

Evaluación del efecto de la degradación y maduración del coagulo de caucho natural sobre el contenido de DRC en la planta de la Compañía Cauchera Colombiana S.A.

Juan David Suarez Ortiz

Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Químico
Modalidad Práctica empresarial

Director:

Andrea Paola Sandoval Correa

M. Sc. Ingeniera Química

Codirector:

Cesar Augusto Bravo Sanabria

M.Sc. Ingeniero Químico

Tutor:

Miller Adrián Carrero

Ingeniero Químico

Universidad Industrial de Santander
Facultad de Ingenierías Físicoquímicas
Escuela de Ingeniería Química
Bucaramanga

2025

Lista de Tablas

	Pág.
Introducción	8
1. Objetivos	11
1.1. Objetivo General.....	11
1.2. Objetivos Específicos	11
2. Marco Conceptual	11
2.1. Producción de caucho técnicamente especificado en CCC	17
3. Estado del Arte	18
4. Metodología.....	22
4.1 Fase 1 Preanalítica: Estudio de las variables y su influencia con la descomposición y pérdida de material.	25
4.2 Fase 2 Analítica: Desarrollo de pruebas experimentales a escala piloto y laboratorio ..	28
4.3 Fase 3 Post analítica: Análisis de los efectos de la degradación	30
5. Resultados	31
5.1 Resultados de la prueba de mermas a escala piloto.....	31
5.2 Resultados de la prueba adicional estadística del %DRC.	38
5.3 Resultados de caracterización FTIR del coagulo	42
6. Conclusiones.....	45
7. Recomendaciones.....	46
Referencias Bibliográficas	48

Apéndices.....53

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1. Tipos de degradación y sus propiedades	13
Tabla 2. Degradaciones del coagulo caucho natural en el área de almacenamiento.	14
Tabla 3. Clasificación de las variables implicadas durante las pruebas	25
Tabla 4. Disposición de los lotes en planta para la prueba-trazabilidad.....	32
Tabla 5. Resultados de DRC de los lotes al inicio y final del almacenamiento	33
Tabla 6. Análisis de los resultados respecto a la tabla 5.....	34
Tabla 7. Análisis de las mermas de los lotes	36
Tabla 8. Estadística de los resultados % DRC. Usando las funciones de Excel	40
Tabla 9. Resumen de condiciones de la caracterización de las muestras del lote A1	
Tabla 10. Rangos de picos de absorción en espectros ATR-FTIR	

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1. Descomposición del coagulo debido a la porosidad	13
Figura 2. Mecanismo de reacción oxidativa del caucho natural	16
Figura 3. Descripción del proceso de producción de TSR	17
Figura 4. Diagrama de flujo general de la metodología	24
Figura 5. Condiciones de operación y diseño de experimentos de las variables.....	27
Figura 6. Evolución del DRC del caucho natural de la prueba.	34
Figura 7. Comportamiento de las variables y los parámetros a estudiar	
Figura 8. Estado final del coagula del lote A1 luego de 71 días a la intemperie	39
Figura 9. Espectros MIR-ATR de las muestras tomadas de un coagulo del Lote A1	43
Figura 10. Cambios de espectros FTIR del grupo funcional carbonilo 1800-1670 cm-1 ...	44
Figura 11. Cambios de espectros FTIR del grupo funcional hidroxilo 3800-3000 cm-1....	45

Lista de Apéndices

	pág.
Apéndice A. ANEXO 1. Hojas de cálculo del Balance de masa de la prueba piloto de mermas de los Lotes A1, A2, B1 y B2.....	53
Apéndice B. ANEXO 2. Hojas de cálculo de la prueba adicional estadística Lote E, F y G.	53
Apéndice C. ANEXO 3. Resultados de la caracterización FTIR	53
Apéndice D. ANEXO 4. Presentación y sustentación del trabajo de grado	53
Apéndice E. Informe reporte y análisis de resultados de las pruebas.....	53
Apéndice F. Trazabilidad de resultados y registro fotográfico.....	53

Resumen

Título: Evaluación del efecto de la degradación y maduración del coagulo de caucho natural sobre el contenido de DRC en la planta de la Compañía Cauchera Colombiana S.A¹

Autor: Juan David Suarez Ortiz ²

Palabras Clave: DRC (Dry Rubber Content), Merma, Degradación, Almacenamiento, Maduración, FTIR (Espectroscopia Infrarroja), TSR (Technically Specified Rubber), Calidad.

Descripción: Este proyecto de investigación evalúa y controla las mermas en la producción de caucho natural técnicamente especificado (TSR) en la planta de la Compañía Cauchera Colombiana S. A. (CCC). Se identificaron y analizaron las variables que afectan las pérdidas de material durante el almacenamiento y producción, enfocándose en el tiempo de maduración de la materia prima, las condiciones de almacenamiento y el contenido de caucho seco (DRC). La metodología incluyó pruebas experimentales y análisis estadísticos, utilizando espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) para caracterizar la degradación química del caucho. Se empleó un muestreo riguroso para evaluar la precisión de los resultados del DRC. Se analizaron lotes de caucho almacenados en diferentes condiciones y periodos de maduración, observando su impacto en la pérdida de masa seca. Los resultados mostraron que las condiciones de almacenamiento y el tiempo de maduración influyen significativamente en las mermas, siendo mayores en los lotes almacenados a la intemperie, evidenciado por un aumento en los grupos carbonilo (C=O) e hidroxilo (-OH) en los espectros FTIR. La alta variabilidad y errores en el muestreo sugieren mejorar los procedimientos de muestreo. Este estudio ayudó a CCC a identificar y reducir las mermas, optimizando las condiciones de almacenamiento y métodos de muestreo para mejorar la calidad del TSR y cumplir con los estándares.

¹ Trabajo de Grado

² Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Directora: Andrea Paola Sandoval Correa, Magister en Ingeniería Química. Codirector: Cesar Augusto Bravo Sanabria, Magister en Ingeniería Química. Tutor: Miller Adrián Carrero, Ingeniero Químico.

Abstract

Title: Evaluation of the effect of degradation and maturation of natural rubber clot on DRC content in the plant of Compañía Cauchera Colombiana S.A.³

Author: Juan David Suarez Ortiz.⁴

Key Words: DRC (Dry Rubber Content), Shrinkage, Degradation, Storage, Ripening, FTIR (Infrared Spectroscopy), TSR (Technically Specified Rubber), Quality.

Description: This research project evaluates and controls wastage in the production of technically specified natural rubber (TSR) at the plant of Compañía Cauchera Colombiana S.A. (CCC). Variables affecting material losses during storage and production were identified and analyzed, focusing on raw material maturation time, storage conditions and dry rubber content (DRC). The methodology included experimental tests and statistical analysis, using Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) to characterize the chemical degradation of rubber. Rigorous sampling was employed to evaluate the accuracy of the DRC results. Batches of rubber stored under different storage conditions and maturation periods were analyzed for their impact on dry mass loss. The results showed that storage conditions and maturation time significantly influence the losses, being higher in the batches stored outdoors, evidenced by an increase in carbonyl (C=O) and hydroxyl (-OH) groups in the FTIR spectra. The high variability and sampling errors suggest improved sampling procedures. This study helped CCC to identify and reduce wastage by optimizing storage conditions and sampling methods to improve TSR quality and meet standards.

³ Degree Thesis

⁴ Faculty of Physical and Chemical Engineering. School of Chemical Engineering. Director: Andrea Paola Sandoval Correa, Master's degree in Chemical Engineering. Co-director: Cesar Augusto Bravo Sanabria. Master's degree in chemical engineering. Tutor: Miller Adrián Carrero, Chemical Engineer

Introducción

En la industria, la optimización de los procesos productivos es clave para reducir las mermas, que se refieren a la pérdida de materiales o recursos durante la fabricación. Estas pérdidas pueden deberse a errores humanos, fallas técnicas o condiciones operativas deficientes. En la Compañía Cauchera Colombiana S.A. (CCC), ubicada en Puerto Araujo, Santander, se ha identificado que una de las principales fuentes de merma en la producción de caucho natural radica en el almacenamiento y maduración del caucho coagulado, materia prima utilizada para producir TSR (Technically Specified Natural Rubber). A medida que la empresa ha crecido, el aumento en la demanda ha superado la capacidad de almacenamiento, obligando a mantener el material en condiciones ambientales no óptimas. El exponer la materia prima a la intemperie puede causar una serie de reacciones adversas como la degradación de sus propiedades físicas y químicas, la pérdida de humedad, la oxidación acelerada, la reducción de la calidad en términos de contenido de caucho seco (o %DRC por sus siglas en inglés), y propiedades del caucho y la aparición de contaminantes externos, lo que en conjunto puede afectar negativamente la eficiencia del proceso productivo.

La situación anteriormente expuesta puede afectar el DRC, lo cual impacta directamente la calidad del producto final. Es crucial que los valores de DRC se mantengan dentro de un rango óptimo, de tal manera que se mantenga la cantidad la masa seca. El incumplimiento de esta condición podría deberse a pérdidas de masa seca o a mediciones incorrectas.

Por consiguiente, si se procesa un coágulo de caucho con un DRC impreciso, no se podrá predecir un valor real cercano de masa seca, lo que perjudica tanto la productividad como el balance de materia del proceso. Además, un almacenamiento inadecuado puede resultar en

un producto con propiedades mecánicas inferiores, afectando la elasticidad, durabilidad y la capacidad de soportar condiciones de estrés en aplicaciones finales.

Este proyecto de investigación se centró en correlacionar la degradación del caucho y las condiciones de almacenamiento con el contenido de caucho seco (DRC), a través de pruebas analíticas como la espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y otras técnicas para medir las propiedades finales de calidad de la masa seca (o TSR por sus siglas en inglés) para estudiar la calidad del material. En planta, se llevaron a cabo análisis de laboratorio para medir viscosidad, PRI (índice de retención de plasticidad) y DRC tomando el contenido de Humedad relativa y temperatura. La prueba de FTIR se replicó en el laboratorio de espectroscopia de la escuela de Química UIS; se llevó una trazabilidad detallada de la evolución del % DRC en distintos períodos, utilizando varias muestras de materias primas recolectadas de San Vicente de Chucuri Santander del genotipo Hevea brasilienses FX 4098 expuestas a diversas condiciones ambientales y se relacionó con el porcentaje de merma en almacenamiento, producción y laboratorio a partir del balance de masa.

Todo esto con el fin de evaluar ¿Qué efecto tiene la degradación y maduración del caucho natural coagulado sometido a las condiciones medioambientales y de almacenamiento a escala piloto sobre el contenido de DRC y merma?

1. Objetivos

1.1. Objetivo General

Evaluar el efecto de la degradación y maduración del caucho natural coagulado sometido a las condiciones medioambientales y de almacenamiento de la Compañía Cauchera Colombiana S.A. a escala piloto sobre el contenido de DRC y merma.

1.2. Objetivos Específicos

- Estudiar las condiciones de almacenamiento, tiempo de maduración, el contenido de DRC de la materia prima de la planta en bodega y su relación con la descomposición y propiedades del material.
- Analizar los efectos de la degradación de varias muestras de materia prima sobre el porcentaje de merma y el contenido de DRC a través de un análisis de efecto e interacción entre variables.
- Estudiar el proceso de la descomposición de la materia prima a condiciones medioambientales mediante trazabilidad fotográfica y pruebas de caracterización espectroscópicas.

2. Marco Conceptual

El caucho natural es un hidrocarburo insaturado, compuesto principalmente por el monómero cis 1,4-isopreno, y proviene del látex, una savia producida por árboles tropicales (*Hevea brasilienses*). El látex es una suspensión coloidal de partículas de caucho que se coagula mediante el uso de agentes como ácidos o sales, formando el coágulo de campo. (Ardila, 2005)

Esta savia debido a su composición química es vulnerable a agentes medioambientales como el agua, radiación solar y oxígeno, entre otras, que la degradan fácilmente. Por lo que el proceso de coagulación y vulcanización del látex busca mejorar la durabilidad y resistencia, esenciales para neumáticos y productos de alto rendimiento. Sin embargo, una mala técnica en la coagulación, maduración y manejo de la materia prima puede comprometer la calidad del producto final. Afectando directamente sus propiedades tecnológicas como la viscosidad Mooney, PRI (Índice de retención de plasticidad) y plasticidad (Caballero, 2005) (Jing Wei Ng, 2022).

Debido a que estas propiedades evolucionan internamente mediante reacciones bioquímicas y actividad microbiana; durante este proceso se termina de desarrollar su composición, estructura, calidad, resistencia a la biodegradación y variables que intervendrán en el proceso post coagulación, como lo son la maduración, tratamiento, acondicionamiento y vulcanización; por lo que el control ambiental durante la extracción y almacenamiento es de gran importancia (Bohórquez, 2013).

La porosidad es un parámetro importante que sirve para evaluar la calidad del coagulo y su resistencia a la descomposición. En la práctica se ha observado que una coagulación deficiente reduce directamente el contenido de caucho seco (DRC), ya que por los poros el caucho almacena agua libre afectando negativamente la durabilidad y resistencia del material (Bohórquez, 2013).

En la Figura 1 se pueden observar los cambios en la estructura del coagulo y como este se descompone.

Figura 1.*Descomposición del coagulo debido a la porosidad*

La degradación o descomposición del caucho natural es un proceso que deteriora sus propiedades debido a factores ambientales como agua, radiación solar, aire y temperatura, causando reacciones que alteran su estructura química (Rosazlin, 2023), (M. Salomez, 2023). La combinación de estos factores provoca diversas formas de degradación, las cuales podemos encontrar en la Tabla 1 y 2. Una de las más investigadas es la foto degradación oxidativa, donde la exposición a la radiación UV en presencia de oxígeno fractura las cadenas de cis-1,4-isopreno.

Tabla 1.*Tipos de degradación y sus propiedades*

Agente externo	Tipo de degradación
Luz solar	Foto degradación
Calor	Degradación térmica
Agentes atmosféricos	Degradación oxidativa
Humedad	Degradación hidrolítica
Microorganismos	Biodegradación
Luz + oxígeno	Fotodegradación oxidativa
Calor + oxígeno	Degradación termoxidativa
Luz + humedad	Degradación foto hidrolítica

Nota: Adaptado de (Arias, 2017)

Tabla 2.*Degradaciones del coagulo caucho natural en el área de almacenamiento*

Tipo de degradación	Foto degradación y degradación termo oxidativa.	Degradación hidrolítica	Biodegradación e hidrolítica
Causas	Exposición del caucho a la intemperie, especialmente a la radiación solar	Mala técnica de coagulación provocando porosidad en la materia prima	Exposición del caucho a la intemperie en contacto con el suelo y el agua.
Consecuencias	Agrietamiento y pérdida de resistencia al envejecimiento.	Descomposición interna del material	Descomposición y pérdida de propiedades
Fotografía			

Nota: Fuente autor.

Para comprender los cambios que experimenta el caucho debido a la degradación, es fundamental profundizar en el mecanismo de foto degradación termo-oxidativa, donde la morfología del polímero juega un papel crucial en su vulnerabilidad. Al ser un polímero amorfo con defectos estructurales, el caucho natural es propenso a la degradación. Durante la foto degradación termo-oxidativa, el caucho reacciona con el oxígeno del aire, lo que oxida su cadena hidrocarbonada y genera fragmentos con grupos carboxilo, como ésteres, aldehídos y alcoholes. Esto da lugar a la formación de radicales libres, iniciando una reacción en cadena que degrada el material. Haciéndolo ideal para los microorganismos que aprovechan los grupos carboxilo como fuente de carbono, generando compuestos secundarios como CO₂, H₂O y biomasa (material orgánico).

Esta transformación química se ve reflejada en una pérdida de masa o la reducción del contenido de caucho seco, estos cambios se pueden evidenciar mediante técnicas como la espectroscopía infrarroja y los métodos termogravimétricos (Celina, 2021; M. Salomez, 2023). La banda de estudio será la correspondiente al grupo funcional carbonilo (C=O), ubicada alrededor de la longitud de onda de 1700 cm^{-1} , con el fin de observar el aumento de la presencia de este grupo funcional tal como se observa en la Tabla 3.

Tabla 3.

Rangos de picos de absorción en espectros ATR-FTIR

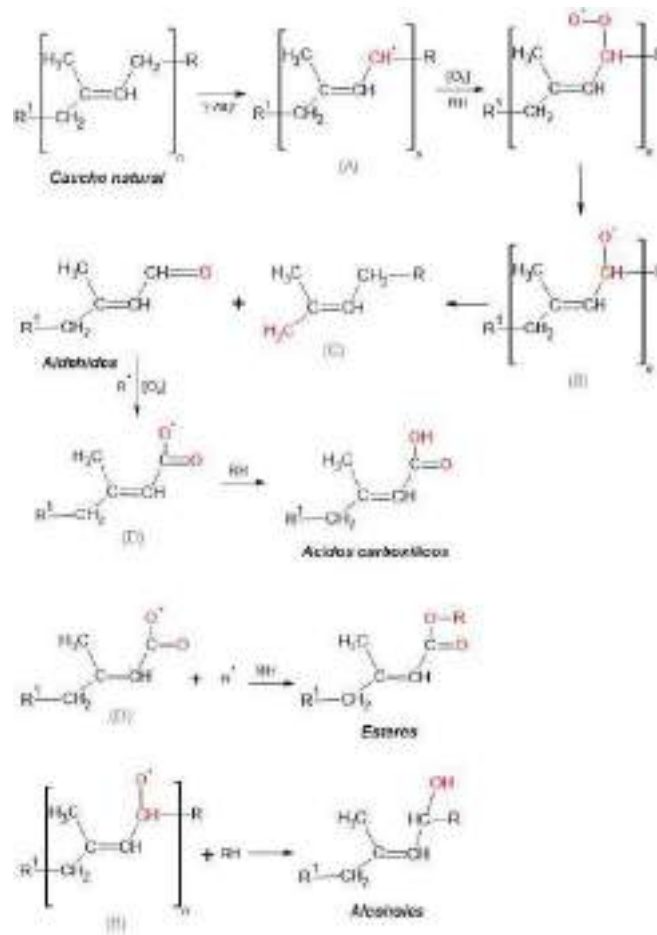
Posición de los picos FTIR [cm^{-1}]	Grupo	Asignación	Cambio de picos de algunos grupos	
			Sin Degradar	Degradado
3400	Hidroxilos	O-H	Aumenta	Disminuye
2918	Olefinas cis	CH_2	Existe	Existe
1731	Esteres alifáticos o cetonas	C=O	Aumenta	Disminuye
1660	Olefinas	C=C	Existe	Existe
1538	Enol de β -dicetona	C=C	Aumenta	Disminuye
1397	Ácido carboxílico	O-H	Aumenta	Disminuye
1271-1242	Mezcla de Ester/éteres	C-O-C	Aumenta	Disminuye
1208-1161	Ester alifático	C-O-C	Aumenta	Disminuye
1125-998	Olefinas cis	CH_2 o CH_3	Existe	Existe
850	olefinas	C-H	Existe	Existe
700	olefinas	C-H	Aumenta	Disminuye

Nota: Adaptado de (Meng Ren, 2023).

Según el mecanismo de reacción de degradación por termo oxidación, un incremento en la presencia de la banda del carbonilo indica un aumento en la formación de radicales libres. Durante el proceso de oxodegradación, las cadenas de carbono del cis-1,4-poliisopreno se oxidan, permitiendo que el oxígeno se enlace a la columna vertebral del polímero (ver Figura 2). Esto da lugar a la formación de varios grupos funcionales transportadores de oxígeno y la producción de subproductos como aldehídos, ácidos carboxílicos, ésteres y alcoholes (Meng Ren, 2023).

Figura 2.

Mecanismo de reacción oxidativa del caucho natural



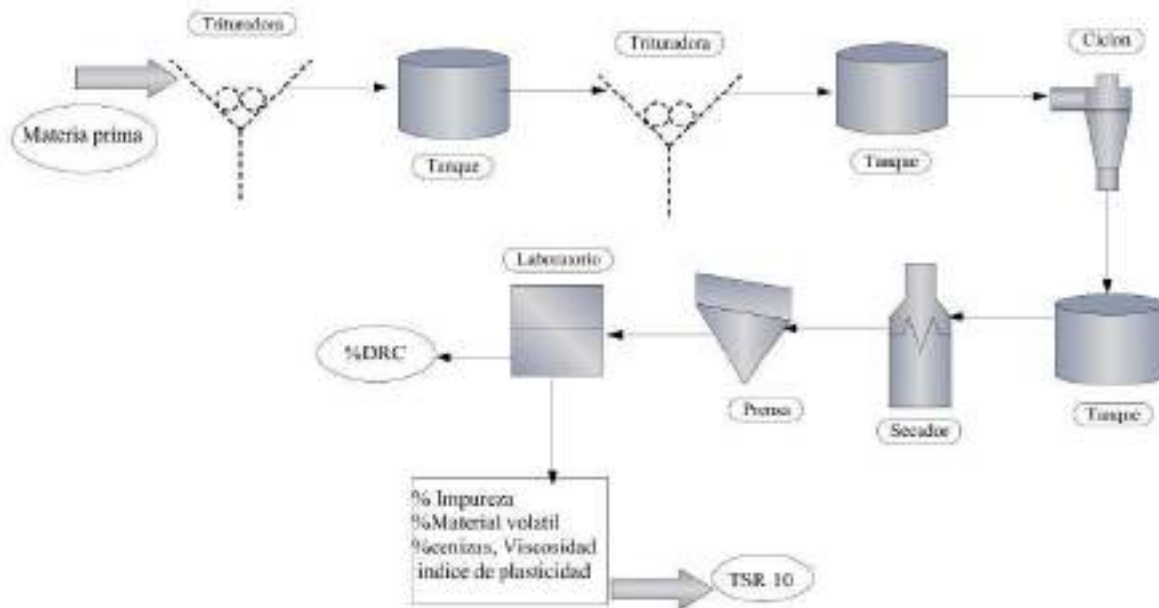
Nota: Adaptada de (Meng Ren, 2023).

2.1. Producción de caucho técnicamente especificado en CCC.

La producción de Caucho Técnicamente Especificado (TSR) transforma látex natural en un producto de alta calidad mediante un proceso sistemático. En la Figura 3, se muestra un diagrama de bloques de dicho proceso, en el cual primero, el látex se recolecta del árbol y se coagula con ácido fórmico o acético para formar el coágulo de caucho sólido (materia prima). Luego, el coágulo se tritura y lava para eliminar impurezas. El caucho lavado es peletizado y secado con aire caliente hasta alcanzar la viscosidad, humedad y color deseados. Finalmente, se pesa, prensa en balas de 35 kg y se empaqueta en bolsas de polietileno, asegurando su calidad y protección durante el almacenamiento.

Figura 3.

Descripción del proceso de producción de TSR



La calidad del Caucho Técnicamente Especificado (TSR) se evalúa mediante análisis fisicoquímicos según las normas ASTM D1278 – 91a (2020), NTC 441 y NTC 337. Los parámetros clave incluyen la plasticidad inicial (P_0), la plasticidad después del envejecimiento (P_{30}), el índice de retención de plasticidad (PRI), la viscosidad de Mooney

(v), el contenido de caucho seco (DRC), y los porcentajes de nitrógeno, cenizas, suciedad y material volátil. Estos factores reflejan el comportamiento reológico, la resistencia a la termo-oxidación, la procesabilidad y la pureza del caucho.

Para identificar las causas de la merma total, se debe considerar en el contexto de la industrial varios factores generales que pueden influir en la pérdida de materiales, como las condiciones de almacenamiento, errores de medición sistemáticos y aleatorios.

La merma se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Merma} = \left(\frac{\text{Masa}_{\text{inicial}} - \text{Masa}_{\text{final}}}{\text{Masa}_{\text{inicial}}} \right) * 100\% \quad (\text{Ec. 3})$$

Este procedimiento permite cuantificar la merma en porcentaje, facilitando así su análisis. Se deben registrar tanto la masa inicial del material antes del proceso como la masa final tras la producción y almacenamiento.

Existen varios estudios y publicaciones que abordan la medición de mermas en diferentes contextos industriales. Por ejemplo, en la industria alimentaria, se ha investigado el impacto de las condiciones de almacenamiento en la merma de productos perecederos, demostrando que el control adecuado de la temperatura y la humedad puede reducir significativamente las pérdidas.

3. Estado del Arte

Actualmente, diversas investigaciones se han enfocado en evaluar la degradación del caucho mediante el análisis de sus propiedades y cambios en su meso estructura. Algunos estudios han demostrado la pérdida de masa y evidenciado la oxidación y biodegradación del polímero de caucho, cuantificando la formación de grupos funcionales carbonilo y carboxilo (productos de la oxodegradación) a través de pruebas de espectroscopía infrarroja (FTIR),

análisis termogravimétrico (TGA), masa molar (MW), ángulo de contacto y demás, utilizando análisis estadísticos y correlacionando las variables mediante coeficientes de correlación (Galal Aboelkheir & Braga Bedor, 2019).

En una investigación realizada por Acga Cheng en Malasia, sometieron muestras de caucho vulcanizado a oxo-biodegradación a una temperatura de 65 °C. Se analizaron principalmente los cambios en el polímero cis-1,4-poliisopreno, logrando cuantificar la tasa de descomposición y pérdida de masa durante un periodo de 6 meses, y respaldando los cambios observados mediante pruebas de FTIR, TGA y análisis estadísticos, obteniendo un promedio de pérdida de masa de un 10% en esos intervalos de degradación (Cheng peng, Jie ping , & Yang, 2010).

Complementando estas investigaciones, se han llevado a cabo pruebas de irradiación en presencia de aire sobre caucho natural, donde también se observó la formación de grupos funcionales durante la degradación usando como método analítico el índice de carbonilo (IC) para evaluar los niveles de oxidación cuantificándolo. Estos estudios incluyeron los mismos análisis, pero se complementaron con XPS, espectroscopía Raman y reticulación, lo que permitió evidenciar los cambios en las propiedades físicas de la superficie de la materia prima (Meng Ren, 2023).

El interés por el deterioro microbiano de productos de caucho ha crecido considerablemente, lo que ha impulsado múltiples estudios sobre la degradación tanto de elastómeros de caucho en su estado puro como de productos vulcanizados. Se destaca la importancia de realizar investigaciones adicionales a nivel molecular y bioquímico sobre la degradación microbiana de poli isoprenos, tanto naturales como sintéticos, con el fin de

encontrar soluciones efectivas al problema global del exceso de material de caucho (Yikmis & Steinbüchel, 9).

Recientemente un experimento de actividad microbiana también evidencio la baja resistencia a la biodegradación del caucho natural durante la extracción del látex, su coagulación y maduración condicionando los indicadores de calidad, correlacionando la evolución de las propiedades del caucho, usando microorganismos y enzimas como la Actinomicetales demostrando que es capaz de degradar el poliisopreno, modificando la longitud de la cadena del polímero (M. Salomez, 2023).

Intapun realizo una prueba durante 45 días de maduración controlando la temperatura, humedad, oxígeno e inoculación, en condiciones aerobias y anaerobias, con el objetivo de evaluar el impacto de la biodegradación del caucho sobre sus propiedades. Estudiando los indicadores de calidad se obtuvieron valores menores a condiciones anaerobias demostrando el efecto negativo de los mecanismos microbianos oxidativos (J. Intapun J. S.-B., 2009).

Otro estudio sobre la actividad microbiana inoculo látex coagulado con cepas de *Actinomicetis*, y tras 4 semanas de incubación a 30 °C se obtuvo una disminución del 70 % del caucho seco (DRC) y una disminución del 20% del DRC para el coagulo contaminado con partículas. El contenido de gel también disminuye durante el tiempo de degradación demostrando que estos microorganismos tienen la capacidad de degradar el cis 1,4-poliisopreno. Adicional a esta investigación también hay estudios recientes que han identificado que las bacterias Actinomicetos del grupo CNM son las más potentes capaces de degradar el caucho natural. Estas investigaciones sugieren mejorar la manipulación y almacenamiento del coagulo de campo, mediante un control adecuado de los microorganismos y su actividad microbiana buscando una mayor calidad y consistencia del TSR (J. Intapun J. S.-B., 2009).

Otro microorganismo estudiado es la *Streptomyces* que mediante un análisis de cromatografía de permeación en gel reveló un cambio significativo de la distribución del Mw (peso molecular), se observó una disminución del Mw del caucho durante 3,6 y 9 meses (Nanthini & Sudesh, 2017).

La industria del caucho en Malasia y Tailandia ha buscado caracterizar las condiciones de maduración de la coagulación y almacenamiento estudiando sus consecuencias sobre las propiedades de caucho seco. Intapun comprobó que la temperatura, la humedad relativa, y condiciones ambientales afectan parámetros importantes como las propiedades. Las pruebas consistieron en observar los efectos de la maduración a los 24 días sobre las propiedades del coagulo almacenado al aire libre y expuesto a la luz solar en una planta industrial en la provincia de Surat-Tailandia a temperaturas de 36-39 °C y humedades relativas de 75-95%. Los resultados arrojaron que el PRI, Po, contenido de gel, viscosidad y masa molar (Mw) son menores para el caucho de la parte superior directamente al sol y al ambiente a diferencia de las capas inferior donde se obtuvo un patrón inverso y positivo en las propiedades. Atribuyendo estas variaciones a los cambios ocasionados por la degradación fotooxidativa del caucho en la parte superior (Noinart F. B.-B., 2022). La comprensión de estos factores anteriormente mencionados como la temperatura, humedad, contenido de oxígeno y actividad microbiana puede permitir a las industrias controlar estas variables mediante un adecuado almacenamiento en un tiempo proyectado y de esta forma poder estandarizar el proceso para obtener caucho seco de alta calidad. Chin et al. en 2010 afirmó que la maduración del coagulo y el entorno de almacenamiento tiene un gran efecto en la viscosidad, plasticidad y la degradación termo-oxidativa del caucho seco.

Complementando las anteriores investigaciones, Jidapa investigo un diseño experimental que permite el control de varios factores durante la maduración del coagulo, controlando la temperatura, humedad relativa, condiciones de coagulación, la clonación y periodo de maduración. Midiendo las propiedades del caucho y evaluando sus cambios en su meso estructura e incluso determinando el contenido de DRC (coagulo). Realizando un tratamiento estadístico de los resultados, para la identificación de los factores más importante que se produce durante la maduración del coagulo que podría mejorar el proceso postcosecha con el objetivo de controlar la variabilidad de las propiedades del TSR producido (Bonfiles, 2022).

El Diseño del experimento (DOE) factorial incluía 7 factores más influyentes a clasificar:

- 3 factores atmosféricos: 2 temperaturas (30 °C, 40 °C), 2 niveles de HR (70%, 90%), 2 tipos de atmósferas (O₂ , N₂).
- 4 factores no atmosféricos: 2 genotipos (clones RRIM600, PB235), 3 modos de coagulación (ácido sulfúrico (0,24% p/p látex), ácido fórmico (0,24% p/p látex), natural), 2 aplicaciones de peso y 6 duraciones de maduración (0, 2, 9, 16, 30, 44 días). (Bonfiles, 2022)

En conclusión, tanto Intapun como Jidapa coinciden en que las condiciones de maduración postcosecha del caucho coagulado al aire libre son incontrolables. Por ello, se estableció un sistema de maduración en laboratorio para supervisar estas condiciones en experimentos a largo plazo. Este sistema facilitó la medición del contenido de caucho seco (DRC) y de indicadores mesoestructurales (Mw (Masa molecular), Gel >1 μ), así como propiedades físicas (P₀, PRI), empleando análisis estadísticos como el análisis de

componentes principales (PCA) y árboles de partición. Los estudios indicaron que la temperatura, la humedad y el tiempo de maduración son factores cruciales que impactan el DRC. Un aumento en el tiempo de maduración y la temperatura incrementan la transferencia de agua al ambiente, lo que puede resultar en un DRC más alto. Sin embargo, las muestras con mayor humedad y menor temperatura mostraron un DRC reducido, debido a la actividad microbiana que favorece la acumulación de agua interna. Se identificó que el tiempo óptimo de maduración es de aproximadamente 20 días, con una humedad relativa del 70% y una temperatura de 45 °C, obteniéndose indicadores meso estructurales y propiedades físicas aceptables.

En resumen, todos los trabajos analizados anteriormente sirven de base para entender que la degradación del caucho es un fenómeno complejo influenciado por múltiples factores, como las condiciones ambientales y la actividad microbiana. Estas investigaciones subrayan la necesidad de un control adecuado durante la maduración post-cosecha para mejorar la calidad del caucho. Por lo tanto, en el siguiente trabajo de investigación se realizó un estudio que evaluó el impacto de la maduración y condiciones ambientales sobre el contenido %DRC, porcentaje de merma y las propiedades del coágulo de caucho, centrándose en la relación entre estos factores.

De acuerdo con los estudios mencionados anteriormente se tiene que la protección de la materia prima de la luz solar promueve condiciones óptimas de almacenamiento, ya que permite mantener una humedad relativa y temperatura ambiental estable. Dichas condiciones son fundamentales para maximizar el contenido de caucho seco (DRC) y garantizar la evolución de las propiedades meso estructurales y físicas del caucho. Estos hallazgos demostraron que la interacción de las condiciones de almacenamiento y maduración tienen

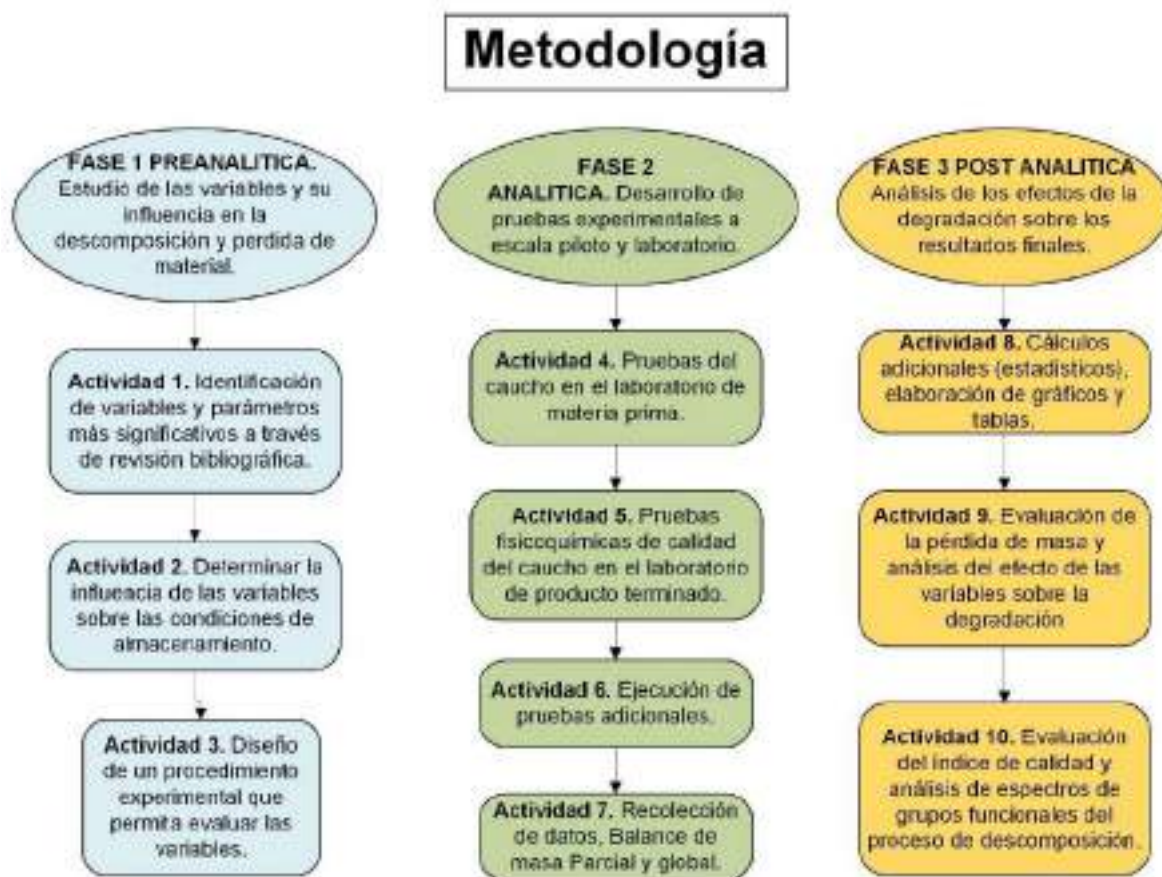
un efecto directo sobre el DRC y por ende en el porcentaje de mermas relevantes. Estos datos proporcionan tanto para la ciencia como para la industria, estrategias para optimizar el proceso de almacenamiento y manejo del coágulo de caucho, contribuyendo a un producto de mayor calidad y sostenibilidad.

4. Metodología

La metodología de la investigación se divide en tres fases principales: preanalítica, analítica, y postanalítica. Cada etapa consta de una serie de actividades secuenciales que permiten cumplir con los objetivos planteados.

Figura 4.

Diagrama de flujo general de la metodología



4.1 Fase 1 Preanalítica: Estudio de las variables y su influencia con la descomposición y pérdida de material.

Actividad 1. Identificación de variables y parámetros más significativos a través de una revisión bibliográfica: Las investigaciones sobre pruebas que relacionan las propiedades del caucho, durante la coagulación, maduración y almacenamiento a nivel industrial proporcionaron una ruta para evaluar la interacción entre las variables y parámetros tal como se observa en el marco teórico y estado del arte.

Actividad 2. Determinación de la influencia de las variables sobre el contenido de DRC y Mermas: En este estudio se clasificaron las variables implicadas en las pruebas como se observa en la Tabla 4. Este análisis fue complemento con un análisis del historial de resultados de laboratorio y balances de materia de la CCC. Esto fue de vital importancia para determinar las variables que se podrían estudiar y determinar. Por lo que se clasificaron las variables dependientes e independientes, para fijarlas y proponer las condiciones y rango de operación.

Tabla 4.

Clasificación de las variables implicadas durante las pruebas

Variables cuantitativas	Variables cualitativas
% DRC	Condición de almacenamiento
Viscosidad Mooney (v)	Porosidad
% Merma por almacenamiento	Grado de maduración
% Merma total	Clasificación materia prima
Índice de retención de plasticidad (PRI)	Tipo de degradación

Nota: Fuente autor

- ✓ Clasificación de materia prima: El caucho se clasifica por tiempo de maduración (menos de 10, 10-15, y más de 20 días). Para la prueba, se utilizaron lotes de más de 20 días.

- ✓ Grado de maduración: Se varió el tiempo de almacenamiento del coágulo para estudiar su impacto en el contenido de caucho seco (DRC).
- ✓ Condición de almacenamiento: Se compararon dos condiciones (intemperie y bajo techo) para evaluar su efecto en el DRC y la merma.
- ✓ % DRC: Variable principal que mide cómo las condiciones afectan el contenido de caucho seco.
- ✓ Merma: Refleja la pérdida de material durante el almacenamiento y producción.
- ✓ Propiedades tecnológicas: Se correlacionan para estudiar la descomposición y calidad final del caucho.

Actividad 3. Diseño del procedimiento experimental y estructura de las pruebas a escala piloto, laboratorio y adicionales:

1. Prueba de mermas a escala piloto:

Se prepararon cuatro lotes de caucho, cada uno con un peso aproximado de una tonelada, para su análisis y posterior muestreo. Los lotes A1 y A2 fueron suministrados por un proveedor, mientras que los lotes B1 y B2 provinieron de otro. Todos correspondían al árbol *Hevea brasiliensis*, clon FX 4098, y tenían una clasificación superior a 20 días al momento de su recepción. Se tomaron cinco muestras de 3 kg por lote, cumpliendo con la normativa ASTM D1485-07, para asegurar un muestreo representativo. Cada lote fue homogenizado y se tomaron muestras aleatorias. Posteriormente, se calculó el índice de calidad de los lotes utilizando la norma ASTM D1485-07, basado en la desviación estándar y el promedio de los valores obtenidos. Además, se realizó un seguimiento visual de los cambios de maduración y degradación a través de fotografías periódicas de cada lote. Finalmente, se fijaron las condiciones específicas para llevar a cabo la prueba de mermas, evaluando variables que impactaran en la merma y el contenido de DRC (Contenido de Caucho Seco).

En la Figura 5 se establecieron las condiciones de operación de la experimentación, esto con el objetivo de evaluar el efecto e interacción entre las variables.

Figura 5.

Condiciones de operación y diseño de experimentos de las variables



2. Análisis estadístico de los resultados de %DRC:

Se realizó una prueba adicional no contemplada en el plan original de trabajo de grado, enfocada en analizar la exactitud y precisión del contenido de caucho seco (% DRC) en el laboratorio de materia prima de la planta. El objetivo fue investigar las discrepancias entre el % DRC reportado por el proveedor y el medido en la planta.

Se seleccionó un lote E de una tonelada para realizar una prueba adicional. Se tomaron 15 muestras, excediendo el número requerido por la norma ASTM D1485-07, para mejorar la representatividad del % DRC. El análisis estadístico posterior evaluó la precisión y exactitud de las mediciones mediante técnicas como el cálculo de la desviación estándar y el error promedio, comparando los resultados obtenidos.

3. Caracterización mediante FTIR

Para estudiar la descomposición del coágulo de caucho natural expuesto a la intemperie, se realizó una caracterización espectroscópica mediante FTIR en la Escuela de Química de la Universidad Industrial de Santander (UIS). El objetivo fue analizar los cambios en la estructura química del coágulo y los grupos funcionales que reflejan la degradación. Se tomaron tres muestras del lote A1, expuestas al aire libre, y fueron evaluadas a los 0, 30 y 90 días, permitiendo observar la evolución de los mecanismos de degradación del caucho.

4.2 Fase 2 Analítica: Desarrollo de pruebas experimentales a escala piloto y laboratorio

Esta fase describe el proceso llevado a cabo en los laboratorios de la planta CCC para evaluar la materia prima y el producto terminado; junto con el proceso de la producción de TSR. Se detallan los métodos utilizados para posteriormente tomar datos, realizar cálculos y analizar las variables y propiedades del caucho.

Actividad 4: Pruebas del caucho en el laboratorio de materia prima.

En el laboratorio de materia prima se realizaron pruebas termogravimétricas secuenciales para determinar el contenido de caucho seco (% DRC), lo cual es clave para llevar una trazabilidad y observar la tendencia de los resultados en función de las condiciones de almacenamiento y tiempo de maduración establecidas para cada una de las 3 pruebas. Mediante la ecuación 1 se calculó el %DRC.

$$\%DRC = \left(\frac{PMA}{PIM}\right) * \left(\frac{PMM}{PMH}\right) * ((PMS - PA)/PMF) * 100 \quad (Ec. 1)$$

Primera etapa $\left(\frac{PMA}{PIM}\right)$: Primera pérdida de agua por evaporación y extracción de muestras analizar.

Segunda etapa $\left(\frac{PMM}{PMH}\right)$: Segunda pérdida de agua por trituración y molienda.

Tercera etapa $\left(\frac{PMS - PA}{PMF}\right)$: Tercera pérdida de agua por secado en el horno.

Actividad 5: Pruebas fisicoquímicas de calidad del caucho en el laboratorio de producto terminado.

En el laboratorio de producto terminado se verificó que el TSR (caucho técnicamente especificado) cumpliera con los estándares de calidad de la industria de neumáticos, teniendo en cuenta que le enfoque principal de dicho laboratorio es la vulcanización. Para esto, se emplearon métodos para medir propiedades tecnológicas del caucho, como su viscosidad y plasticidad PRI, siguiendo normativas internacionales. Estos procedimientos aseguran que el producto terminado tenga las características adecuadas para su uso en aplicaciones industriales, cumpliendo con las exigencias de calidad establecidas y caracterizar la evolución de las propiedades con el fin de comparar su comportamiento con referencias encontradas en la literatura.

Actividad 6: Ejecución de pruebas adicionales, estadística y caracterización por espectroscopia infrarroja.

La prueba de análisis estadístico se enfocó en medir la precisión y exactitud de los resultados del %DRC, debido a que se encontró una desviación importante entre un análisis Termogravimétrico y otro. Mientras que por otra parte la caracterización del material durante la prueba de mermas se realizó en el mismo periodo de ejecución de esta prueba.

Actividad 7. Recolección de datos, cálculos analíticos, balance de masa parcial y global.

Para la revisión del procedimiento analítico, revisar las hojas del ANEXO 1. El balance de masa parcial y global se calculó para cada lote, considerando la pérdida de masa seca y las demás variables, incluyendo los errores. Se empleó un sistema de ecuaciones específicas y una nomenclatura clara que facilita la interpretación y comparación de los resultados. Los datos obtenidos se organizan en tablas y graficas que resumen la información, permitiendo una rápida evaluación y análisis de todos los resultados.

4.3 Fase 3 Post analítica: Análisis de los efectos de la degradación

Actividad 8. Cálculos adicionales (estadísticos), elaboración de gráficos y tablas.

Todos los cálculos analíticos e información adicional de las pruebas como gráficos y tablas se encuentran en el ANEXO 1.

Actividad 9. Evaluación de la pérdida de masa (mermas) y análisis los efectos de la degradación entre variables.

Por medio de un balance de masa parcial y global se determinaron las variables dependientes a diferentes condiciones de operación que se plantearon en cada prueba. Estos resultados en general permitieron evaluar una tendencia de las variables junto con los efectos de la degradación sobre las mermas y el contenido de DRC.

Cálculo de Masa Seca en Producción: Se calcularon las masas secas de producción correspondientes a los lotes procesados, procedimiento detallado en el Anexo 1. Para determinar la merma en la línea de producción, es necesario pesar el material antes de entrar a la línea de trituración y nuevamente antes de entrar a la línea de secado, y calcular la masa seca en ambos momentos

- Determinación de Merma:

- Merma en la Línea de Producción: Se calculó la merma durante el procesamiento del caucho natural.
- Merma en el Laboratorio: La merma medida en el laboratorio corresponde a las pérdidas obtenidas por el DRC obtenido y TSR real.
- Merma Total: La merma total incluye las pérdidas de material en todas las etapas del proceso, desde la materia prima hasta el producto terminado.

$$\% \text{ merma}_{\text{laboratorio}} = \left(\frac{M\text{seca}_{\text{producción}} - M\text{seca}_{\text{almacenamiento final}}}{M\text{seca}_{\text{producción}}} \right) |_{\text{Lote \#}} * 100 \quad (\text{Ec. 4})$$

$$\% \text{ merma}_{\text{total}} = \left(\frac{M\text{seca}_{\text{producción}} - M\text{seca}_{\text{almacenamiento inicial}}}{M\text{seca}_{\text{producción}}} \right) |_{\text{Lote \#}} * 100 \quad (\text{Ec. 5})$$

Para el cálculo de la merma en la línea de producción, se considera principalmente la línea de reducción de tamaño (trituration), lavado de impurezas y peletizado.

Actividad 10. Evaluación del índice de calidad y análisis de espectros FTIR,

El proceso de la descomposición de la materia prima a condiciones medioambientales se evaluó mediante pruebas de caracterización espectroscópicas durante las pruebas de merma.

5. Resultados

En esta sección se presentan los resultados obtenidos durante la preparación y ejecución de las pruebas, así como el análisis de los datos obtenidos. Lográndose cumplir cada objetivo específico, evaluando la interacción entre las variables estudiadas.








5.1 Resultados de la prueba de mermas a escala piloto.

Los resultados se encuentran en la misma secuencia planteada tal cual se describe en la actividad 3, Ítem 1. Primeramente, se observa la Tabla 5, la cual contiene los resultados de

la prueba de principio a fin y las condiciones de operación que se fijaron para estudiar su influencia sobre el contenido del %DRC (ANEXO)

Tabla 5.

Disposición de los lotes en planta para la prueba-trazabilidad

Día 0 (Ingreso a bodega)	Día de producción
<p data-bbox="467 541 714 573">Lote A1 Intemperie</p> 	<p data-bbox="862 541 1214 573">Lote A1 Intemperie 71 días</p> 
<p data-bbox="467 861 714 892">Lote B1 Bajo techo</p> 	<p data-bbox="862 861 1214 892">Lote B1 Bajo techo 25 días</p> 
<p data-bbox="467 1302 714 1333">Lote B2 Intemperie</p> 	<p data-bbox="862 1302 1214 1333">Lote B2 Intemperie 25 días</p> 
<p data-bbox="467 1627 714 1659">Lote A2 Intemperie</p> 	<p data-bbox="862 1627 1214 1659">Lote A2 Intemperie día 42</p> 

En la Tabla 6 se reportan los resultados luego del procesamiento del TSR haciendo el respectivo balance de masa para cada lote.

Tabla 6.

Resultados de DRC de los lotes al inicio y final del almacenamiento

Lote	Grado de maduración [Días]	Masa en planta [Kg]	Muestras de laboratorio [Kg]	DRC [%] laboratorio	Masa seca almacenamiento [Kg]
A1	0	960.00	17.20	66.63	628.17
	71	720.00	20.37	71.56	529.80
A2	0	790.00	16.80	66.84	516.81
	42	670.00	15.77	70.91	486.25
B1	0	1180.00	17.02	62.73	729.55
	25	900.00	15.43	76.70	702.10
B2	0	1070.00	16.50	66.31	698.55
	25	900.00	15.45	69.09	632.51

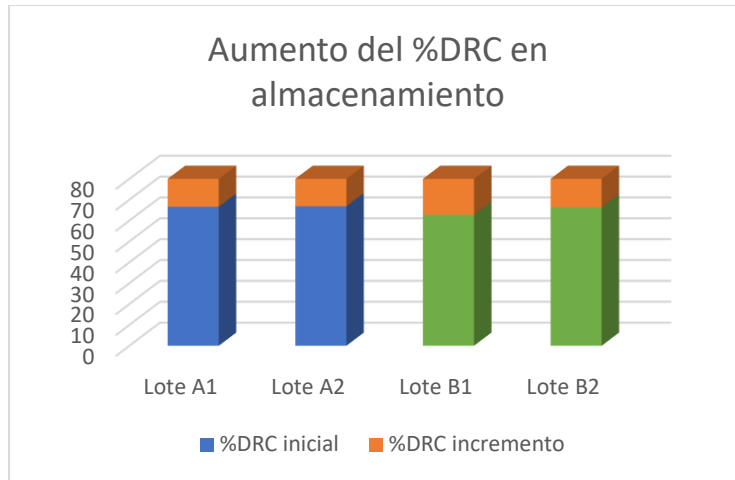
Nota: Fuente autor

$$Masa\ seca_{almacenamiento} [Kg] = (Masa_{planta} \pm M_{muestras}) * DRC_{teorico} \quad (Ec. 2)$$

Al analizar el grado de maduración de los lotes se observa un aumento en todos los lotes durante los diferentes periodos. Este incremento es consistente con la pérdida de agua, que es la diferencia de masa en planta el día final de maduración menos la masa inicial el día de recepción, por ello se observa el incremento del % DRC, como se observa en la Figura 6.

Figura 6.

Evolución del DRC del caucho natural de la prueba



Durante el almacenamiento, se observó una merma inicial del material, donde la cantidad de caucho seco inicial no coincide con la final. Esto sugiere una transformación de la materia o una reacción química, en línea con la ley de conservación de la masa.

El laboratorio evaluó la pérdida de agua, el contenido de caucho seco (DRC) y la merma en almacenamiento. Los datos se resumen en la Tabla 7.

Tabla 7.

Análisis de los resultados respecto a la tabla 5

Lote	Condición de almacenamiento	Perdida de agua [Kg]	Diferencia DRC [%]	Pérdida de masa seca almacenamiento	Merma en almacenamiento [%]
A1	Intemperie	240.00	-4.93	98.37	-15.66
A2	Intemperie	120	-4.07	30.56	-5.91
B1	Bajo techo	280	-13.97	27.45	-3.76
B2	Intemperie	170	-2.79	66.04	-9.45

Nota: Fuente autor

De acuerdo con los datos de la Tabla 7, se llevaron a cabo evaluaciones detalladas para estudiar la influencia de las condiciones de almacenamiento y grado de maduración sobre la pérdida de masa seca y la merma en almacenamiento. A continuación, se presentan los hallazgos clave:

a) Análisis de interacción entre variables:

- Condición de Almacenamiento vs. Pérdida de Masa Seca:

Lotes B1 y B2: Ambos lotes tuvieron un tiempo de maduración de 25 días. El lote B2, que se almacenó a la intemperie, mostró una mayor pérdida de masa seca en comparación con el lote B1, que estuvo bajo techo. Esta diferencia indica que las condiciones ambientales adversas (intemperie) contribuyen a una mayor pérdida de masa seca debido a factores como la exposición a la humedad y el sol lo cual puede provocar la degradación.

- Grado de Maduración vs. Pérdida de Masa Seca:

Lotes A1 y A2: El lote A1, con 71 días de maduración, presentó una mayor pérdida de masa y merma en comparación con el lote A2, que tuvo 41 días de maduración. Ambos lotes estuvieron a la intemperie durante su periodo de maduración. Un mayor tiempo de maduración se correlaciona con una mayor pérdida de masa seca y merma. Esto puede deberse a la mayor exposición al proceso de degradación durante el tiempo adicional.

b) Balance de masa Global de la prueba de mermas:

En esta fase de la prueba de mermas, se evaluó el proceso desde la materia prima hasta la producción final del caucho natural técnicamente especificado (TSR). A continuación, se resumen los resultados obtenidos en la línea de producción y el laboratorio de producto terminado.

En la línea de secado no hay disminución de masa, ya que solo se elimina agua. La posible pérdida de material en estas etapas se debe al arrastre de material por el agua de lavado y al material acumulado en la maquinaria de reducción de tamaño.

Sin embargo, debido a dificultades y limitaciones de tiempo, solo se pudo determinar esta merma para los lotes B1 y B2. Basado en otras pruebas y en la literatura, se estima que esta merma generalmente varía entre 0% y 2%.

En la Tabla 8 se presentan los resultados de las mermas en cada etapa del proceso de las pruebas para cada lote respectivamente.

Tabla 8.

Análisis de las mermas de los lotes

Mermas				
Lote	Almacenamiento [%]	Laboratorio [%]	Línea de producción [%]	Total [%]
A1	-15.66	-7.62	N/A	-22.09
A2	-5.91	-7.05	N/A	-12.55
B1	-3.76	-4.28	-1.11	-7.88
B2	-9.45	-3.43	-3.07	-12.56

Nota: Fuente autor

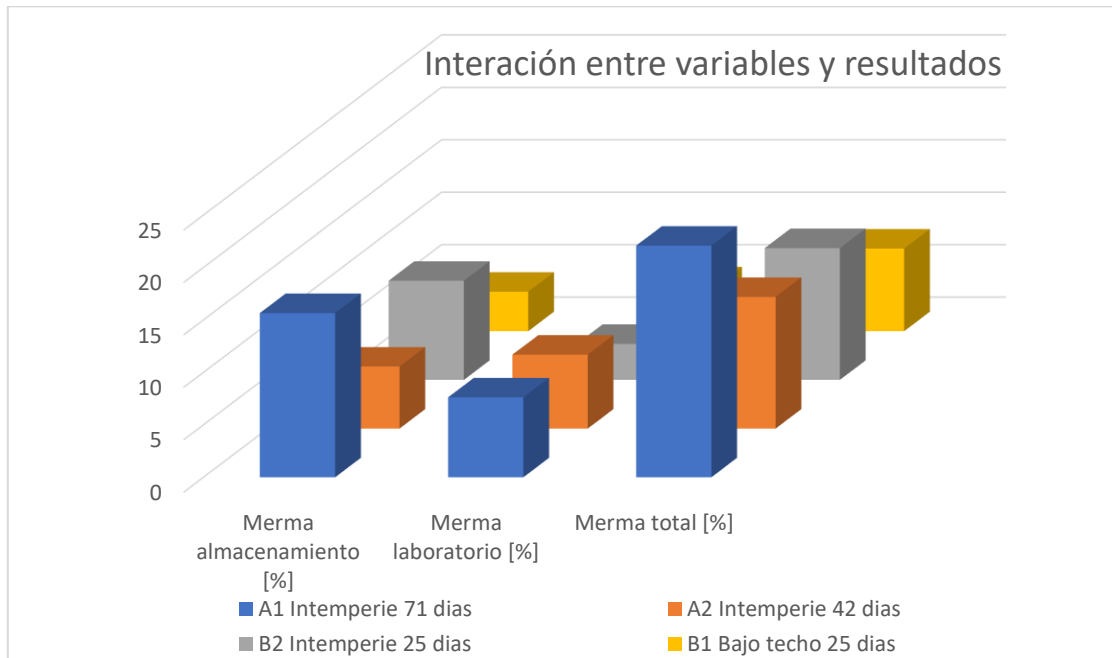
Los análisis de la interacción entre las variables estudiadas mostraron que la merma total en la planta sigue la misma tendencia que la merma en almacenamiento aumentando. A diferencia de lo que ocurre con la merma en el laboratorio que puede variar según el lote o la merma en producción que se encuentra en promedio en un 2%. Esto indica que las condiciones de almacenamiento y el grado de maduración tienen una influencia significativa en la pérdida de material durante todo el proceso de producción del caucho. La relación observada entre la merma en almacenamiento y la merma total en la planta valida que el

análisis de mermas realizado en el ítem 5.2 Resultados de la prueba adicional estadística del %DRC y es aplicable al ítem 5.3 Resultados de caracterización FTIR del coagulo.

De acuerdo con la Figura 7. la merma total muestra una tendencia ascendente a medida que aumenta el tiempo de maduración. Esto indica que el aumento en el tiempo de maduración está asociado con una mayor merma, lo que puede deberse a factores como la degradación del material y cambios en las propiedades del caucho.

Figura 7.

Comportamiento de las variables y los parámetros a estudiar



En la industria de procesos, la pérdida de material y tiempo es un fenómeno común. Para una industria mediana a grande, es crucial mantener el porcentaje de pérdida de material dentro de un rango tolerable de 0 a 1%. Controlar estos factores es esencial para minimizar el impacto en la eficiencia y rentabilidad del proceso.

El análisis de las propiedades finales del TSR obtenido mostró una variabilidad significativa entre los lotes. Aunque no era el enfoque principal del estudio, los resultados de calidad son importantes. Como se observa en la Tabla 9, los resultados más desfavorables fueron del lote A1 que no cumplió con los requisitos mínimos para la producción óptima de neumáticos. La baja viscosidad y el Po inadecuado, ya que el rango de parámetros establecidos en la norma NTC 441 y NTC 337 especifican que para un caucho TSR 10 de calidad la viscosidad debe estar entre 70-90 MU y el Po mínimo 30%. Los resultados obtenidos indican problemas en la calidad del TSR, lo que podría afectar negativamente el desempeño del neumático final. Los demás lotes presentaron diferentes propiedades finales pero aceptables para los requerimientos de desempeño.

Tabla 9.

Resultados de variables dependientes (propiedades) e independientes.

Lote	Condición de almacenamiento	Grado de maduración [Días]	DRC [%]	Merma en almacenamiento [%]	Viscosidad Mooney del lote [Cp]	P ₀
A1	Intemperie	0	66.63	N/A	N/A	N/A
A1	Intemperie	71	71.56	-15.66	58	19.2
A2	Intemperie	0	66.84	N/A	N/A	N/A
A2	Intemperie	42	70.91	-5.91	65	28.3
B1	Bajo techo	0	62.73	N/A	N/A	N/A
B1	Bajo techo	25	76.7	-3.76	82	34.4
B2	Intemperie	0	66.31	N/A	N/A	N/A
B2	Intemperie	25	69.09	-9.45	76	32.8

5.2 Resultados de la prueba adicional estadística del %DRC.

Del análisis anterior, se identificaron dos posibles causas para la pérdida de material en el periodo de almacenamiento:

- a) Error en la Medición del DRC

- Descripción: Los lotes A1 y A2, que inicialmente eran parte del mismo lote, fueron separados para estudiar la merma en diferentes grados de maduración bajo condiciones de almacenamiento idénticas. Los valores de DRC iniciales fueran similares (66.63% y 66.84%) para los lotes A1 y A2, pero los resultados de los lotes B1 y B2 mostraron valores de 62.73% y 66.31%, respectivamente.
- Posible Causa: La discrepancia en los valores de DRC puede ser atribuida a un error en la medición. La variabilidad en la clasificación de la materia prima al llegar a la planta puede haber causado que se reciban mezclas de coágulos con diferentes niveles de secado y coagulación, lo que puede dificultar que el muestreo sea representativo.
- Impacto: Este error puede llevar a una evaluación incorrecta del contenido de caucho seco y, por lo tanto, a una interpretación errónea de la merma.

b) Degradación del Material

- Descripción: La degradación del caucho natural en la bodega puede ser un factor relevante en la pérdida de material. La cuantificación precisa de esta pérdida debido a la degradación es compleja, pero se identificó como una causa significativa.

Evidencia: La trazabilidad realizada a través de las pruebas de caracterización de materiales FTIR en el lote A1 mostró una transformación química atribuida a la oxo-degradación del caucho natural. Esta transformación se alinea con la información de los ítems 1.5.3 y 1.6, que detallan los mecanismos de degradación del caucho natural.

En la Figura 8 ilustra los cambios químicos observados en el lote A1, destacando la oxo-degradación del caucho natural.

Figura 8.

Estado final del coagulo del lote A1 luego de 71 días a la intemperie



De ahí se justifica el planteamiento de esta prueba adicional, pues no se tenía confiabilidad de los análisis y resultados del %DRC.

Por tanto, se analizó y describió el comportamiento de los resultados de DRC de un Lote E. La prueba se basó en cálculos matemáticos y métodos estadísticos para evaluar la calidad y aceptabilidad del lote. En la Tabla 9 se observa la estadística de los resultados; el método estadístico y procedimiento se encuentran en el Anexo 1.

Tabla 9.

Estadística de los resultados % DRC. Usando las funciones de Excel

<i>Estadística descriptiva % DRC 0 Días</i>	
Media	68.86
Error típico	0.78
Mediana	69.17
Moda	#N/D
Desviación estándar	3.00
Varianza de la muestra	9.01
Coefficiente de asimetría	0.31
Rango %	9.93
Mínimo	64.61
Máximo	74.54
Cuenta	15.00
Numero de datos	15.00
Delta	0.66

Nota: Fuente autor

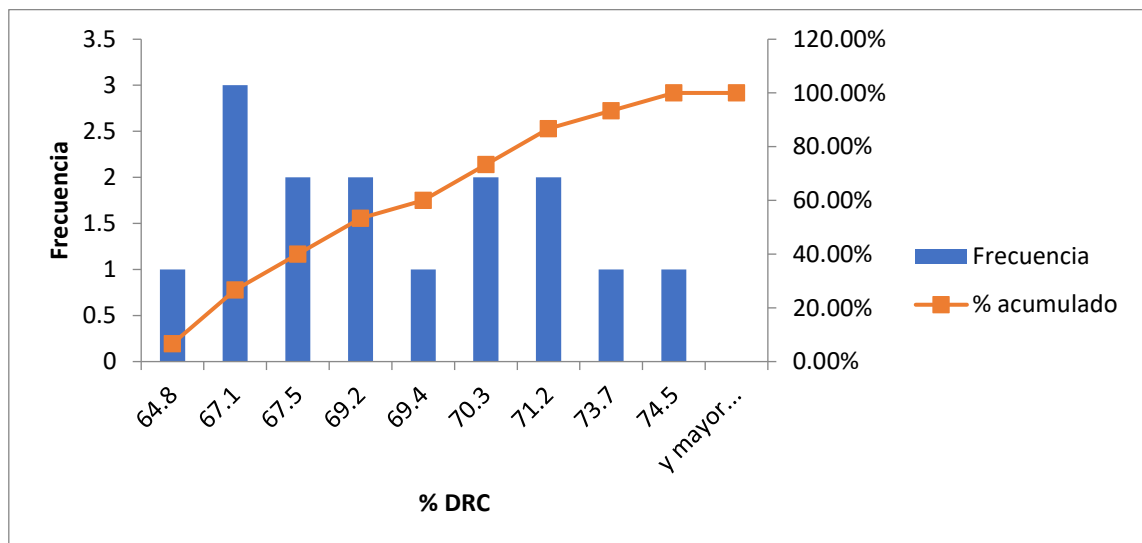
$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x}_i)^2}{n - 1}} \quad (\text{Ec. 6})$$

Donde σ es la desviación estándar muestral y n el número de muestras.

El análisis adicional reveló que la desviación de las muestras en el DRC muestra un valor del 3%. Este valor es significativo dado que el rango de los resultados obtenidos varía aproximadamente un 10%. La dispersión observada sugiere una posible falta de precisión en el procedimiento de muestreo. El análisis de los parámetros y las gráficas estadísticas se encuentran en el ANEXO 2 y sus respectivos cálculos. Estos permiten describir el comportamiento de los valores calculando parámetros de variabilidad, medidas de tendencia y distribución de frecuencias. La distribución de frecuencia de los resultados de las muestras respecto al DRC nos proporcionó información sobre la tendencia y la variabilidad (Ver figura 9). Así, se pudo evidenciar que el comportamiento de los datos no sigue una tendencia central habitual en este tipo de análisis estadístico clásico.

Figura 9.

Distribución de frecuencias de los resultados de la prueba adicional.



El análisis estadístico de los datos mostró una alta dispersión en los valores de DRC obtenidos, lo que sugiere una falta de precisión y la necesidad de aumentar el número de muestras para mejorar la exactitud. La falta de una tendencia clara en los datos dificulta obtener un valor representativo del DRC del lote, lo que refuerza la recomendación de repetir la prueba. Además, el valor central del DRC de liquidación no coincidió con los resultados obtenidos, lo que podría deberse a un error de muestreo o mala clasificación del proveedor. Finalmente, se evidenció una discrepancia significativa en la línea de producción de TSR, con un error absoluto del DRC de hasta 4.93%.

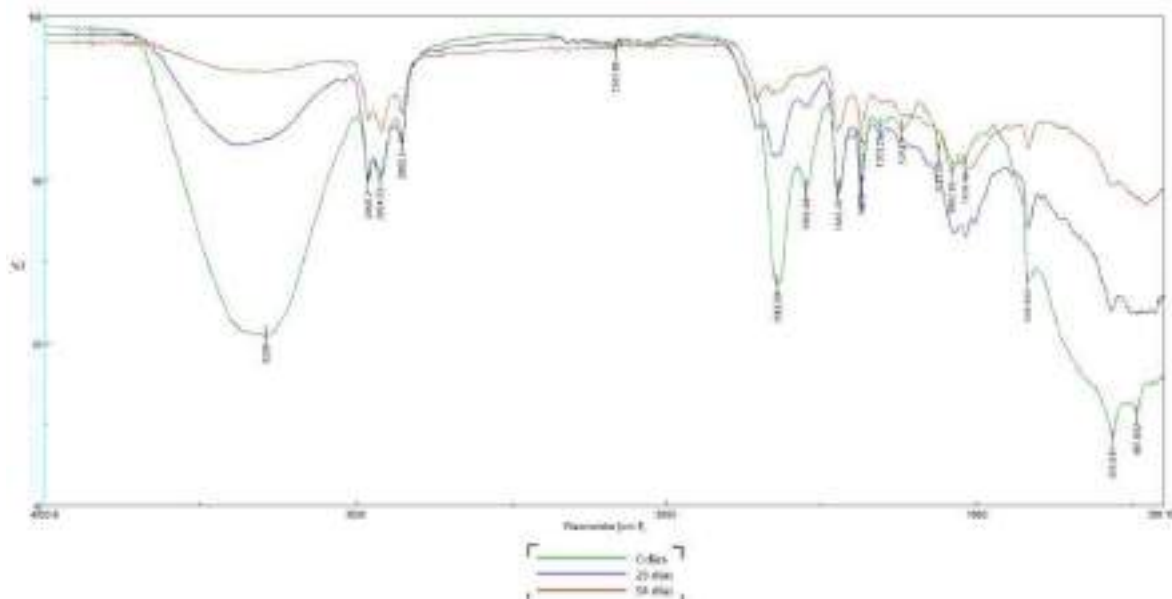
5.3 Resultados de caracterización FTIR del coágulo

La evaluación de los cambios en los grupos funcionales debido a la degradación del coágulo del lote A1, expuesto a la intemperie, se realizó mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier, utilizando un FT/IR-4X de Jasco en el laboratorio instrumental de análisis químico de la Escuela de Química UIS. Los escaneos se llevaron a cabo siguiendo la norma NTC 1299, numerales 11.8.1.1 y 11.8.1.3, en un rango de número de onda de 4000 a 400 cm^{-1} .

El coágulo de caucho natural utilizado en el estudio está compuesto principalmente de cis-1,4-poliisopreno. La Figura 10 muestra los espectros FTIR correspondientes a las tres muestras de coágulo expuestas a las condiciones ambientales de la planta de CCC, ubicada a 5 km de Puerto Araujo, Santander, durante tres periodos de maduración.

Figura 10.

Espectros MIR-ATR de las muestras tomadas de un coágulo del Lote A1



En las regiones características del caucho natural se encuentra el carbono insaturado en 1660 y 840 cm^{-1} , los hidrocarburos en $2850\text{-}2980\text{ cm}^{-1}$ y $1350\text{-}1450\text{ cm}^{-1}$.

El propósito inicial de la caracterización del coágulo era realizar un seguimiento de su degradación en paralelo con los tiempos del proceso de la prueba de merma. Sin embargo, se decidió dejar una última muestra (muestra 3) expuesta a la intemperie por un período adicional, ya que, en la planta, la materia prima, en promedio, permanecía al aire libre durante 100 días.

La banda de estudio será la del carbonilo ($\text{C}=\text{O}$), ubicada alrededor de la longitud de onda de 1700 cm^{-1} , para observar si aumenta la presencia de este grupo funcional. Según el mecanismo de reacción de degradación por termooxidación (ver Ítem 1.5.3), un incremento en la presencia de la banda del carbonilo indica un aumento en la formación de radicales libres. Durante el proceso de degradación, las cadenas de carbono del *cis*-1,4-poliisopreno se oxidan, permitiendo que el oxígeno se enlace a la columna vertebral del polímero. Esto da

lugar a la formación de varios grupos funcionales transportadores de oxígeno y la producción de subproductos como aldehídos, ácidos carboxílicos, ésteres y alcoholes.

Al realizar un análisis cuantitativo de las regiones correspondientes a los grupos carbonilo ($1800-1670\text{ cm}^{-1}$) como se observa en la Figura 11, e hidroxilo ($3800-3000\text{ cm}^{-1}$) en la Figura 12, se observó un aumento significativo en estos grupos durante la degradación. Los espectros de las muestras mostraron un incremento en la presencia del grupo carbonilo, pasando del 65% al 90%, y un aumento en el grupo hidroxilo, que ascendió del 60% al 95%.

Figura 11.

Cambios de espectros FTIR del grupo funcional carbonilo $1800-1670\text{ cm}^{-1}$

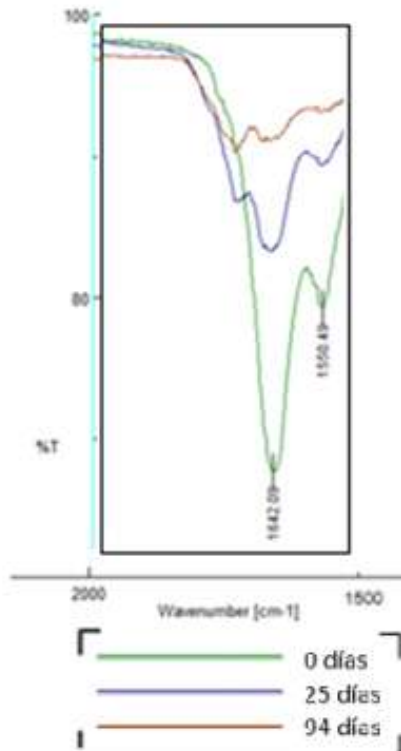
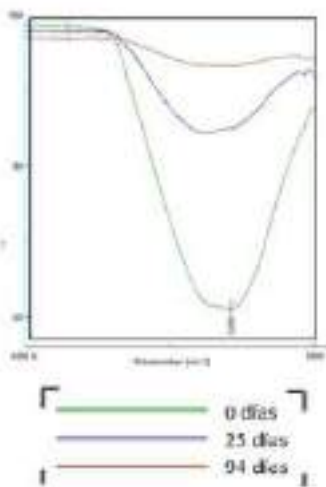


Figura 12.

Cambios de espectros FTIR del grupo funcional hidroxilo 3800-3000 cm⁻¹

**6. Conclusiones**

Se observó una correlación entre la pérdida de masa y las condiciones ambientales, pero en esta fase del estudio no es posible atribuir esta pérdida exclusivamente a la degradación de la materia prima, dado que también influye el error en la determinación del %DRC. Sin embargo, los resultados del análisis espectroscópico evidencian que la degradación está ocurriendo, lo que sugiere la necesidad de realizar estudios complementarios para caracterizar mejor el proceso.

El análisis cuantitativo de los espectros FTIR mostró que el tiempo de maduración tuvo un impacto significativo en la formación de grupos funcionales asociados a la degradación. En particular, la transmitancia de las señales correspondientes a los grupos carbonilo (1800-1670 cm⁻¹) aumentó en un 25% en muestras con maduración prolongada, mientras que la señal del grupo hidroxilo (3800-3000 cm⁻¹) mostró un incremento del 35%. Esto confirma que tiempos de maduración más largos favorecen la oxidación y degradación del caucho natural coagulado.

Adicionalmente, se identificó que la variabilidad en la determinación del %DRC puede estar contribuyendo significativamente a la merma observada. La prueba adicional de precisión y exactitud sobre este parámetro en el laboratorio de materia prima evidenció la necesidad de optimizar los procedimientos de muestreo y análisis para obtener datos más confiables. La variabilidad y los errores en estas mediciones representan una de las principales causas de pérdida de material en la compañía.

Las pruebas de almacenamiento revelaron que las condiciones ambientales juegan un papel crítico en la estabilidad de la materia prima. Lotes almacenados a la intemperie presentaron una pérdida de masa hasta un 10% mayor en comparación con aquellos protegidos, lo que indica que factores como la exposición a la humedad y la radiación solar aceleran la degradación. Además, se evidenció que el almacenamiento inadecuado afecta la calidad final del TSR, impidiendo que cumpla con los estándares establecidos, lo que representa un desafío adicional para la empresa.

7. Recomendaciones

La prueba adicional de estadística nos permitió identificar las dificultades al analizar los resultados de la prueba de mermas, ya que el análisis estadístico de precisión y exactitud no estaba incluido en la metodología inicial. Esta evaluación adicional surgió a raíz de una creciente desconfianza en los resultados obtenidos, lo que llevó a una investigación más profunda junto con el ingeniero jefe de planta, Miller. El análisis estadístico de los datos reveló varias limitaciones en la prueba adicional debido al comportamiento impredecible de los resultados. Se observó una alta desviación, varianza y dispersión, lo que indica la necesidad de repetir estas pruebas y se recomienda a CCC S.A. evaluar los mismos parámetros, pero aumentando el número de muestras.

Estos análisis evidencian una correlación dependiente de los resultados respecto a las condiciones de las variables estudiadas, validando así la hipótesis planteada sobre la problemática en la CCC. Por lo tanto, se recomienda a la compañía mejorar la disposición de la materia prima en términos de almacenamiento y tiempo de maduración. Las condiciones actuales afectan negativamente los resultados y están influyendo directamente en la merma.

Referencias Bibliográficas

- E.Ehabe, Y.LeRoux, & F.Ngolemasango. (2002). Effect of Maturation on the Bulk Viscosity and Molecular Chain Length of Cuplump Natural Rubber. *Journal of Applied Polymer Science*, 6.
- Ardila, L. A. (2005). *Diseño básico de una planta procesadora de latex de caucho*. Bucaramanga: Tesis de grado UIS.
- Arias, V. C. (2017). Degradación de alta densidad convencional y oxodegradable polietileno en ambientes acuosos tropicales y al aire libre. *Redalyc.org*, 12.
<https://doi.org/10.20937/RICA.2018.34.01.12>
- Bohórquez, I. L. (2013). Efecto de la variación de la concentración de ácido fórmico y ácido acético en el proceso de coagulación del látex proveniente del caucho natural. *Momentos de Ciencia*, 8.
- Bonfiles, F. (2022). Los métodos de coagulación y el paso de secado son los impulsores clave de la dinámica de estructuración del Caucho natural durante la maduración del coagulo. *Researchgate*, 17.
- Caballero, A. M. (2005). *DISEÑO BÁSICO DE UNA PLANTA PROCESADORA DE LATEX DE CAUCHO*. Bucaramanga Santander: Uis.
- Cáceres Sandoval, A. P., & Gauthier-Maradei, P. (2012). Thermogravimetric analysis as a new method to determine of total solid content (TSC) and dry rubber content (DRC) of natural latex. *Redalyc.org*, 10.

- Celina, M. C. (2021). Carbonyl Identification and Quantification Uncertainties for Oxidative Polymer. *El sevier*, 21.
<https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2021.109550>
- Chamas, A., Moon, H., & Zheng, J. (2020). Degradation Rates of Plastics in the Environment. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 18.
<https://dx.doi.org/10.1021/acssuschemeng.9b06635?ref=pdf>
- Cheng peng, L., Jie ping, Z., & Yang, L. (2010). Studies on the properties and the thermal decomposition kinetics of natural rubber prepared with calcium chloride. *e-Polymers*, 10. DOI: 10.1515/epoly.2010.10.1.789
- Delgado López, E. (2015). *Propuesta de un plan para la reduccion de la merma utilizando la metodologia six sigma en una planta de productos plasticos*. Lima: Tesis PUCP.
- Galal Aboelkheir, M., & Braga Bedor, P. (2019). Biodegradation of Vulcanized SBR: A comparison between *Bacillus subtilis*, *Pseudomonas aeruginosa* and *Streptomyces sp.* *nature research*, 13. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-55530-y>
- Giraldo Vásquez, D. H., & Velásquez Restrepo, S. M. (2017). Variation of technological properties of field natural rubber lattices from *Hevea brasiliensis* clones and natural rubber-based compounds. *DYNA*, 8.
<http://dx.doi.org/10.15446/dyna.v84n203.65689>
- J. Intapun, J. Sainte-Beuve, & F. Bonfils. (2010). Effect of Microorganisms During the Initial Coagulum Maturation of *Hevea* Natural Rubber. *Journal of Applied Polymer Science*, 8. DOI 10.1002/app.32331

- J. Intapun, J. S.-B. (2009). Caracterización de las condiciones de maduración de la coagulación de la copa del caucho natural y propiedades d. *Artículo en Journal of Rubber Research - septiembre de 2009.*
- Jing Wei Ng, N. O. (2022). Diversas técnicas de coagulación y su impacto en las propiedades del látex de caucho natural de *Hevea brasiliensis* látex de caucho natural de *Hevea brasiliensis* - una revisión exhaustiva relacionados con la aplicación de neumáticos. *Elsevier*, 26.
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.114835>
- M. Salomez, M. S. (2023). Microorganismos en el látex y la coagula de caucho natural de *Hevea brasiliensis* y su impacto en la composición, estructura y propiedades del caucho. *Applied Microbiology*, 15. doi:10.1111/jam.12556
- Manrique López, D. D., & Paternina Chavarriaga, M. J. (2023). *Revisión sistemática del estado del arte de la biodegradación de polietileno de baja densidad y tereftalato de polietileno*. Bucaramanga: Trabajo de grado UIS.
- Martinez Covalada, H. (2005). *Cadena del Aaicho*. Bogota: Ministerio de agricultura y desarrollo rural .
- Meng Ren, J. L. (2023). Post-irradiation degradation of radio-oxidized natural rubber latex films . *EL SERVER* , 12. <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2023.110807>
- MinAgricultura. (2018). *Cadena de caucho natural*. Bogota D.C: MinAgricultura.
- Ministerio de agricultura y desarrollo rural. (2020). *Cadena de caucho, indicadores, apoyos*. Bogota D.C: MinAgicultura.

- Nanthini, J., & Sudesh, K. (2017). Biodegradación de caucho natural y productos de caucho natural por *Streptomyces* sp. Cepa CFMR 7. *Journal Polym Environ*, 12.
- Noinart, F. B.-B. (2022). Maduración post-cosecha de la coágula de látex de *Hevea brasiliensis*: clasificación de los factores clave de la mesoestructura y las propiedades físicas de caucho natural. *ResearchGate*, 29.
<https://doi.org/10.1007/s42464-022-00146-7>
- Noinart, J., Vaysse, L., & Musigamart, N. (2020). Coagulation methods and drying step are the key drivers of the dynamics of structuration of natural rubber during the maturation of coagula. *Express Polymer Letters Vol.16, No.11, 1161–1176*, 17.
<https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2022.85>
- P. Kerdongmee, C. P. (2014). Cuantificación del contenido de caucho seco en una solución de látex mediante un pulso ultrasónico. En *REVISIÓN DE CIENCIAS DE LA MEDICIÓN* (págs. Pag 9, volumen 14, n.º 5, 2014). Tailandia: Facultad de Ciencias, Universidad Walailak, Thasala, Nakhon Si Thammarat,.
- PING ZHONG, J., & CHENG PENG, L. (2009). Study on the Properties of Natural Rubber during Maturation. *Journal of Polymer Materials*, 11.
- Rosazlin, A. ., (2023). Degradación del caucho oxo-biodegradable y su impacto en los servicios ecosistemicos. *European Polimer Journal*, 13.
<https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2023.112026>
- Soh Fri, P., Nkeng, G., & Ehabe, E. (2007). Effect of Natural Coagula Maturation on the Processability, Cure, and Mechanical Properties of Unfilled Vulcanizates of *Hevea* Natural Rubber. *Journal of Applied Polymer Science*, 5.

TAVERA RUIZ, C. P. (2010). *Estudio experimental para la implementación de un proceso de producción de caucho natural en la región de cimitarra santander.*

Bucaramanga: Trabajo de grado UIS.

Velásquez, S., & Giraldo, D. (2014). Characterization and evaluation of vulcanization time for colombian natural rubber from three hevea brasiliensis tree clone. *Redalyc.org*,

10.

Yikmis, M., & Steinbüchel, A. (9). Historical and Recent Achievements in the Field of

Microbial Degradation of Natural and Synthetic Rubber. *Applied and*

Environmental Microbiology, 2012.

Zapata Gallego , N., & Álvarez Láinez, M. (2017). Evaluación de las variedades de látex de caucho natural colombiano IAN 710, IAN 873 Y FX 3864. *Revista colombiana de*

materiales, 4.

Apéndices

Apéndice A.

ANEXO A. Hojas de cálculo del Balance de masa de la prueba piloto de mermas de los Lotes A1, A2, B1 y B2.

Encontrara todos los datos y cálculos relacionados con la primera prueba experimental.

Apéndice B.

ANEXO B. Hojas de cálculo de la prueba adicional estadística Lote E, F y G.

Encontrará todos los datos y cálculos relacionados con la según prueba experimental complementaria a los resultados del %DRC de todo el proyecto.

Apéndice C.

ANEXO C. Resultados de la caracterización FTIR

Se encuentran todos los espectros de la materia prima obtenidos durante la prueba.

Apéndice D.

ANEXO D. Presentación y sustentación del trabajo de grado

Apéndice E.

ANEXO E. Informe reporte y análisis de resultados de las pruebas entregado a CCC

Apéndice F.

ANEXO F. Trazabilidad de resultados y registro fotográfico

En esta carpeta se encuentra todas las fotos de los resultados y mediciones el DRC en el laboratorio para cada uno de los lotes, separados por el tiempo de maduración en que se realizaron los análisis, junto con la trazabilidad del cambio de la materia prima durante el almacenamiento con el propósito de observar la descomposición.