telfs. 35-3129 - 35-0914
<u>Fecha Ingreso</u>	17 Mayo 1976
<u>Cargo</u>	Representante Técnico-Comercial de la División de Colorantes y Productos Químicos

Reporta

Entrenamiento

Gerencia Textil

Programa de aprendizaje teórico-práctico durante 4 meses en el Laboratorio Textil para conocer los productos de la compañía. Podemos mencionar algunos items :

- Clasificación de colorantes.
- Concepto de Tricromía.
- Determinación de curva de agotamiento.
- Absorción y fijación de colorantes.
- Influencia del PH y auxiliares.
- Influencia de relación de baño.
- Building up - Saturación.
- Migración.
- Determinación de Solideces al lavado, frote, sal. TEÑIDO DE ALGODON POR AGOTAMIENTO.
- Clasificación SDC
- Fijador Sandofix WE
- Colorantes Cuprofix C
- Indigosol
- Colorantes Reactivos - Drimaren
- Colorantes al Azufre - Sodyesul
- POLIAMIDA (PA)
- Catalytic Fading de colorantes ácidos sobre nylon.
- Migración sobre nylon.
- Efecto del bloqueo de colorantes ácidos sobre nylon.

.../

/...

- Influencia de igualantes en la migración
- Influencia del PH e igualantes sobre material de diferente afinidad.
Solidez al lavado con y sin tratamiento posterior.

POLIESTER (PES)

- Selección de Colorantes dispersos
- Influencia de la prefijación del políester.
- Rendimiento de los colorantes dispersos en agotamiento.
- Sensibilidad al PH de los colorantes dispersos a alta temperatura.
- Influencia en la solidez a la luz de los transportadores.

POLIACRILONITRILO (PAC)

- Procedimiento tintura con control de temperatura.
- Procedimiento tintura con retardante.
- Procedimiento de tintura con sistema mixto de control de temperatura y retardante.
- Migración de colorantes básicos.
- Influencia del PH

2ª Etapa

Actividades

Introducción a los clientes de la compañía en Lima, Arequipa y Huancayo.

Responsable de una cartera de clientes (Amazonas, San Jacinto, Manufactura Nylon, San Miguel, Negociación Lanera, Textil Algodonera, Fabritex, etc.) para la promoción, demostración, venta y asistencia técnica de colorantes y productos químicos para la Industria Textil en todas sus gamas de fibras naturales y sintéticas (algodón, lana, viscosa, acetato, poliamida, poliéster, acrílico y mezclas.

V MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD DE LA
PRODUCCION DE GRANULOS DE POLIESTER

CAPITULO 1

INTRODUCCION

Con el objeto de conseguir una calidad de producto constante es necesario el control de

a)- La calidad de las materias primas.

Para estas materias primas (DMT, glicol, T_1O_2 , acetato de manganeso, trióxido de antimonio y TPPa) las especificaciones están dadas, cubriendo un número de características. Solo las materias primas que han sido analizadas y aprobadas, podrán ser usadas para producción normal.

b)- La calidad de los productos intermedios y de recuperación. Esta calidad está controlada en la misma manera que a las materias primas (suspensión T_1O_2 , glicol de recuperación).

c)- La calidad de los productos finales (gránulos).

Para cada carga se analiza una muestra de gránulos. Los resultados del análisis tienen dos propósitos :

c1- Basados en los resultados de cargas normales, son hechos pequeños cambios en los parámetros del proceso para asegurar unas propiedades del producto lo más constantes posible (características homogéneas a través del tiempo).

c2- En caso de cargas anormales, los resultados de los análisis indican el destino de la carga en una de las diferentes clases de calidad.

d)- El proceso.

Un número de parámetros del proceso son controlados (p.ej. temperatura final del reactor de inter-esterificación, programa de vacío, temperatura final del autoclave, potencia del agitador y tiempo de la policondensación) en orden a asegurar un método de producción constante en todas las cargas. Algunos de estos parámetros del proceso son usados para mantener la calidad del producto tan constante como sea posible.

CAPITULO 2

NORMAS SAI (Standard Analysis Instructions)

2.1- Materias Primas

2.1.1 DMT (Dimetil Tereftalato)

Especificación

Apariencia (escamas)

Apariencia (Ííquido ó fundido)

Fluorescencia UV (Ultra Violeta)

Acidez

Cenizas (%)

Fierro

Metil - 4 - CBA (Carboxil - benzaldehido)

Contenido de Agua

2.1.2 Glicol

Especificación

Apariencia

Humedad

Acidez

Indice de Refracción

Gravedad Específica

Fluorescencia UV (después de calentar)

Extinción

Extinción (después de calentamiento)

Alc~~h~~idos Totales

Fierro

Contenido DEG (Dietilen Glicol)

/...

/...

Total de Glicolaldehidos

Aldehidos Libres

2.1.3 Dioxido de Titanio (TiO_2)

Apariencia

Contenido (%)

Sulfato de Bario

Silicona

Pérdida de peso después de calcinarse

Humedad

Reflectancia

2.1.4 Oxido de Antimonio (Sb_2O_3)

Especificaciones

Contenido

Fierro

Reflectancia a 460 mm.

2.1.5 Acetato de Manganeso

Especificaciones

Contenido

Agua

Fierro

Material insoluble en agua

2.1.6 T.P.P. - Trifenil Fosfato

Especificaciones

Contenido

Agua

2.2 Productos Intermedios

2.2.1 Contenido de Dioxido de Titanio
en la suspensión.

2.3 Productos de Recuperación

2.3.1 Glicol de Recuperación

Apariencia

Humedad

Acidez

Fluorescencia UV (después de calentar)

Extinción

Extinción (después de calentamiento)

Total de aldehidos

Total de glicocaldehidos

Saponificación

Fierro

Contenido DEG

Contenido de Fenol

Contenido de Metanol

Contenido de glicol

2.3.2 Finales Ligeros

Contenido de glicol

2.3.3 Residuo

Acidez

Metanol

2.3.4 Glicol Sucio

Acidez

Saponificación

DEG

Fenol

2.4 Gránulos

2.4.1 Viscosidad en solución

2.4.2 Contenido de cenizas

2.4.3 Grupos Carboxilos

2.4.4 Contenido DEG (Dietilen Glicol)

2.4.5 Amarillamiento

2.4.6 Espesor

2.5 Materiales para el Laboratorio Químico

2.5.1 Meta-cresol

Humedad

Rango de ebullición

2.6 Generalidades

2.6.1 Cloro (Volhard)

2.6.2 Número de Acido (Libre de acidos)

2.6.3 Número de Saponificación

2.6.4 Número de Yodo (Hanus)

2.6.5 Silicon (Espectrofotómetro)

2.6.6 Manganeso "

2.6.7 Fosfatos "

2.6.8 Titanio "

2.6.9 Gravedad Específica

- 2.6.10 Índice de refracción
- 2.6.11 Preparación, Standarización de ácido sulfúrico e hidroclicórico 0.1N
- 2.6.12 Idem, Solución de Hidróxido de Sodio 0.1N
- 2.6.13 Idem, Solución EDTA 0.05M
- 2.6.14 Idem, Solución Yodo 0.1N
- 2.6.15 Idem, Solución Tiosulfato Sodio 0.1N
- 2.6.16 Idem, Solución de Permanganato de Potasio 0.1N
- 2.6.17 Idem, Solución de Nitrato de Plata 0.1N
- 2.6.18 Idem, Solución de Tiocianato 0.1N
- 2.6.19 Idem, Solución de Hierro (2) 0.1N
- 2.6.20 Idem, Acido Perclórico no acuoso 0.1N
- 2.6.21 Idem, Solución de Bromato de Potasio 0.1N
- 2.6.22 Idem, Solución de Hidróxido de Potasio/etanol 0.1N

CAPITULO 3

PROCEDIMIENTOS

3.0 GENERALIDADES

Para seguir de cerca los embarques de materias primas y los resultados de las pruebas a las que se les somete, son necesarios los siguientes registros:

- Muestras con Etiqueta (Gráfico 3.0.1)

Cada muestra llegada al laboratorio químico debe ser identificada agregándole una etiqueta. Los detalles que deben anotarse en la etiqueta son:

Almacén - Fecha

Número de embarque

Fecha

Tipo de material

Cantidad de embarque

Proveedor

Observaciones

Es importante el seguimiento y registro de los diferentes embarques de materias primas (incluyendo T_1O_2 , catalizadores y TPPa) para observar su efecto en la calidad del gránulo. Así, cada recipiente (bolsa o barril) que llegue al almacén debe ser marcado con la fecha (semana y día) de su llegada. Esta fecha debe ser marcada en el formato como Almacén - Fecha.

- Hoja de Registro para Materias Primas (Gráfico 3.0.2)

El resultado de las pruebas a las que se someten las ma-

.../

G R A F I C O 3.0.1

ETIQUETA PARA MUESTRAS

FECHA ALMACENAJE :

NUMERO. DEL EMBARQUE :

TIPO DE MATERIAL :

CANTIDAD DEL EMBARQUE :

PROVEEDOR :

OBSERVACIONES :

FECHA :

FIRMA :

HOJA DE REGISTRO

FECHA ALMACENAJE

NUMERO DEL EMBARQUE

TIPO DE MATERIAL

CANTIDAD DEL EMBARQUE

PROVEEDOR

RESULTADOS DE ANALISIS

ANALISIS	RESULTADOS

FECHA

ANALISTA

/...

terias primas debe ser registrado en una hoja de registro junto con la fecha mencionada en la etiqueta (ver antes).

- Gráficos para los Resultados de las Pruebas a las Materias Primas (Gráfico 3.0.3 y 3.0.4)

Los resultados de las pruebas para ambos, DMT y glicol deben ser registrados en gráficos para conseguir una apreciación de la calidad en todo momento.

- Gráficos para la Suspensión de TlO_2 (Gráfico 3.0.5)

Estos gráficos indican la concentración de la suspensión de TlO_2 .

- Hoja de Registro para Muestras Especiales (Gráfico 3.0.6)

En esta hoja deben ser registrados los resultados de pruebas a las que se someten muestras no rutinarias o especiales.

Para la representación de datos de los gránulos ver Item 5.4

3.1 Materias Primas de la Policondensación

3.1.1 D.M.T. - Dimetil Tereftalato

→ Composición

Seleccionar 10 bolsas al azar de cada embarque. Un embarque puede cubrir más de 100 Tons. de DMT. Embarques mayores deben ser divididos en lotes de 100 Tons. Se toma una muestra de 250 cc. de c/u de las 10 bolsas seleccionadas. Se toman luego 200 gr. de cada muestra y se hace una mezcla de 2 Kg.. Se inspecciona cada mues-

.../

GRAFICO 3.0.3 .

MUESTRAS DMT

QUE

APARIENCIA (W = blanca Y = amarillo F = escamas)

OR

MA

FLUORESCENCIA (- = Ninguna s = ligera t = mucha)

0.05 % H₂O

0

2.0 ACIDEZ (mequi./Kg.)

1.5

1.0

0.5

0

5 CONTENIDO CENIZAS (PPM)

0

CONTENIDO FIERRO (PPM)

1.0

0.5

0

COLOR (UNIDADES APHA)

20

10

0

CONTENIDO METIL 4 CBA (PPM)

150

100

50

0

OBSERVACIONES

GRAFICO 3.0.4
MUESTRAS GLICOL

MARKER
o.

APARIENCIA (N = NORMAL A = ANORMAL)

4320 REFRACCION (20° C)

4310

0.1 % H₂O

0

ALDEHIDOS (mequi./Kg.)

1.5

1.0

0.5

0

0.50 ACIDEZ (mequi./Kg.)

0

0.5 CONTENIDO FIERRO (PPM)

0

0.40 CONTENIDO DEG. (% peso)

0.20

0

EXTINCCION

0.1

0

EXTINCCION DESPUES DE CALENTAMIENTO

0.2

0

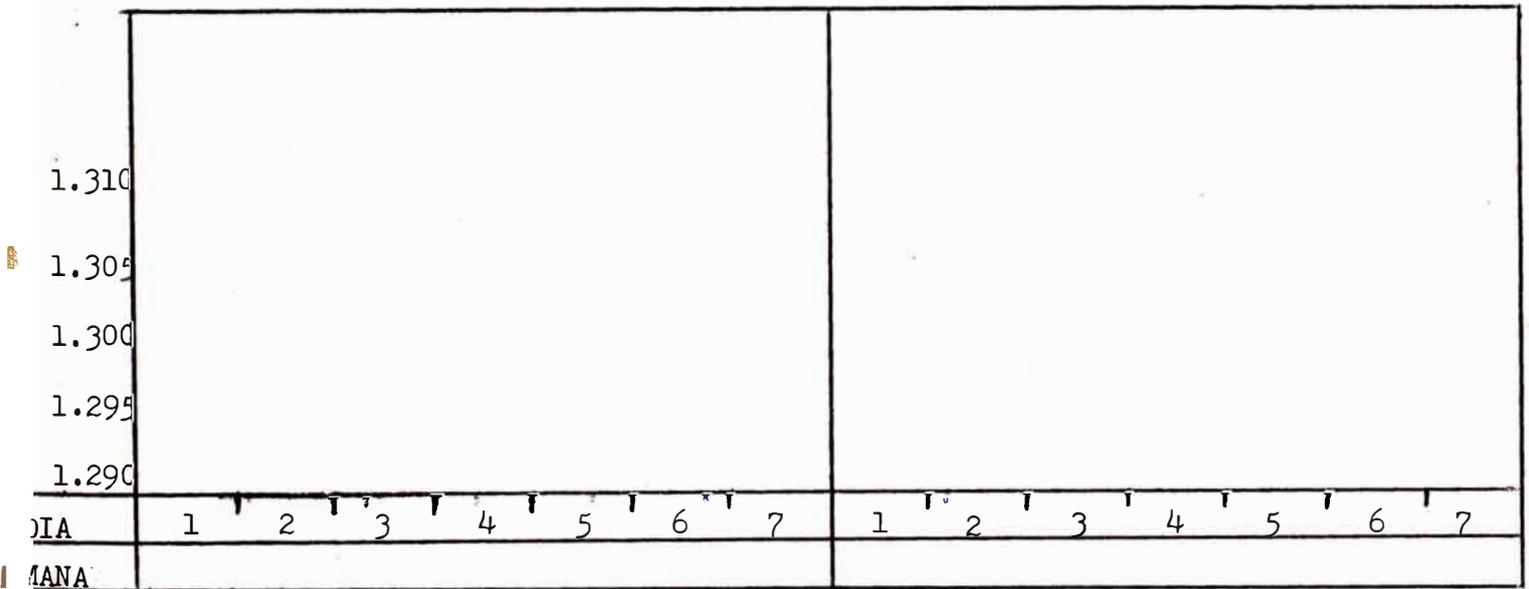
FLUORESCENCIA (- = Ninguna + = Positiva)

OBSERVACIONES

GRAFICO 3.0.5

SUSPENSION DE TITANIO

GRAVEDAD ESPECIFICA 20/20



OBS ERVACIONES

GRAFICO 3.0.6

MUESTRAS ESPECIALES (FUERA DE RUTINA)

PEDIDO POR :	FECHA :
MATERIAL : ORIGEN : ANALISIS REQUERIDOS :	
NUMERO ANALIZADO POR :	FECHA ANALISIS :
RESULTADOS : CONCLUSIONES :	

/...

tra tomada de las bolsas para buscar fluorescencia bajo luz ultravioleta. Las otras propiedades se investigarán en la mezcla.

- Frecuencia

Cada embarque.

- Especificaciones

Propiedades	Standard	Unidades
Apariencia (escamas ó sólido)	Blanca, sin impurezas	
Apariencia (líquido ó fusión)	Clara, incolora	
Fluorescencia bajo luz UV	Partículas. no deben tener fluorescencia fuerte	
Contenido de agua	0.05	peso %
Contenido acido	1.5	Meq/Kg
Contenido cenizas	10	ppm
Contenido Fierro	1	ppm
Contenido Metil 4 CBA	150	ppm
Color	10	Hazen

- Acciones a seguir cuando la Muestra no se encuentra dentro de especificaciones

Se debe notificar a la Jefatura de Departamento.

3.1.2 Glicol Virgen

- Composición

Es tomado 1 Lt. de un carro-tanque de (20-30m³). La muestra se toma de diferentes compartimientos del carro-tanque. Si el glicol es recibido en barriles, se seleccionan 10 de ellos al azar de .../

/...

cada embarque. Se toma 200 mlt. de muestra de cada barril, luego se toma 100 mlt. de cada muestra para preparar una mezcla de 1 Kg. (Método similar a DMT ver 1.1)

- Frecuencia

Cada embarque o carro-tanque

- Especificaciones

Propiedades	Standard	Unidades
Antes de que el contenido del carro-tanque sea bombeado al tanque de glicol en el parque de tanques, el laboratorio químico debe investigar y confirmar su aprobación del :		
Contenido de agua	0.10	% peso
Contenido de ácidos	0.30	meq/Kg
Indice de refracción	1.4315 ± 0.0005	
Absorvencia (420;10)		
antes de calentamiento A _o	0.090	
después de calentamiento A _y	0.140	
Contenido de DEG	0.10	% peso
Apariencia	Clara e incolora sin impurezas visibles	
Contenido de Fe	0.50	ppm
Total de aldehidos	1.50	meq/Kg
Glicol/aldehidos	30	ppm

- Acción a seguir si la Muestra no está dentro de especificaciones

Se debe notificar a la Jefatura de Departamento.

3.1.3 DiOxido de Titanio, Tipo Kronos AD

- Composición

Tomar 5 bolsas al azar de embarques de más de 100 bolsas. Se toma luego una muestra de cada bolsa y se preparan 250 cc. de mezcla.

- Frecuencia

Cada embarque.

- Especificaciones

Propiedades	Standard	Unidades
Contenido	98.5	% peso
Pérdida de peso después de calcinarse	0.5	% peso
Contenido agua	0.5	% peso
Sulfato de Bario	Trazas	
Silicona	Trazas	
Fósforo	0.10-0.20	% peso
Fierro	125	ppm
Valor de Sedimentación (20% en glicol)	0.5	%
Rufiel	1.0	%

- Acción a seguir si la Muestra no está dentro de especificaciones

Se debe notificar a la Jefatura del Departamento.

Nota: Después de analizar un embarque en el laboratorio, es deseable una prueba de la perfomance del embarque en la planta (apreciar color del polímero) antes de su consumo final).

3.1.4 Oxido de Antimonio

- Composición

Se toma una muestra de cada tambor. Muestras de mezcla de 250 gm. (sólo de un abastecedor).

- Frecuencia

Cada embarque

- Especificaciones

Propiedades	Standard	Unidades
Apariencia	Polvo blanco, libre de terrones	
Contenido	99.0	% peso
Fierro	10	ppm
Reflectancia a 460 mm.	min. 90	%

- Acción a seguir si la Muestra no está dentro de especificaciones.

Se debe notificar a la Jefatura del Departamento.

3.1.5 Acetato de Manganeso

- Composición

Se toma muestra de cada tambor. Se prepara una mezcla total de 250 cc.

- Frecuencia

Cada embarque.

- Especificaciones

Propiedades	Standard	Unidades
Contenido de Manganeso	22.2 - 22.8	% peso
Contenido de agua	28.5 - 30.5	% peso
Insolubilidad en agua	30	ppm

- Acción a seguir si la Muestra no está dentro de especificaciones

Se debe notificar a la cabeza del departamento.

3.1.6 TPPa (TriFenil Fosfato)

- Composición

Se toma muestra de cada tambor. Se prepara una mezcla total de 250 cc.

- Frecuencia

Cada embarque.

- Especificaciones

Propiedades	Standard	Unidades
Contenido de Fosfato	20.2 - 20.8	% peso
Contenido de Agua	26.5 - 28.5	% peso

- Acción a seguir si la Muestra no está dentro de especificaciones

Se debe notificar a la Jefatura del Departamento.

3.2 Productos Intermedios

3.2.1 DiOxido de Titanio en Suspensión en Glicol

- Composición

Se toma 1 lt. de muestra de los tanques de almacenaje.

- Frecuencia

Cada carga.

- Especificaciones

Propiedades	Standard	Unidades
Antes de que la suspensión de TiO_2 pueda ser usada para producir polímero se debe investigar y aprobar el Contenido de TiO_2	19.9 - 20.1	% peso

- Acción a seguir si la Muestra está fuera de especificación

-Si la concentración fuera demasiado alta: Se debe calcular la cantidad de glicol a agregarse. Luego se notifica al Supervisor de Planta. Después de la corrección, se toma una nueva muestra de los tanques y se determina nuevamente la concentración. Se debe repetir este procedimiento hasta que la muestra esté dentro de especificación. Preparar un formato (hoja) de corrección.

-Si la concentración fuera demasiado baja: Calcular la cantidad de suspensión de TiO_2 para .../

/...
ser agregada al reactor de interesterificación,
notificando al Supervisor de Planta. Preparar
un formato (hoja) de corrección.

3.3 Productos de Recuperación

3.3.1 Glicol de Recuperación

- Composición

Se toma una muestra de 500 cc. de glicol del buffer tank.

- Frecuencia

Antes de admitir el contenido del buffer tanque al tanque de alimentación se debe investigar y aprobar:

Propiedades	Standard	Unidades
Apariencia	Clara e incolora	
Extinción	0.090	
Extinción después de calentmta	0.140	
Contenido de agua	0.10	% peso
Contenido de ácido	0.30	meq/Kg
Contenido de Fierro	0.50	ppm
Total de aldehidos	1.50	meq/Kg
Contenido de DEG	0.10	% peso
Contenido de Fenol	0.15	% peso
Saponificación	0.30	% peso
Glicol/aldehidos	30	ppm

- Acción a seguir si la Muestra no está dentro de especificaciones

Se debe notificar a la Jefatura del Departamento, regresar la carga (glicol) al tanque de glicol sucio. Se debe preparar un formato indicando el destino del producto.

3.3.2 Glicol Sucio

- Composición

Se toma 500 cc. de muestra del calentador de pre destilado.

- Frecuencia

Una vez por carga

- Especificaciones

Propiedades	Standard	Unidades
Acidez	1.0 - 1.5	meq/Kg
Saponificación	0.15 - 0.25	% peso
DE G	0.40 - 0.50	% peso
Fenol	0.10 - 0.15	% peso

- Acción a seguir si la Muestra está fuera de especificaciones

Notificar a la Jefatura del Departamento.

3.4 Materiales para el Laboratorio Químico

3.4.1 Meta-Cresol

- Composición

Se toman 250 cc. de muestra de un tambor.

- Frecuencia

Cada tambor.

- Especificaciones

Propiedades	Standard	Unidades
Humedad	0.20	% peso
Rango de Ebullición	200 - 210	°C

- Acción a seguir si la Muestra está fuera de especificaciones

Se debe notificar a la Jefatura del Departamento.

3.5 Productos Finales

3.5.1 Gránulos

- Composición

Se toma una muestra de 150 gm. exactamente a la mitad de la extrusión. Esta muestra se obtiene debajo del recipiente vibratorio a partir del flujo de gránulos que está yendo a los tanques.

- Frecuencia

A cada carga: viscosidad, contenido de cenizas, amarillamiento, contenido de DEG y espesor del gránulo.

Nota.- Después de usar parte de la muestra para los análisis de rutina, se debe almacenar el resto de dicha muestra para futura referencia.

3.5.2 Especificaciones (límites de tolerancia) (Gráficos 3.5.2.7 y 3.5.2.8)

Los límites de tolerancia en las especificaciones...

/...

nes pertenecen al grupo al cual ellos son mencio
nados.

Viscosidad. Para gránulos semimate y brillante:

Calidad A : 1.615 - 1.645

Calidad B : 1.600 - 1.614 y 1.646 - 1.660

Calidad C : 1.580 - 1.599 y 1.661 - 1.680

Calidad D : 1.579 y más bajo, 1.681 y más alto.

Contenido de cenizas (% peso). Semi-Mate:

Calidad A : 0.47 - 0.53

B : 0.45 - 0.46 y 0.54 - 0.55

C : 0.25 - 0.44 y 0.56 - 0.75

D : 0.24 y más bajo, 0.76 y más alto.

Amarillamiento. Para semi-mate y brillante:

El amarillamiento (color) puede variar de acuer
do a la condición del aparato de polimerización
y de la calidad de la materia prima.

Los valores absolutos para amarillamiento se ten
drán que establecer después de algunas corridas
de prueba.

los siguientes datos indican las tolerancias pa
ra las calidades A, B, C y D :

Calidad A : 0.11

Calidad B : 0.05 unidades adyacentes a los lími
tes alto y bajo de la calidad A.

Calidad C : 0.05 unidades adyacentes a los lími
tes superior e inferior de la cali
dad B.

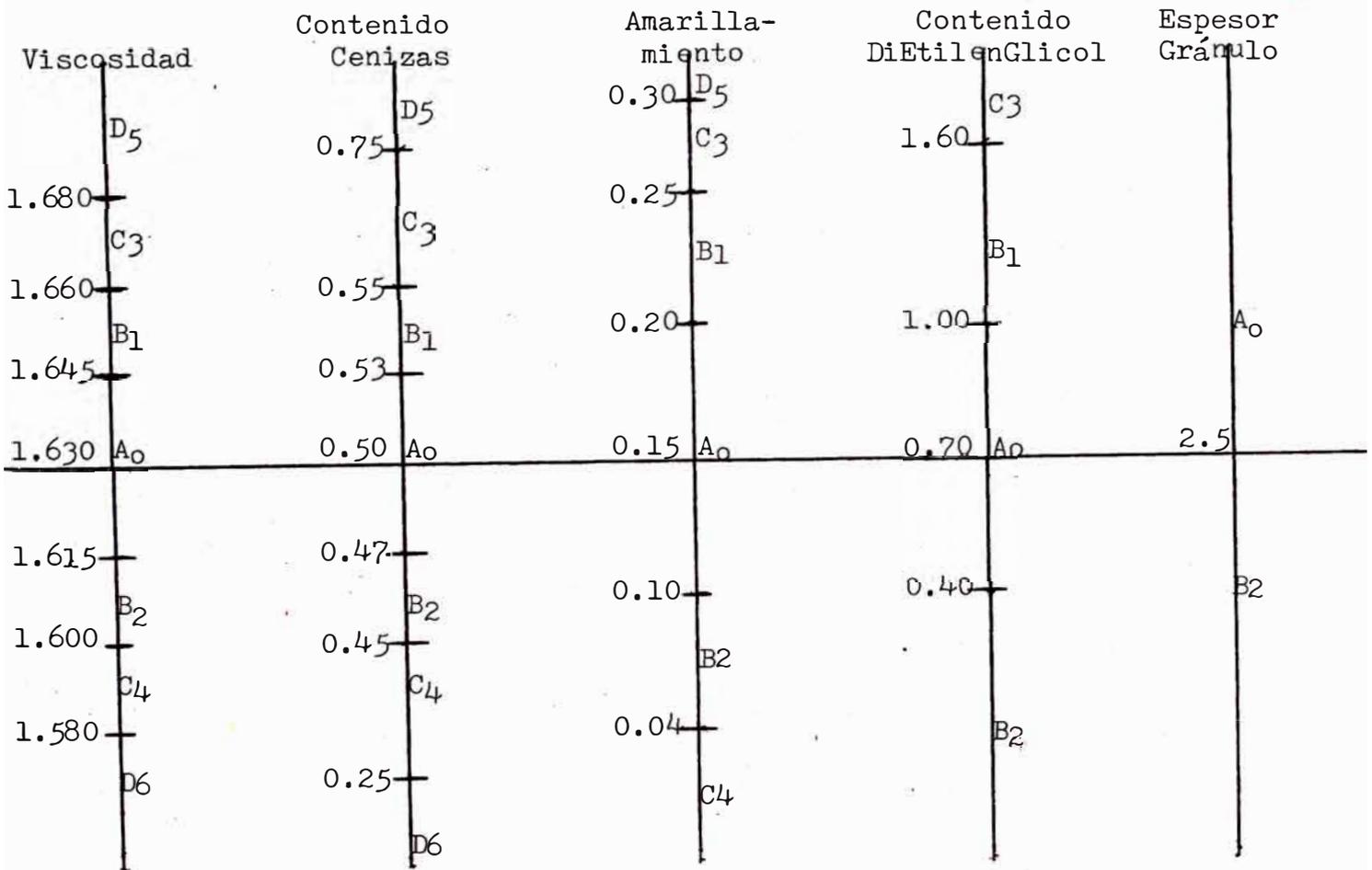
GRAFICO 3.5.2.7

ESPECIFICACIONES DE GRANULOS DE POLIMERO

SEMIMATE

Catalizadores : 300 meq/Kg Mn Ac₂ 68 mg/Kg Mn
 400 meq/Kg Sb₂O₃ 340 mg/Kg Sb
 300 meq/Kg TPPa 28 mg/Kg P

Adición : 0.5 % TiO₂



Calidad D : Adyacente al límite superior de la calidad C.

El siguiente ejemplo ilustra al respecto:

- Si la mediana de ciertos valores standard para amarillamiento después de corridas de prueba está afuera 0.15, deben ser escogidas las siguientes especificaciones:

Calidad A : 0.10 - 0.20

Calidad B : 0.05 - 0.09 y 0.21 - 0.25

Calidad C : 0.00 - 0.04 y 0.26 - 0.30

Calidad D : 0.01 y más bajo, 0.31 y más alto.

Contenido de DEG (%peso). Las especificaciones para DEG son tentativas. Semi-mate y Brillante:

Calidad A : 0.40 - 1.00

Calidad B : 0.40 y más bajo y 1.00 - 1.61

Calidad C : 1.61 y más alto.

Espesor de Gránulos (mm.) Para semi-mate y brillante:

Los valores del espesor del gránulo se derivan a partir de 10 mediciones independientes del espesor (por muestra) a partir de la cual se usa un valor promedio.

Calidad A : 2.5 mm. y más alto

Calidad B : 2.4 mm. y más bajo.

3.5.3 Número de Mediciones a llevarse a cabo.

Con pocas excepciones (las que serán mencionadas en esta sección) todas las mediciones deben .../

/...

ser hechas solo una vez por carga para determinar el grupo de calidad de un polímero característico. Un ejemplo de estas excepciones está dado líneas abajo.

Para ver instrucciones completar recurrir a desviaciones del proceso (item 5.5.6)

- Desviación del peso de la carga.

En este caso, deben tomarse dos medidas independientes de la viscosidad.

Finalmente después de un :

- Arranque de planta o de línea.
- Reparación general de reactor de policondensación
- Reparación del agitador de la policondensación.
- Reparación del registrador de consumo de potencia en la policondensación.
- Cambio del tipo de polímero.

Deben ser tomadas dos medidas independientes de la viscosidad de las 5 primeras cargas a producirse. Las viscosidades pertenecen a la calidad A en este caso, cuando el valor promedio (de 2 mediciones) está ubicado dentro del rango 1.620 - 1.640

3.5.4 Representación de Datos (Gráfico 3.5.4.9)

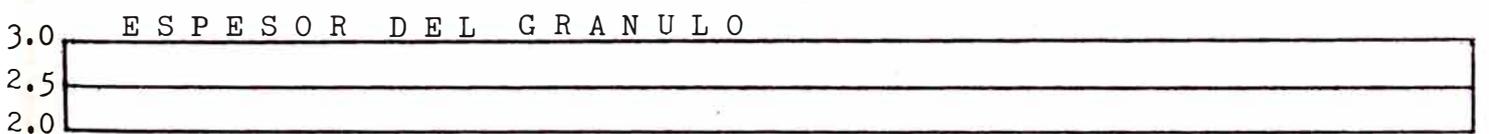
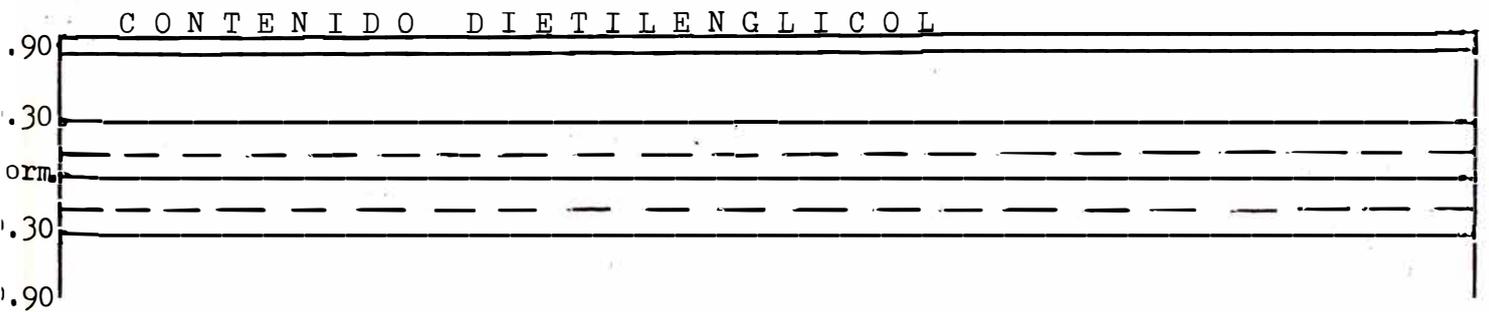
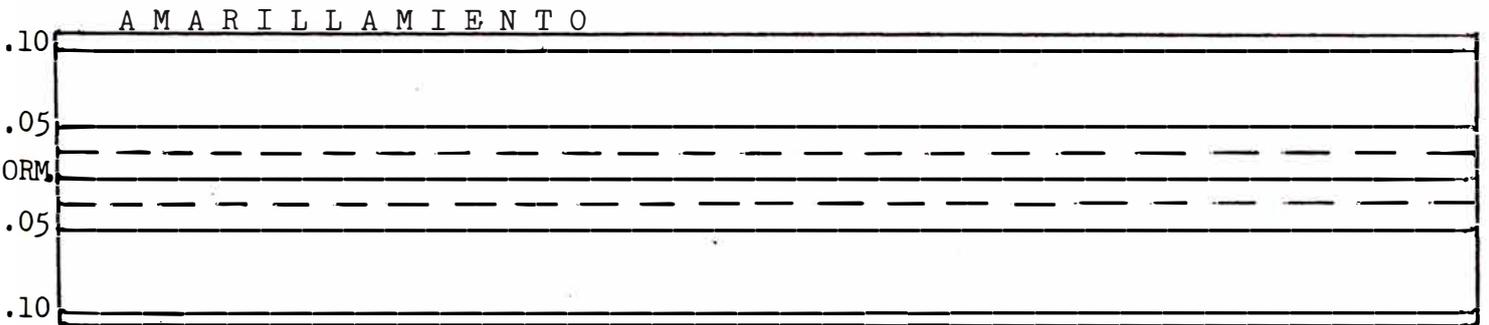
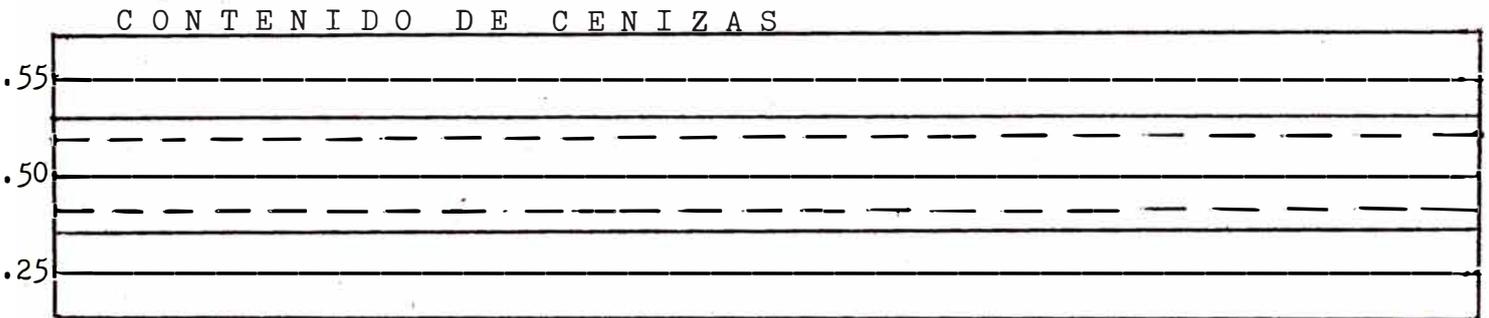
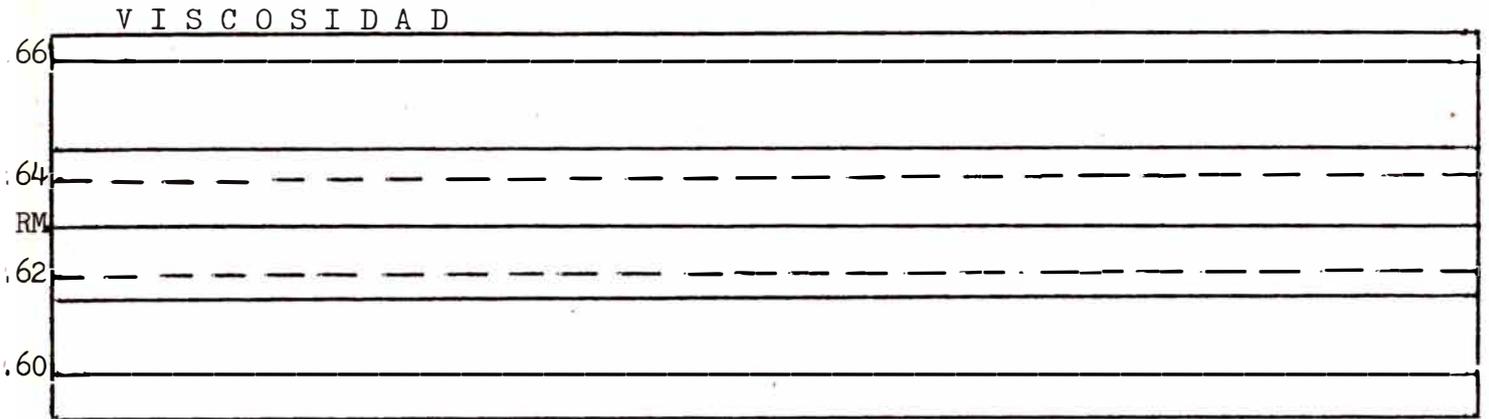
Las siguientes propiedades del gránulo deben ser registradas en un gráfico.

- Viscosidad

Contenido cenizas

.../

GRAFICO 3.5.4.9
ANALISIS DEL GRANULO



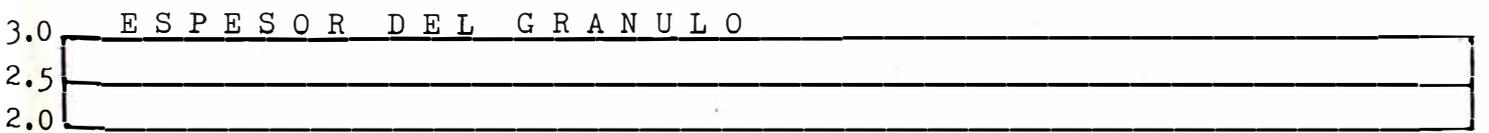
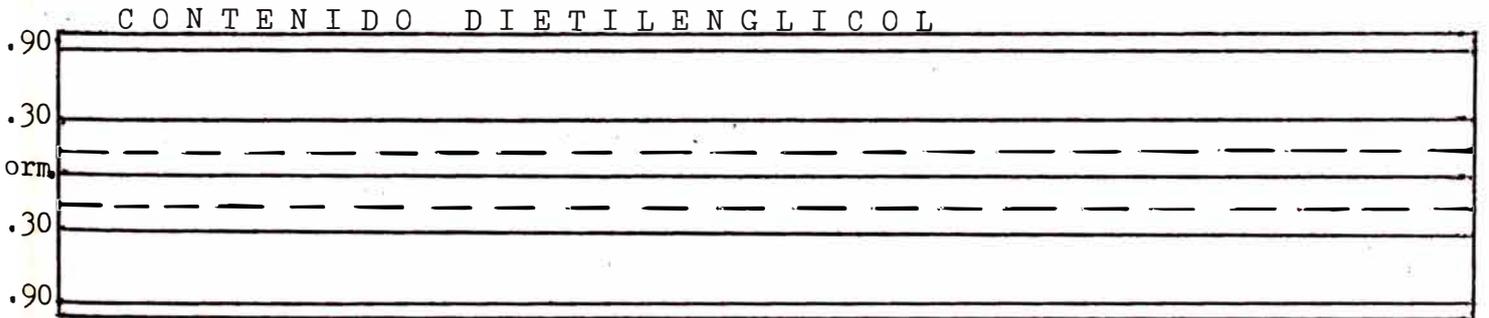
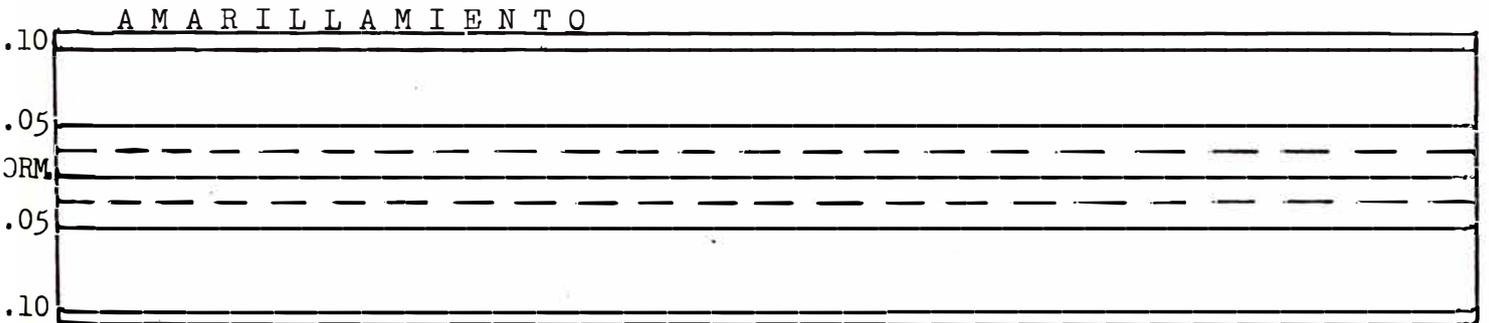
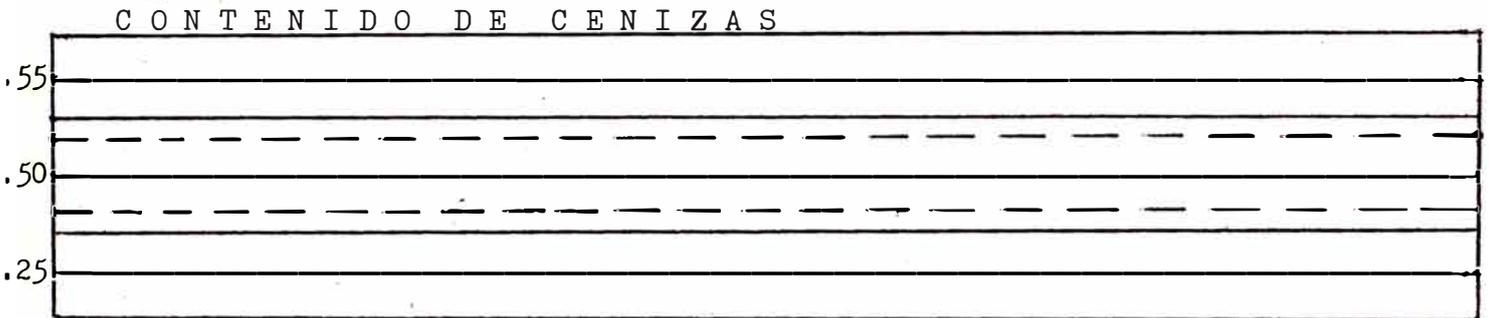
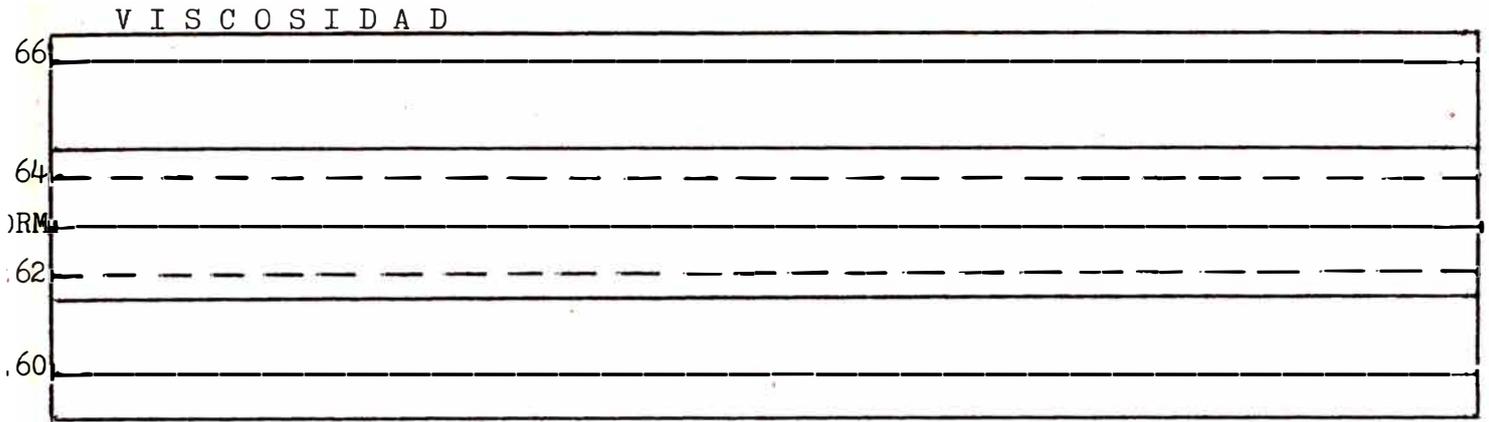
LARGA...

1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5
NUMERO						NUMERO					

IA

IANA

GRAFICO 3.5.4.9
ANALISIS DEL GRANULO



REGA
IA 1 2 3 4 5 6 7 1 2 3 4 5
IANA NUMERO NUMERO

- /...
- Amarillamiento
 - Contenido de DEG
 - Espesor de gránulos

En los gráficos se dibujan 4 clases de líneas:

- Una línea azul representando la mediana de los valores standard.
- Una línea verde representando los límites superior e inferior de los valores standard.
- Una línea roja representando los límites superior e inferior de los valores sub-standard.
- Una línea punteada azul representando los límites de advertencia.

Otros registros de datos en gráficos (Gráfico 3.5.4.10) usados para control del proceso son:

- Temperatura de la carga al final de la policondensación.
- Tiempo de la reacción de policondensación.

Ambos datos deben ser copiados del formato de la carga (Gráfico 3.5.4.11)

3.5.5 Evaluación de la Calidad del Gránulo a Partir de los Resultados de los Análisis

Especificaciones y Desviaciones del Proceso

a) Características del Polímero

Las características básicas del polímero.

- Viscosidad
- Contenido de cenizas
- Amarillamiento

están divididas de acuerdo a los resultados de.../

/...

las pruebas y especificaciones en cuatro grupos de calidad que son:

Calidad A, B, C y D. Siendo la calidad A superior a la B, C y D. La calidad B superior a la C y D. La calidad C superior a la calidad D.

SE DEBE APLICAR SIEMPRE LA SIGUIENTE REGLA:
LA MENOR CALIDAD SUPERIOR DE UNA O MAS CARACTERISTICAS DETERMINA LA CALIDAD TOTAL O EXTREMA DEL POLIMERO.

Este también es el caso para el contenido de DEG el cual sólo tiene 3 grupos de calidad:

Calidad A, B y C. También para el espesor del gránulo el que tiene sólo calidad A y B.

b) Desviaciones del Proceso

- Debido a que desviaciones en las condiciones del proceso pueden ser causa de desviaciones en la calidad del polímero, las que no aparecen en las pruebas de calidad de rutina mencionadas anteriormente, deben ser consideradas las desviaciones del proceso para la evaluación de la calidad de los gránulos.
- Las desviaciones del proceso (cuando ellas ocurren) deben ser anotadas mediante un código en el formato de la carga. Estas desviaciones son:
Código B 1) Pérdida de vacío por entrada de aire por la boca de extrusión
P 2) Aumento de presión durante la policondensación (P.C.)

.../

- R 3) Cuando el intervalo entre la parada y el arranque del agitador antes de la extrusión es más de 15 minutos.
Cuando se para la extrusión más de 10 minutos.
- T 4) Cuando el intervalo entre la parada y arranque del agitador (tiempo de policondensación) es más de 3 hr. 20 minutos.
- E 5) El consumo de potencia (Kw ó incremento) del agitador no alcanza el valor prescrito.
- W 6) Parar el agitador a un valor equivocado (+) de consumo de potencia.
- K 7) Una desviación en la cantidad de catalizador o TPPa agregada, mayor del 5% (carga).
- G 8) Una desviación en el peso de la carga (DMT ó glicol) mayor del 5%.
- U 9) Cuando el polímero ha sido almacenado como cinta o banda
- X 10) Color anormal del gránulo.
- V 11) Impurezas externas del gránulo (sucio ó con partículas negras)
- A 12) Este código se usará para desviaciones no especificadas aquí.
- La regla general para estas desviaciones del proceso es que cuando uno o más de estos items son anotados en el formato de la carga, ésta pasa automáticamente a calidad B, aún cuando todas las pruebas resulten dentro de las especificaciones de la calidad A. Esto se hace como seguridad.

- Cuando uno o más de estos resultados de análisis indican calidad C, una carga con una desviación del proceso se convierte en calidad C con mayor razón.
- En los siguientes casos, una carga con una desviación de proceso cuyos resultados de pruebas la ubican dentro de las especificaciones de calidad A puede permanecer o llegar a ser una carga de calidad A.

En relación con el ítem 6 (código W). Cuando se para el agitador a un valor equivocado (+) de consumo de potencia.

Cuando la desviación es sólo una unidad de la escala.

Se deben determinar 2 medidas independientes para la viscosidad. Cuando el valor promedio de estas 2 determinaciones está ubicada dentro del rango 1.620 - 1.640 la carga será de calidad A.

En relación con el ítem 8 (código G). Desviación en el peso de carga (DMT ó glicol) mayor del 5%.

Cuando las adiciones de catalizadores y el valor del consumo de potencia del agitador ha sido corregido para la desviación en el peso de la carga:

Se deben tomar 2 medidas independientes de la viscosidad. Si el valor promedio de estas 2 determinaciones está ubicado dentro del rango 1.620 - 1.640 la carga será de calidad A.

En relación con el ítem 9 (código U). Que el polímero haya sido almacenado como cinta o banda. Si todos los resultados de los análisis indican calidad A y la cinta que ha estado en contacto con el suelo ha sido limpiada (esponja húmeda y toalla húmeda) la carga será de calidad A.

- También ocurren otras desviaciones de proceso en el formato de carga y adelantan a otras conclusiones que en relación con calidad son:

En relación con el ítem 10 (código X). Color anormal del gránulo.

Mantener la carga aparte de las otras, almacenar la en barriles. Notificar a la Jefatura del Departamento. El destino de los gránulos debe ser decidido por el Departamento de Control de Calidad.

En relación con el ítem 11 (código V). Impurezas externas del gránulo (sucio ó partículas negras).

Ver la observación debajo del ítem 10.

3.5.6 Código de Calidad para Gránulos.

- Como se ha mencionado con anterioridad hay 4 grupos de calidad: A, B, C y D.
- Las calidades B, C y D cada una se dividen en B(c) calidad "alta y B(c) calidad "baja"
- La calidad B "alta" adyacente a la calidad (A) standard límite superior y calidad C "alta" adyacente a la calidad B límite superior.

- La calidad B "baja" adyacente a la calidad (A) standard límite inferior y calidad C "baja" adyacente a la calidad B límite inferior, etc.

La siguiente figura ilustra al respecto:

D "alta"	Código 5
C "alta"	Código 3
B "alta"	Código 1
A (standard)	Código 0
B "baja"	Código 2
C "baja"	Código 4
D "baja"	Código 6

Excepciones a esta regla son:

- 1) Contenido DEG que sólo tiene la calidad A (standard), calidad B "alta" y "baja" y calidad C "alta".
- 2) Espesor del gránulo que sólo tiene calidad A y calidad B "baja".

Los códigos para los diferentes grupos de calidad están indicados en el lado derecho de la figura. Estos códigos son usados en 6 grupos de posiciones.

a b c d e f

Donde: posición a	identifica	Calidad Total(ABCD)
" b "		Viscosidad
" c "		Contenido cenizas
" d "		Amarillamiento
" e "		Contenido DEG
" f "		Espesor del Gránulo

Este grupo de códigos nos proporciona información detallada acerca de la calidad del gránulo en una forma simple y directa a partir del formato de la carga.

- Por ejemplo, una carga de calidad C, de polímero semi-mate, debido a alta viscosidad con:

"alta" calidad B amarillamiento

"baja" calidad B contenido DEG

"baja" calidad B espesor del gránulo

Será denotada por : C30122

- Es evidente que una carga de calidad A será denotada por A00000 y que una carga de calidad B con una desviación del proceso pero con todos los resultados de las pruebas ubicándolo dentro de las especificaciones de calidad A será denotado por B00000.

3.5.7 Destino de los Gránulos

A partir de los tanques de recepción de gránulos estos gránulos pueden ser transportados (soplados por aire) a:

Tanques para semi-mate o tanques para gránulos brillantes.

También pueden ser cargados en barriles.

- Cuando una carga es de calidad A debe ser cargada en un tanque de calidad A.
- Para cada tipo de polímero (semi-mate y brillante) hay dos tanques de almacenaje de calidad A

.../

/...

de 60 ton. cada uno, y un tanque de calidad B de 20 ton. de capacidad.

- El laboratorio químico tiene que decidir sobre el destino de los gránulos y debe anotar ese destino en el formato de la carga.
- Se aplica la siguiente regla: Las cargas de calidad A de un tipo de polímeros hechas durante un turno de 8 horas son cargadas en un tanque de calidad A.
- Las cargas de calidad A de ese tipo de polímero hechas durante el siguiente turno serán cargadas en el otro tanque de calidad A.
- Es claro que las cargas de calidad B de un tipo de polímero deben ser todas cargadas en el tanque de calidad B.

Por Ejemplo: Semi-mate

Durante el primer turno 2 cargas de semi-mate fueron analizadas en el lab-químico: la primera del turno fue de calidad A y es cargada en el tanque X; la segunda del turno fue de calidad B y es cargada en el tanque Z. Durante el siguiente turno también son analizadas 2 cargas de semi-mate: la primera del turno es de calidad A y es cargada en el tanque Y, la segunda del turno es de calidad B y es cargada en el tanque Z.

- Las cargas de calidad C y D serán siempre descargadas en barriles.

Las cargas de calidad C serán usadas sólo para
.../

/...

producción de fibra. En este caso el 2% de los gránulos de calidad C del mismo tipo de polímero es agregado a cada carga de calidad A y B en los tanques de gránulos antes de soplarlos a los tanques de almacenamiento.

- Las cargas de calidad D no son usadas para producción normal.

CAPITULO 4

CONTROL DEL PROCESO

4.0 GENERALIDADES

Para un eficaz control del proceso deben ser recordados un gran número de detalles.

Los instrumentos necesarios para conservar los registros directamente son:

- 1) El formato de la carga (Gráfico 3.5.4.11)
- 2) La hoja de producción (Gráfico 4.0.12)
- 3) Los gráficos con los resultados de los análisis (Gráficos 3.5.4.9 y 3.5.4.10)

4.1 CONTROL DEL PROCESO BASADO EN VALORES DE VISCOSIDAD DEL GRANULO.

- El gráfico de viscosidad del gránulo incluyendo los límites de advertencia provee de la herramienta para el control del proceso en relación con la viscosidad.
- Las especificaciones de los límites de advertencia para viscosidad (semi-mate y brillante) son 1.620 - 1.640.
- En un determinado número de casos el valor de la viscosidad de un carga no puede ser usado para el control del proceso.

Estos son:

Cargas de calidad B originadas por desviaciones del proceso R, E, W ó G (ver item 5.5).

H O J A D E P R O D U C C I O N					
FECHA :					
LINEA No. :					
POLIMERO :			Instrum.		
CALIDAD	1 Viscosidad				
	2 Contenido cenizas	%			
	3 Amarillamiento				
	4 Contenido DEG	%			
FUNDIDOR	1 Glicol Virgen	lts			
	2 Glicol Regenerado	lts			
	3 DMT	kg			
	4 Temp. Final Fundidor	°C			
	5 Parar Calefacción	°C			
	6 Presión Nitrógeno	bar			
INTER - ESTERIFICADOR	1 Glicol Frío	lts			
	2 Catalizador 1	gr			
	3 Adición Catalizador 1	°C			
	4 Temp. Tope Columna	°C			
	5 Fijar Presión	mm			
	6 Cambio Meth - Glicol	°C			
	7 Estabilizador	gr			
	8 Adición del Estabilizador	min			
	9 Suspensión Titanio (20%)	lts			
	10 Adición de Titanio	min			
	11 Catalizador 2	gr			
	12 Adición de Catalizador 2	min			
	13 Tiempo de espera	min			
	14 Temperatura Final	°C			
	15 Presión de Nitrógeno	bar			
AUTOCCLAVE	1 Temp. Dowtherm alta	°C			
	2 Temp. Dowtherm baja	°C			
	3 Temp. Carga alta/baja	°C			
	4 Temp. Máxima Carga	°C			
	5 Temp. Final Carga	°C			
	6 Programa Vacío	N			
	7 Cambio Velocidad Agitador	kw			
	8 Parar Agitador	kw			
	9 Programa Condensación Glicol	N			
	10 Tiempo Máximo Policondensación	min			
	11 Presión Extrusor	bar			

Cargas con un contenido de DEG fuera de la calidad A.
Cargas que tienen una temperatura final de policondensación diferente en más de 2°C del valor prescrito.

Anotar los valores de viscosidad de estas cargas en el gráfico con X.

- Dependiendo del valor de la viscosidad, el laboratorio debe dar una corrección al proceso a la planta, usando las siguientes reglas:

4.1.1 Cuando el primer valor de la viscosidad (promedio de 2 medidas independientes ver el ítem 5.3) y después de un:

- arranque de planta o circuito
- reparación general del reactor de policondensación.
- reparación del agitador de policondensación
- reparación del registro de consumo de potencia para policondensación
- cambio en el tipo de polímero.

está afuera de las especificaciones de calidad B (sin causa evidente), se hará una corrección de más de 2 unidades de la escala para el registrador de consumo de potencia del agitador en la policondensación (Rango de la escala es de 0-25 Kw., 1 unidad de la escala es 0.25 Kw.). La corrección tiene que ser calculada por el laboratorio usando la siguiente regla:

Si el primer valor de la viscosidad está dentro de las especificaciones de calidad B pero fuera de la calidad A, bajo estas circunstancias se hace una corrección de 2 unidades de la escala (0.5 Kw).

Si después de la corrección mencionada anteriormente la viscosidad de la segunda carga:

- 1) Indica calidad A ó calidad B (al mismo lado de la mediana de calidad standard de la viscosidad de la primera carga), no se requiere una acción inmediata.
- 2) Está todavía afuera de especificaciones de calidad B (y al mismo lado de la mediana de la viscosidad de la primera carga), chequear si la primera corrección fue realizada realmente. Si así ha sido, hacer otra corrección.
- 3) Indica calidad B ó C (en el otro lado de la mediana de la viscosidad de la primera carga) reducir la corrección original en una unidad de la escala (0.25 Kw.)

4.1.2 Aparte de la situación descrita en el ítem 1.1 (arranque, cambio del tipo de polímero y otros) se aplica la siguiente regla durante una operación normal:

Si el primer valor de la viscosidad, después de realizar una corrección al consumo de potencia del agitador, vuelve a estar fuera de los límites...

/...

tes de advertencia se debe:

- chequear si la corrección ha sido llevada a cabo realmente.
- si ha habido un error, debe ser corregido tan pronto como sea posible.

sólo puede ser hecha una nueva corrección, cuando la viscosidad de la 2ª carga (después de la 1ª corrección) sea conocida.

Se aplica la misma regla para la primera carga que esté fuera de los límites de advertencia después de un hervido; se no tomará ninguna acción hasta que la viscosidad de la 2ª carga (después del hervido) sea conocida.

NOTA.- El consumo de potencia del agitador para cada primera carga después de un hervido tiene que ser corregido automáticamente (por el Dpto. de producción) quitándole ó restándole 2 unidades de la escala comparado con el valor normal de la hoja de producción. La segunda carga tiene el valor normal de nuevo.

- Tan pronto como los valores de viscosidad de 2 cargas con el mismo valor para el consumo de potencia sean conocidas, empiezan los procedimientos de control de proceso.

Si esto no es posible debido al hecho de que las 6 subsiguientes cargas son todas anormales, se debe notificar a la jefatura del Dpto. de Control de Calidad.

4.1.2.1

Cuando 2 cargas seguidas están ambas fuera de los límites de advertencia (al mismo lado), se hará una corrección de una unidad de la escala para el consumo de potencia del agitador.

4.1.2.2

Cuando 5 cargas seguidas están todas fuera de los límites de advertencia (al mismo lado del valor normal), se hará una corrección de una unidad de la escala para el consumo de potencia del agitador.

4.2 CONTROL DEL PROCESO BASADO EN VALORES DEL CONTENIDO DE CENIZAS DEL GRANULO.

Las especificaciones de los límites de advertencia para el contenido de cenizas (en % peso) son:

semi-mate ——— 0.480 - 0.520

- Como resultado de que la corrección para contenido de cenizas tiene que llevarse a cabo durante la interesterificación, el resultado de la corrección aparece normalmente en la 2ª carga después de la carga en la cual debido a los resultados de los análisis de contenido de cenizas se decidió hacer la corrección.

Ejemplo

En un momento dado la situación es:

a b c

Carga a una muestra ha sido analizada en el labo7
...7

ratorio químico; es necesario una corrección para el contenido de cenizas.

Carga b en el reactor de policondensación, no es posible la corrección.

Carga c en el reactor de interesterificación, se ha llevado a cabo la corrección en esta carga.

En un número determinado de casos el valor del contenido de cenizas de una carga no puede ser usado para correcciones. Estos casos son:

- Cargas con desviaciones en el peso.
- Cargas donde la cantidad de suspensión de T_1O_2 agregada se desvían de la cantidad prescrita.
- Cargas de calidad C (contenido de cenizas), cuando todas las cargas anteriores están dentro de las especificaciones de calidad A.

Anotar el valor del contenido de cenizas de estas cargas en el gráfico en forma especial.

Se deben utilizar las siguientes reglas:

4.2.1 Cuando el contenido de cenizas de la 1ª carga después

- de un arranque
- del comienzo de una nueva campana
- de un cambio en el tipo de polímero
está fuera de las especificaciones de calidad B sin causa evidente se debe:
 - mantener la carga aparte de las otras y almacenarla en barriles.

- realizar una nueva medición del contenido de cenizas.

si el valor de la 2ª medición está en el mismo nivel que el valor de la 1ª medición (y también fuera de especificación de calidad B), se tomará un valor promedio de estas 2 mediciones y con el agregado de este valor, calcular el grado de corrección para la cantidad de suspensión de T_1O_2 que se debe agregar al interesterificador.

Correcciones posteriores deben ser basadas en el valor promedio de por lo menos 2 valores de contenidos de cenizas de 2 cargas seguidas.

4.2.2 Bajo condiciones normales de operación una corrección en el contenido de cenizas debe realizarse tan pronto como:

- a) Cinco (5) cargas seguidas se encuentren en un lado del valor normal
- b) Dos (2) cargas seguidas se encuentren ambas fuera de los límites de advertencia (al mismo lado).

Bajo estas circunstancias la cantidad de corrección standard es el 2% de la última cantidad de suspensión agregada al interesterificador.

Cuando una corrección ha sido hecha anotar el lugar exacto en el gráfico para contenido de cenizas con una línea vertical negra.

Cuando el valor del contenido de cenizas de una carga es el promedio de 2 mediciones, usar este valor promedio para correcciones.

4.3 CONTROL DEL PROCESO BASADO EN VALORES DE AMARILLAMIENTO (COLOR) DEL GRANULO.

Debido a la selección del catalizador para el polímero, no es posible que influya en el amarillamiento del gránulo.

Si después de que un valor normal ha sido señalado fuera, el amarillamiento de 2 cargas siguientes normales está fuera de los límites de advertencia (a un lado) se debe notificar a la Jefatura del Departamento de Control de Calidad.

- Las especificaciones para los límites de advertencia son : valor normal \pm 0.02

En un determinado número de casos el valor del amarillamiento de una carga no puede ser usado para este control del proceso. Estos casos son:

- a) Cargas con desviaciones de proceso (ver el formato de la carga Gráfico 3.5.4.11)

Desv. proc. # 1 Pérdida de vacío por entrada de aire en la boca de extrusión.

Desv. proc. # 2 Aumento de presión durante la P.C.

Desv. proc. # 3 Tiempo entre parada y arranque del agitador exterior mayor de 20 minutos.

Desv. proc. # 4 Tiempo de P.C. mayor de 3 Hr. 20'

Desv. proc. # 7 Desviación en cantidad de catali-
zador.

Desv. proc. # 8 Desviación en el peso de la car-
ga mayor del 5%.

- b) Cargas que tienen una temperatura final de P.C. diferente en más de 2° al valor prescrito en la hoja de producción ó a la última corrección de laboratorio.

Anotar el valor del amarillamiento de las cargas mencionadas en a) y b) con una marca en el gráfi-
co para amarillamiento.

En general un cambio en el nivel de amarillamiento es indicación de otra desviación. Se chequearán to-
das las circunstancias del proceso, incluyendo la calidad de las materias primas para proveernos de
mayor información.

4.4 CONTROL DEL PROCESO BASADO EN LOS VALORES DEL CONTE- NIDO DE DIETILEN GLICOL (DEG) DEL GRANULO.

Las correcciones para el contenido de DEG pueden, dentro de ciertos límites, realizarse adaptando la temperatura final de la carga del interesterificador tanto para semi-mate como para brillante.

Las especificaciones para los límites de advertencia son: valor normal \pm 0.015%

Se aplican las siguientes reglas:

- La temperatura final de la carga del interesterificador es controlada por la válvula TRA fijada previamente.

- Cuando hay duda primero chequear si el valor actual del punto fijo TRA está de acuerdo con la instrucción de la hoja de producción ó la última corrección del laboratorio.
- En un determinado número de casos el valor del contenido de DEG de la carga no puede ser usado para correcciones del proceso. Estos casos son:
 - a) Cargas con desviaciones de proceso (Ver formato de carga)
 - Desv. proc. # 1 Pérdida de vacío por entrada de aire en la boca de extrusión.
 - Desv. proc. # 2 Aumento de presión durante la PC.
 - Desv. proc. # 4 Tiempo de P.C. mayor de 3 hr 20'
 - Desv. proc. # 5 Consumo potencial del agitador fuera del valor prescrito.
 - Anotar los valores del DEG de cargas con desviaciones de proceso mencionadas antes, con una "marca" en el gráfico de contenidos DEG.
 - b) Cargas que tengan valores del contenido de DEG iguales al valor mediano de la especificación del contenido de DEG para calidad A.
- Si los valores del contenido de DEG de las últimas 5 cargas están todos debajo del valor medio del contenido de DEG, el punto fijo TRA debe ser incrementado en 2°C.
- Si los valores de las últimas cargas están todos en cima del valor medio del contenido de DEG, el punto fijo TRA tiene que ser disminuido en 2°C.

- Cuando ha sido hecha una corrección, se debe anotar el lugar exacto con una línea negra vertical en el gráfico de contenido de DEG.
- Después de haber llevado a cabo una corrección en la temperatura del interesterificador, solo los valores del contenido de DEG de las siguientes cargas a la corrección, pueden ser usados para control del proceso.
- Si 2 cargas normales seguidas están fuera de los límites de advertencia (una a cada lado) se debe notificar a la Jefatura del Dpto. de Control de Calidad.

4.5 CONTROL DEL PROCESO BASADO EN LA TEMPERATURA DE POLICONDENSACIÓN DE LAS CARGAS.

Se aplican las siguientes reglas para todo tipo de polímeros:

- La especificación para los límites de advertencia es: valor normal \pm 2°C
- Chequear si el valor medio (línea azul) para la temperatura final de la carga está de acuerdo con la indicación en la hoja de producción ó con la última corrección del laboratorio.
- En el gráfico deben ser registradas la máxima (peak) temperatura y la temperatura final de la carga.
- Si la temperatura final de policondensación de la primera carga después de:
 - un arranque
 - el comienzo de una nueva

- hervido
- un cambio en el tipo de polímero
- correcciones de laboratorio (que no incluyen correcciones de T_{102})

se desvía 3°C ó más de la línea azul se debe:

Chequear si las temperaturas finales de policondensación de la actual carga están de acuerdo con los detalles de la hoja de producción ó de la última corrección del laboratorio. Si es así, se debe esperar a la segunda carga. Si la temperatura actual se desvía del valor prescrito esto tiene que ser remediado. En este caso considerar la próxima carga como si hubiera sido la primera siguiente a la corrección del laboratorio.

- Si la temperatura final de policondensación de las 2 primeras cargas después de un arranque, etc., o una corrección de laboratorio difiere en 3°C ó más el valor medio (línea azul) y están en el mismo lado de la línea azul, hacer una corrección en el interruptor del difilo "alto" a "bajo" a temperatura de carga de policondensación que sea 2°C más alta ó más baja que la anterior.

Empezar de nuevo con el mismo procedimiento mencionado en el ítem precedente.

- Cuando se ha hecho una corrección de temperatura, se debe anotar el lugar exacto en el gráfico de temperaturas finales de policondensación con una línea corta y la letra "K".

- Si las temperaturas finales de policondensación de las primeras 2 cargas después de un arranque ó de una corrección de laboratorio están:

- a) Ambas dentro de los límites de advertencia.
- b) Ambas fuera de los límites de advertencia pero una a cada lado del valor normal,

no debe ser efectuada ninguna corrección.

Si 5 cargas seguidas están todas en el mismo lado de la línea azul, la temperatura de policondensación de la carga a la cual la presión del difilo tiene que ser cambiada de "alta a "baja" debe ser aumentada o disminuida en 1°C.

No deben ser usadas para control del proceso, las temperaturas finales de policondensación de las siguientes cargas:

- Cargas que tengan temperaturas finales de policondensación idénticas al valor de la línea azul.
- Cargas en las cuales el interruptor de difilo "alto" a "bajo" ha sido llevado a un valor equivocado de la temperatura de policondensación de la carga.

4.6 CONTROL DEL PROCESO BASADO EN EL TIEMPO DE POLICONDENSACION.

Tan pronto como el valor promedio del movimiento del tiempo de policondensación de 5 cargas exceda de 3 hr 10' se debe notificar al supervisor de planta. El reactor de policondensación concerniente tendrá que ser hervido tan pronto como sea posible, junto una inspección del sistema de vacío.

No deben ser usados en este caso, los tiempos de policondensación de cargas con las siguientes desviaciones de proceso:

pérdida de vacío por ingreso de aire por la boca de extrusión.

- desviación en el peso de la carga mayor del 5%
- desviación del catalizador ó en cantidad de TPPa
- paro del agitador en un valor errado de potencia.

4.7 CONTROL DEL PROCESO EN EL LABORATORIO QUIMICO

RESULTADOS MUESTRAS

- El análisis de muestras standard para ensayos tiene que realizarse con dos determinaciones por el laboratorio químico, ejemplo: viscosidad de la solución y contenido de DEG.
- El propósito de este procedimiento es tener un chequeo regular de la seguridad ó confianza de la determinación, especialmente si puede existir influencia de reparaciones en las medidas de los aparatos ó se han introducido nuevos equipos, etc.

Procedimiento. Se toma una muestra de mitad de carga de más o menos 1 Kg. de gránulos de una carga de calidad A, que tenga ambos valores de viscosidad y DEG cerca al valor normal. Esta muestra es molida y homogenizada.

Cada turno (8 horas) esta muestra es analizada.

Los resultados (DEG y viscosidad) se colocan en un gráfico, junto con todos los cambios de circunstancias en el laboratorio que se anotarán con un código

Viscosidad

- Código 1 limpieza y viscosímetro nuevo
2 nueva carga de meta-cresol
3 nuevo termómetro standard
4 nuevo termómetro de contacto
5 nuevas muestras standard para ensayo

DEG

- Código 1 nueva saponificación
2 nueva solución de hidrazina
3 nueva columna
4 nuevo detector
5 nuevo registrador
6 nueva muestra

En este gráfico los límites de advertencia están colocados en rojo, sus especificaciones son:

viscosidad : valor normal \pm 0.007

DEG : valor normal \pm 0.03

Si una muestra standard proporciona un resultado de análisis fuera de los límites de advertencia, se debe repetir la determinación dos veces.

- a) Si estas 2 veces están dentro de los límites de advertencia, continuar con el procedimiento.
- b) Si estas 2 veces también están fuera de los límites de advertencia, se debe notificar a la Jefa--tura del Dpto. de Control de Calidad y empezar a investigar la causa.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

- El presente manual constituye una guía fundamental en una planta de policondensación para producción de gránulos de poliéster.
- Cubre absolutamente todas las etapas, desde las materias primas, productos intermedios y de recuperación hasta la calidad de los gránulos finales.
- Es esencial conseguir y luego mantener una calidad constante del gránulo o mejor expresado que dicho gránulo mantenga sus características lo más homogéneas posibles a través del tiempo.
- Esto se logra mediante el control y modificaciones necesarias en los distintos parámetros del proceso aquí mencionado.
- La observancia y seguimiento cuidadoso de los pasos mencionados antes, se reflejará beneficiosamente en posteriores procesos industriales y textiles de manufactura de variados artículos.

BIBLIOGRAFIA

Colaboración y asesoría del Ing. H.P.H. Vrijens de AKZO INTERNATIONAL - ARNHEM - HOLANDA para MANUFACTURA NYLON = QUIMICO INDUSTRIAL DE LIMA - PERU.