

UNIVERSIDAD DE COSTA RICA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

**DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA
EVALUAR LA INTEGRIDAD DEL SELLO DE
EMPAQUES POLIMÉRICOS FLEXIBLES
UTILIZADOS EN UNA COMPAÑÍA DE GALLETAS
MEDIANTE PRUEBAS DE HERMETICIDAD POR
EMISIÓN DE BURBUJAS Y FUERZA DE SELLO**

PRÁCTICA DIRIGIDA DE GRADUACIÓN SOMETIDA A LA
CONSIDERACIÓN DE LA ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA COMO
REQUISITO FINAL PARA OPTAR AL GRADO DE LICENCIATURA EN
INGENIERÍA QUÍMICA

DIANA MARÍA QUESADA MURILLO

CIUDAD UNIVERSITARIA RODRIGO FACIO
SAN JOSÉ, COSTA RICA

2022

**Desarrollo de una metodología para evaluar la integridad del sello de
empaques poliméricos flexibles utilizados en una compañía de galletas
mediante pruebas de hermeticidad por emisión de burbujas y fuerza de
sello**

Informe de la práctica dirigida de graduación presentada ante la Escuela de
Ingeniería Química de la Universidad de Costa Rica como requisito final para optar
por el grado de Licenciado en Ingeniería Química.

Sustentante:

Diana María Quesada Murillo

Tribunal examinador:



M.Sc. Randall Ramírez Loría
Profesor
Escuela de Ingeniería Química

Presidente del tribunal



Lic. Juliana Da Luz Castro
Profesora
Escuela de Ingeniería Química

Directora del proyecto



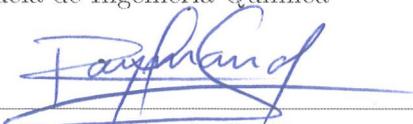
M.Sc. Paula Solano Sánchez
Profesora
Escuela de Ingeniería Química

Miembro Asesor



Lic. Natalia Montero Rambla
Profesora
Escuela de Ingeniería Química

Miembro Asesor



Ing. Rayman Angulo Gutiérrez
Profesor
Escuela de Ingeniería Química

Miembro invitado

DEDICATORIA

A todos mis seres queridos.

AGRADECIMIENTOS Y RECONOCIMIENTOS

A mi familia y amigas (os) que me dieron un apoyo incondicional durante toda la carrera. A la profesora Juliana, Paula, Natalia y Enrique que fueron parte indispensable para el desarrollo del proyecto. Por último, a mis compañeros de la empresa que siempre me dieron palabras de aliento para concluir esta etapa de la mejor manera.

RESUMEN

El objetivo de la práctica dirigida fue desarrollar una metodología para la evaluación de la integridad del sello de empaques poliméricos flexibles utilizados en una compañía de galletas, mediante pruebas de hermeticidad por emisión de burbujas y fuerza de sello, para utilizarse como herramienta en la detección de fallas en el proceso productivo y evaluación del desempeño de matrices nuevas que se deseen utilizar en la empresa.

Para esto, se comenzó con una búsqueda bibliográfica acerca de ambos métodos de ensayo. Cada uno de ellos cuenta con un procedimiento estándar de la Sociedad Americana para Pruebas y Materiales; ASTM D3078 - Método de Prueba Estándar para Detección de Fugas en Empaques Flexibles Mediante Técnicas por Emisión de Burbujas y ASTM F88 - Método de Prueba Estándar para Determinar la Fuerza de Sello en Materiales Flexibles. Con esto y con los manuales de los equipos, se inició con una curva de aprendizaje para poner en marcha el uso de los mismos, acondicionarlos y realizar sus respectivas calibraciones para asegurar resultados confiables.

Para el primer ensayo mencionado, se inició con estudio cruzado de hermeticidad con vida útil acelerada con el fin de establecer el parámetro de presión a utilizar, se estableció (55 ± 2) mbar de vacío ya que es el valor con una mejor combinación sensibilidad y especificidad acorde a los objetivos y necesidades de la empresa. Se obtuvo (67 ± 12) % en la sensibilidad y (95 ± 6) % en la especificidad con un nivel de confianza del 95 %.

Posterior a esto, se procedió a realizar la verificación del método siguiendo los lineamientos para verificación y validación de métodos utilizados por el Ente Costarricense de Acreditación en laboratorios de ensayo y calibración. Debido a que este ensayo es de respuesta binaria o cualitativo, se estimó la incertidumbre, robustez y precisión. Seguidamente, para la verificación de la incertidumbre, por la naturaleza de la medición, se realizó un análisis de las fuentes que pueden influir en la respuesta. Por otra parte, en la robustez se tomó en cuenta la altura de inmersión, temperatura del fluido y el lapso de renovación del líquido con lo que se logró determinar que ninguno de ellos influye significativamente en la respuesta obtenida. Por último, se verificó la precisión de la medición mediante una tabla de contingencia con lo que se obtuvo una exactitud de 81 %.

Por otra parte, en el caso del ensayo de fuerza de sello, se inició con la verificación del método con lo que se obtuvo una incertidumbre expandida de 0.0061 N/mm con un factor de cobertura de 2. Seguidamente, en los ensayos para verificación de precisión y repetibilidad, se determinó que la desviación estándar del ensayo se encuentra por debajo del máximo permitido por el estándar ASTM en un 11 % y 50 % respectivamente. Asimismo, se verificaron los parámetros de linealidad y robustez.

Posterior a esto, se procedió a determinar los límites de tolerancia del proceso mediante los límites reales del mismo. Se realizó un muestreo estratificado sistemá-

tico con las diferentes empacadoras de la empresa para obtener una especificación para el sello de mordaza de (0.1886 ± 0.0993) N/mm y (0.1927 ± 0.1229) N/mm para el rodillo. Para finalizar, se realizó un estudio R & R para evaluar la calidad de las mediciones con lo que se obtuvo que el sistema es adecuado para su uso.

Por último, se elaboraron los procedimientos estándar para el uso de cada uno de los ensayos y hojas de control de datos. Con dicha información se planteó la capacitación de la totalidad de facilitadores de calidad con soporte del departamento de formación y desarrollo de la compañía. Para verificar el conocimiento y entendimiento de los temas, se realizó una evaluación a cada uno de ellos.

Respecto al ensayo de hermeticidad se concluye que la exactitud del ensayo es buena y el ensayo cumple las funciones deseadas para detectar fugas y microfugas en los empaques de galletas. Se recomienda incursionar y evaluar la adquisición de otro ensayo de detección de fugas con mayor sensibilidad para contar con una evaluación más precisa a nivel de laboratorio en caso de ser necesaria. Por otra parte, respecto al ensayo de fuerza de sello se concluye que la variabilidad en el sistema de medición está mayoritariamente influenciada por las partes (92.89 %) respecto a la asociada al propio sistema de medición (7.11 %) por lo que tiene un nivel aceptable. En este caso se recomienda que conforme se establezca la periodicidad de uso del texturómetro se evalúe si es viable hacer estudios de R & R de manera periódica o si es preferible enfatizar únicamente en pruebas de estabilidad como herramienta de alertas tempranas en el proceso y definir intervalos de calibración con una mayor precisión.

Índice

	<i>Página</i>
DEDICATORIA	III
AGRADECIMIENTOS Y RECONOCIMIENTOS	V
RESUMEN	VII
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO 1: EMPAQUES EN GALLETERÍA	3
1.1 Niveles de empaque	3
1.1.1 Empaque primario	3
1.1.2 Empaque secundario	3
1.1.3 Empaque terciario	4
1.2 Vida útil	4
1.3 Permeabilidad	4
1.3.1 Ley de Fick	5
1.3.2 Tasa de transferencia al vapor de agua (WVTR)	6
1.3.3 Tasa de transferencia al oxígeno (OTR)	7
1.4 Polímeros empleados en empaques para galletas	8
1.4.1 Polipropileno	8
1.4.2 Polietileno	11
1.5 Tipos de empacadoras	12
1.5.1 Horizontal	12
1.5.2 Vertical	14
CAPÍTULO 2: DETECCIÓN DE FALLAS EN EMPAQUES	17
2.1 Fuerza de sello	17
2.1.1 Método para medir fuerza de sello	18
2.1.2 Calibración del equipo: texturómetro	19
2.1.3 ASTM F88/F88M-15	24

2.2	Hermeticidad	26
2.2.1	Método de detección de fugas por emisión de burbujas	26
2.2.2	Calibración del equipo: cámara para detección de fugas	28
2.2.3	ASTM D3078-02	29

**CAPÍTULO 3: DEFINICIÓN DEL PARÁMETRO DE PRESIÓN
PARA ENSAYO DE DETECCIÓN DE FUGAS POR EMISIÓN
DE BURBUJAS 31**

3.1	Determinación del estado de los empaques	31
3.2	Ensayos preliminares	32
3.2.1	Pruebas para validez del ensayo	35
3.3	Definición de parámetro	36

CAPÍTULO 4: VERIFICACIÓN DEL MÉTODO 39

4.1	Clasificación de métodos	39
4.1.1	Normalizado	39
4.1.2	Normalizado Modificado	39
4.1.3	No Normalizado (Método Interno)	39
4.2	Fuerza de Sello	40
4.2.1	Veracidad	41
4.2.2	Precisión	42
4.2.3	Linealidad	47
4.2.4	Incertidumbre	48
4.2.5	Robustez	53
4.3	Hermeticidad	61
4.3.1	Incertidumbre	62
4.3.2	Robustez	67
4.3.3	Falsos positivos y/o falsos negativos	70

CAPÍTULO 5: DETERMINACIÓN DE ESPECIFICACIONES TÉCNICAS PARA LA FUERZA DE SELLO 73

5.1	Influencia del peso del producto en la fuerza de sello del empaque . . .	73
-----	--	----

5.1.1	Sello de mordazas	74
5.1.2	Sello de rodillo	76
5.2	Tolerancia de proceso	80
5.2.1	Muestreo	80
5.2.2	Diseño de tolerancia	83
CAPÍTULO 6: ANÁLISIS DEL SISTEMA DE MEDICIÓN		87
6.1	Estudio R & R en ensayos destructivos	87
6.2	Análisis de Varianza	88
6.3	Componentes de la variación del sistema	90
6.3.1	Precisión/tolerancia	91
6.3.2	Precisión/variación total	92
6.3.3	Número de categorías distinguibles	93
6.4	Cartas \bar{X} y R	93
CAPÍTULO 7: PROCEDIMIENTOS, INFOGRAFÍAS Y CAPACI-		
TACIÓN		97
7.1	Instructivos de operación estándar	97
7.2	Hojas de verificación	97
7.2.1	Fuerza de sello	97
7.2.2	Hermeticidad	100
7.3	Capacitación	100
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES		103
8.1	Conclusiones	103
8.2	Recomendaciones	104
NOMENCLATURA		107
BIBLIOGRAFÍA		111
APÉNDICES		115
A	Datos experimentales	115
B	Resultados intermedios	150

C	Procedimientos elaborados	152
C.1	Fuerza de sello	152
C.2	Hermeticidad	152
D	Muestra de cálculo	154
D.1	Error en prueba de exactitud para calibración del texturómetro	154
D.2	Humedad final de muestras de empaque	154
D.3	Relación de exactitudes para calibración del texturómetro . .	155
D.4	Selectividad	155
D.5	Especificidad	156
D.6	Valor predictivo positivo	156
D.7	Valor predictivo negativo	157
D.8	Exactitud	157

Índice de cuadros

Cuadro 1.1	Tasas de transferencia de vapor de agua para diversos polímeros ((Ibrahiem y Khalifa, 2016)	7
Cuadro 1.2	Tasas de transferencia de oxígeno para diversos polímeros ((Ibrahiem y Khalifa, 2016)	8
Cuadro 2.1	Prueba de precisión para calibración del texturómetro - patrón de 1000 g.	20
Cuadro 2.2	Prueba de exactitud para calibración del texturómetro.	21
Cuadro 2.3	Incertidumbre expandida de patrones de masa empleados en la calibración del texturómetro.	23
Cuadro 2.4	Resumen componentes de la incertidumbre para calibración - texturómetro.	24
Cuadro 2.5	Condiciones atmosféricas requeridas para acondicionamiento de muestras para prueba de fuerza de sello ((ASTM, 2014)	25
Cuadro 3.1	Criterio de decisión para clasificar muestras con y sin fugas.	32
Cuadro 3.2	Resultados de parámetros para validez de prueba a distintas presiones.	36
Cuadro 3.3	Criterio para clasificación para parámetros de tabla 2x2.	36
Cuadro 3.4	Sensibilidad y especificidad a 55 mbar.	37
Cuadro 4.1	Prueba de repetibilidad para verificación del método de fuerza de sello.	43
Cuadro 4.2	Análisis de Varianza para verificación de precisión intermedia del ensayo de fuerza de sello	45
Cuadro 4.3	Resumen de componentes de la incertidumbre para fuerza de sello.	52
Cuadro 4.4	Factores y niveles para factorial fraccionado verificación de método fuerza de sello.	56
Cuadro 4.5	Análisis de Varianza para verificación de robustez del método-fuerza de sello.	58

Cuadro 4.6	Factores y niveles corrida adicional resolución de ambigüedad en factorial fraccionado para robustez del ensayo de fuerza de sello.	59
Cuadro 4.7	Resolución de ambigüedad- factorial fraccionado para robustez del ensayo de fuerza de sello.	59
Cuadro 4.8	Factores y niveles para evaluación de la robustez del método -hermeticidad.	67
Cuadro 4.9	Tabla de desviaciones verificación de robustez del ensayo de fugas.	69
Cuadro 4.10	Tabla de coeficientes para verificación de robustez del ensayo de hermeticidad.	69
Cuadro 5.1	Niveles experimento influencia de peso en fuerza de sello. . .	73
Cuadro 5.2	Análisis de Varianza pesos en sello de mordaza.	74
Cuadro 5.3	Análisis de Varianza pesos en sello de rodillo.	76
Cuadro 5.4	Empacadoras de empaques primarios utilizadas para muestreo.	80
Cuadro 5.5	Iteración nivel de precisión para definición de número de muestra.	82
Cuadro 5.6	Parámetros para cálculo de tolerancia - sello de mordaza. . .	84
Cuadro 5.7	Parámetros para cálculo de tolerancia - sello de rodillo. . . .	85
Cuadro 6.1	Análisis de Varianza estudio R & R con interacción.	88
Cuadro 6.2	Análisis de Varianza estudio R & R sin interacción.	89
Cuadro A.1	Datos para verificación de repetibilidad para el ensayo de fuerza	115
Cuadro A.2	Datos para repetibilidad de ancho de empaque	115
Cuadro A.3	Datos para linealidad del texturómetro.	116
Cuadro A.4	Respuestas factorial fraccionado fuerza de sello.	116
Cuadro A.5	Diseño completamente al azar - sello de mordaza.	117
Cuadro A.6	Diseño completamente al azar - sello de rodillo.	118
Cuadro A.7	Datos estudio repetibilidad y reproducibilidad de fuerza de sello.	119
Cuadro A.8	Reporte de masas antes de cámara de vida útil.	119

Cuadro A.9	Reporte de masas después de cámara de vida útil.	132
Cuadro A.10	Pruebas de hermeticidad a 50 mbar	145
Cuadro A.11	Pruebas de hermeticidad a 55 mbar	145
Cuadro A.12	Pruebas de hermeticidad a 60 mbar	146
Cuadro A.13	Pruebas de hermeticidad a 65 mbar	147
Cuadro A.14	Pruebas de hermeticidad a 70 mbar	147
Cuadro A.15	Pruebas de hermeticidad a diferentes presiones	148
Cuadro B.1	Resultados intermedios para calibración interna del textu- rómetro y verificación de linealidad del equipo.	150
Cuadro B.2	Parámetros para evaluación de tablas de contingencia.	151
Cuadro B.3	Valores predictivos para ensayo de hermeticidad por emisión de burbujas.	151

Índice de figuras

Figura 1.1	Representación barrera ambiente - producto de una película polimérica.	5
Figura 1.2	Monómero del polipropileno.	8
Figura 1.3	Molécula del polipropileno isotáctico (Hermida, 2011).	9
Figura 1.4	Proceso de fabricación polipropileno cast (Groover, Mikell, 2007)	9
Figura 1.5	Proceso de fabricación polipropileno biorientado.	10
Figura 1.6	Estructura del polipropileno. (Robertson, 2012)	11
Figura 1.7	Diagrama de empacadora horizontal (Bosch, 2011)	13
Figura 1.8	Diagrama de mordazas en empacadoras (Bosch, 2011)	13
Figura 1.9	Diagrama vista lateral de rodillos en empacadoras (Bosch, 2011)	14
Figura 1.10	Diagrama de empacadora vertical (Wiley, 2016)	15
Figura 2.1	Diagrama del texturómetro con aditamentos para ensayo de fuerza de sello (Stable Micro Systems Ltd, 2016).	18
Figura 2.2	Tipos de sellos en empaques flexibles(ASTM International, 2013)	24
Figura 2.3	Técnicas adecuadas para la prueba de fuerza de sello (ASTM International, 2013)	25
Figura 2.4	Calibración de la cámara de detección de fugas	28
Figura 3.1	Comportamiento muestras en cámara de hermeticidad a diversas presiones.	33
Figura 4.1	Cortador de tambor rotatorio manual (izquierda) - Guillotina de doble hoja (derecha) (ASTM, 2005).	40
Figura 4.2	Cortador de doble cuchilla (Grip-Engineering, 2021).	40
Figura 4.3	Troquel para corte de empaques elaborado en la empresa.	41
Figura 4.4	Verificación de supuestos del modelo para precisión intermedia	46
Figura 4.5	Evaluación de linealidad de la fuerza de sello.	47

Figura 4.6	Diagrama de Ishikawa tipo flujo de proceso para verificación de robustez de fuerza de sello.	53
Figura 4.7	Comparación de medias para el tiempo de estabilización del sello.	55
Figura 4.8	Gráfico de Daniel para estudio de robustez - fuerza de sello.	58
Figura 4.9	Guías en mordazas del texturómetro.	60
Figura 4.10	Verificación de supuestos del modelo para robustez del método - fuerza de sello.	60
Figura 4.11	Diagrama de Ishikawa para verificación de detección de fugas.	62
Figura 4.12	Diagrama del equipo para detección de fugas DVACI.	63
Figura 4.13	Tabla de contingencia ensayos cualitativos.	71
Figura 5.1	Gráfica de intervalos - sello de mordazas.	75
Figura 5.2	Verificación de supuestos del modelo peso de productos - sello de mordazas.	75
Figura 5.3	Gráfica de intervalos - sello de rodillo.	77
Figura 5.4	Verificación de supuestos del modelo peso de productos - sello de rodillo.	78
Figura 5.5	Gráfico de igualdad de varianzas - sello de rodillo.	79
Figura 5.6	Gráfica de probabilidad para normalidad - mordaza.	84
Figura 5.7	Gráfica de probabilidad para normalidad - rodillo.	86
Figura 6.1	Respuesta por operador R & R.	89
Figura 6.2	Respuesta interacción parte/operador R & R (derecha), Respuesta por partes R & R (izquierda).	90
Figura 6.3	Gráfica de componentes de variación R & R.	91
Figura 6.4	Carta de control de medias y rangos para estudio R & R.	94
Figura 7.1	Error al introducir código SAP erróneo en hoja de verificación - fuerza de sello.	98
Figura 7.2	Desplegable tipo de empaque en hoja de verificación - fuerza de sello.	98
Figura 7.3	Automatización de detección de rango de tolerancia en hoja de verificación - fuerza de sello.	99

Figura 7.4	Error al no seleccionar el tipo de sello en hoja de verificación	
	- fuerza de sello.	99
Figura 7.5	Desplegable resultado de prueba - hermeticidad.	100
Figura 8.1	Factores para el cálculo de límites naturales de tolerancia	
	bilaterales (Äüôú, 2003)	159

INTRODUCCIÓN

Los empaques para alimentos se han usado desde el inicio de la humanidad, al comienzo, se emplearon con el único propósito de contenerlos y así poder facilitar el proceso de transporte de un lugar a otro. Sin embargo, desde hace aproximadamente cuatro décadas, conforme la industria de alimentos ha ido evolucionando, se ha desarrollado ampliamente el conocimiento, enfoque y propósito de los empaques en estos productos (Driscoll y Shafiur Rahman, 2007). Actualmente, dentro de las funciones más relevantes se encuentran: conservar las propiedades y características del producto lo que se relaciona con la vida útil.

Para lograr esto, además de realizar una correcta elección del material, es preciso contemplar la integridad del sello como un aspecto clave y determinante para preservar las características deseadas en el producto. La evaluación del sellado está compuesta por dos elementos: fuerza de sello y ausencia de fugas (Jayan *et al.*, 2018). La medición de la primera en mención busca un balance para que esta fuerza no sea tan alta como para que al consumidor no pueda abrirlo pero que a su vez, esta sea adecuada para conservar el producto y no exponerlo en el transcurso del almacenamiento, transporte y distribución (Dudbridge, M, 2016). Por otra parte, los ensayos de hermeticidad complementan el proceso de evaluación del sello mediante detección de fugas en puntos específicos como esquinas o uniones, para así garantizar el menor intercambio posible entre el ambiente y el producto.

Dicho esto, la presente práctica tiene como objetivo desarrollar una metodología adecuada para la evaluación de la integridad del sello de los empaques flexibles utilizados en una compañía de galletas en la que se tome en cuenta la fuerza de sello y hermeticidad como factores claves a la hora de evaluar sellos a nivel industrial. Para el cumplimiento de este objetivo, se realizaron las siguientes actividades:

- Investigación bibliográfica acerca de los ensayos deseados y estándares con los que cada uno cuenta.
- Puesta en marcha de los equipos de la empresa: curva de aprendizaje para su

uso, verificación de su correcto funcionamiento y calibración.

- Definición del parámetro de vacío para el ensayo de hermeticidad por emisión de burbujas.
- Verificación de cada uno de los métodos de ensayo según su clasificación: cualitativo o cuantitativo.
- Determinación de la tolerancia del proceso de fuerza de sello en rodillo y mordazas.
- Análisis del sistema de medición para garantizar la calidad de los resultados.
- Desarrollo de procedimiento, hoja de verificación e infografía para el correcto uso de los equipos y ensayos en cuestión.
- Por último, capacitación al personal de la compañía que realizará estos ensayos.

CAPÍTULO 1: EMPAQUES EN GALLETERÍA

Elemento usado para contener, proteger, manipular, entregar, almacenar, transportar y presentar el producto desde el fabricante hasta el usuario o consumidor final (ISO, 2016). A continuación se presentan conceptos relevantes para la comprensión de las funciones, tipos y proceso de la formación de empaques para el producto de interés, galletas.

1.1. Niveles de empaque

La función de contener el producto, es la más básica e indispensable que debe cumplir el empaque, los niveles se dividen en: primarios, secundarios y terciarios (ISO, 2016).

1.1.1. Empaque primario

Es el único nivel en contacto directo con el producto y tiene una gran relevancia ya que a nivel de producción se utiliza para cuantificar y controlar parámetros relacionados con la masa como el sobre o bajo peso, así como unidades o densidad de producto por unidad de empaque. Cabe mencionar que es la principal barrera al intercambio producto-ambiente y viceversa, por lo que se deben conocer características del producto a contener como: estado, composición química y propiedades físicas para realizar una elección adecuada del empaque primario (Romain y Brule, 2016).

1.1.2. Empaque secundario

La función principal es contener una cantidad de unidades de empaques primarios. Su objetivo está estrictamente relacionado con la protección física, facilidad de manipulación del producto por parte del consumidor y de operarios, así como una estrategia de negocio para la comercialización del elemento; debido a esto, se podría remover sin afectar considerablemente las características sensoriales y nutricionales del producto. Sin embargo, en la realidad, el empaque secundario pueden ser un

componente adicional de barrera a la permeación y contribuir a la conservación del alimento (Manley y Clark, 2011).

1.1.3. Empaque terciario

Como último nivel, los empaques terciarios se relacionan concretamente con necesidades de transporte y distribución como lo son las cajas corrugadas y pallets. En productos frágiles, como lo son las galletas, se asocia a la prevención de daños a la integridad del mismo ocasionados por la distribución (Berk, 2013).

1.2. Vida útil

Tiempo que el fabricante establece en el cual asegura que las características sensoriales del producto se mantienen adecuadas para el consumo. En ciertos casos, es posible manipular la vida útil de un producto, mediante la modificaciones en formulación o materias primas, sin embargo, esto no siempre es viable debido a limitantes del proceso, aspectos legales o económicos. Por esta razón, se busca preservar la vida útil del producto mediante la correcta elección del material del empaque, así como de la constante verificación del sellado y la detección temprana de fugas (Robertson, 2011).

1.3. Permeabilidad

Proceso de transferencia de gases o vapores compuesto por tres etapas principales: adsorción en superficie externa, difusión a través de la película y desorción en la parte interna del empaque (Lllanes, 2004). La Figura 1.1. muestra los distintos tipos de barrera que representa el empaque, dentro de ellos se destacan: protección microbiológica, química y de agentes físicos como insectos o animales debido a olores (Ahindra, 2011).

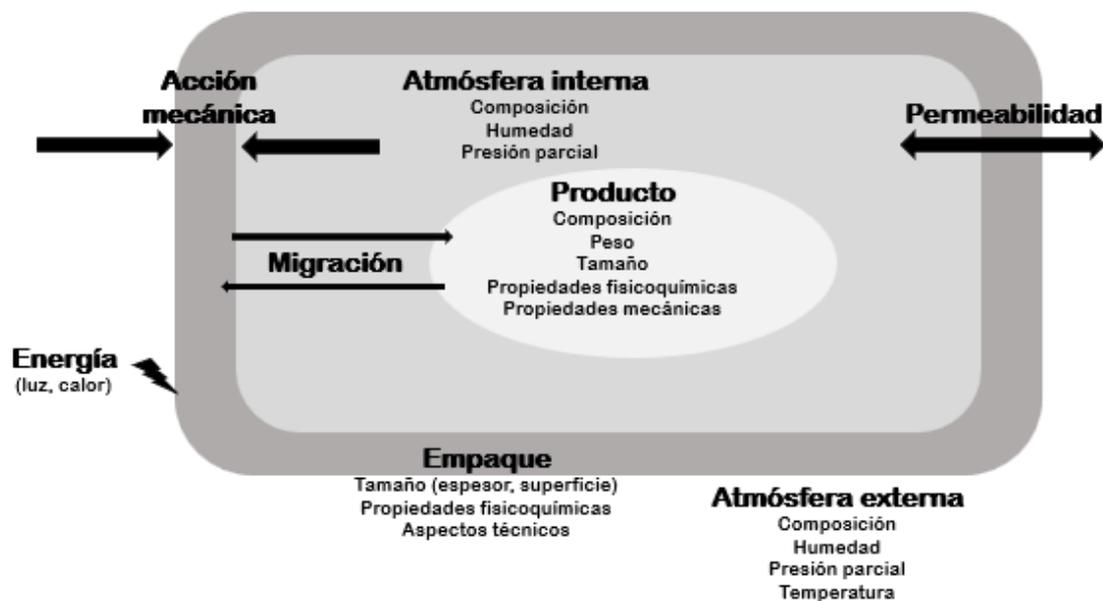


Figura 1.1. Representación barrera ambiente - producto de una película polimérica.

1.3.1. Ley de Fick

Para entender el fenómeno de difusión del gas en la película cuando la misma ocurre en una única dirección, se muestra a continuación la representación matemática de la ley de Fick. En esta expresión se toma en cuenta el coeficiente de difusión como una constante a través del empaque, la concentración del gas o vapor de agua que permea y el micraje de la película polimérica para obtener el flujo másico que llega al interior de la atmósfera:

$$J = -D \frac{dC}{dX} \quad (C.1)$$

Donde

J = Densidad de flux másico del permeante, $\frac{mol}{m^2s}$.

D = Coeficiente de difusión, $\frac{m^2}{s}$.

C = Concentración del gas o vapor de agua, $\frac{mol}{m^3}$.

X = Grosor de la película, m.

Utilizando la expresión de la ley de Henry a temperatura constante y reacomodando se obtiene la ecuación mostrada a continuación:

$$Pe = \frac{Q \cdot X}{A \cdot \Delta P} \quad (C.2)$$

Donde

Pe = Coeficiente de permeabilidad del material, $\frac{g \cdot m}{m^2 \cdot s \cdot atm}$.

Q = Flujo de permeante, $\frac{g}{s}$.

A = Área del material, m^2 .

ΔP = Diferencial de presión, atm.

Con esto, se obtiene el valor final de permeabilidad del material (Pe) de interés. Al ser este dato dependiente de la presión, está asociado e influenciado por condiciones atmosféricas como la humedad relativa, sin embargo, para poder compararlos, los proveedores de resinas y materiales de empaque reportan sus datos a 90% y 0% usualmente.

1.3.2. Tasa de transferencia al vapor de agua (WVTR)

Masa de vapor de agua que se transfiere del ambiente al producto a través de la película polimérica por unidad de tiempo y de área superficial del empaque. La dirección de la transferencia se debe a que la concentración de vapor de agua es mayor en el exterior que en el interior del empaque en la mayoría de los casos. El ingreso de agua al producto no solo provoca un deterioro en la textura, sino también prolifera el crecimiento de microorganismos y aumenta la actividad enzimática (Quintana Pincay, 2008).

En el Cuadro 1.1 se muestran valores aproximados de transferencia de vapor de agua para polímeros utilizados comúnmente en empaques de galletas. En este caso se destaca la mejora en barrera del polipropileno cast (sin orientar) respecto al del polipropileno biorientado (BOPP). Esto se debe a que al generar tensión de forma bidireccional, se cierran espacios característicos en la matriz lo cual impacta considerablemente su valor de barrera. Por otra parte, como se puede observar, la matriz de polipropileno biorientado es la mejor en cuanto a barrera al vapor de agua.

Esto se da gracias a que al metalizar el material se maximiza la barrera ya que, no solo se están juntando dos láminas de polímero sino que también las pequeñas gotas de sublimado de aluminio recaen sobre una cantidad importante de poros del flexible lo que produce una reducción del intercambio entre atmósferas. Este parámetro es crítico en productos con un alto poder para absorber humedad como lo son las galletas.

Cuadro 1.1. Tasas de transferencia de vapor de agua para diversos polímeros ((Ibrahiem y Khalifa, 2016)

Material	WVTR, g/m ² /d(23 °C),90 % HR
BOPP	3.9-6.2
PP Cast	9.3-11
HDPE	4.7-7.8
LDPE	16-23
BOPP Metalizado	0.26

1.3.3. Tasa de transferencia al oxígeno (OTR)

Volumen de oxígeno que traspasa el material debido a la difusión por área de material por día. Una alta transferencia puede generar la oxidación acelerada de lípidos en alimentos con un contenido mayor al 20 % de grasas y provocar rancidez del mismo (Robertson, 2012), en el caso del proceso de la empresa, sí se cuenta con productos que se clasifican dentro de esta categoría.

En el Cuadro 1.2. se muestran las velocidades de transferencia de oxígeno para diversos polímeros utilizados para alimentos secos. En este caso, el comportamiento de los polímeros es similar al del vapor de agua. La diferencia radica principalmente en las unidades de los parámetros ya que, para el oxígeno al ser un gas, se mide la concentración se mide en unidad de volumen en vez de unidad de masa como se hace con el vapor de agua. Por otra parte, los parámetros de fichas técnicas estándar se reportan a 0 % de humedad relativa para evitar influencias del oxígeno presente en el vapor de agua.

Cuadro 1.2. Tasas de transferencia de oxígeno para diversos polímeros
((Ibrahiem y Khalifa, 2016)

Material	OTR, cc/m ² /d(23°C),0% HR
BOPP	1550-2500
PP Cast	2300-3100
HDPE	2300-3100
LDPE	7000-8500
BOPP Metalizado	42

1.4. Polímeros empleados en empaques para galletas

Existen diversos materiales poliméricos que se utilizan en la producción de galletas; la elección se basa en temas de costos, barreras requeridas, unidad de empaque, entre otros. A continuación se realiza una revisión de los mismos y sus respectivas diferencias.

1.4.1. Polipropileno

Este termoplástico es el más utilizado en empaques de productos de galletería y pastelería (Llanes, 2004). Se obtiene mediante la polimerización catalítica a condiciones controladas de temperatura y presión del monómero propileno o propeno, su estructura se puede observar en la Figura 1.2. Al ser esta molécula un alqueno, sus productos se sitúan dentro de las poliolefinas junto a los polietilenos.

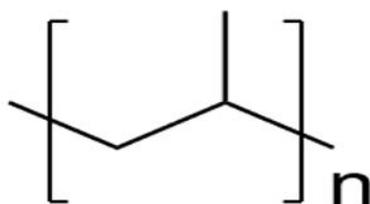


Figura 1.2. Monómero del polipropileno.

Debido a la asimetría del carbono al que está unido el grupo metil, este polímero puede tener distintas configuraciones espaciales que se traducen en propiedades mecánicas diversas; isotáctico, atáctico y sindotáctico (Berk, 2013). Lo más adecuado es que el polímero tenga un alto grado de cristalinidad, debido a esto, para la

fabricación de películas flexibles a nivel comercial se utiliza el isotáctico, en la cual el grupo funcional se sitúa siempre al mismo lado de la cadena como se muestra en la Figura 1.3 (Ward, Ian, 1997).

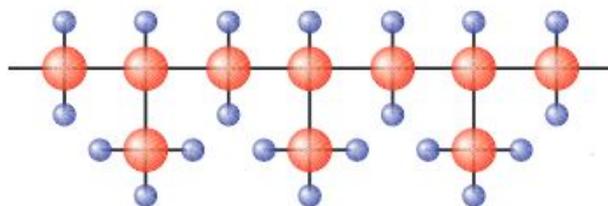


Figura 1.3. Molécula del polipropileno isotáctico (Hermida, 2011).

Dentro de esta matriz polimérica existen configuraciones con características particulares debido a la formas de orientar las fibras del polímero, aditivos o laminaciones, entre otros. A continuación se detalla cada uno de ellos.

Polipropileno Cast

Este polímero se produce mediante la extrusión de pellets con ayuda de un dado plano el cual se encarga de darle el calibre a la película. Posterior a esto, el material se enfría mediante rodillos o con un baño frío como se muestra en la Figura 1.4. Por último, se pasa a la etapa de embobinado del flexible.

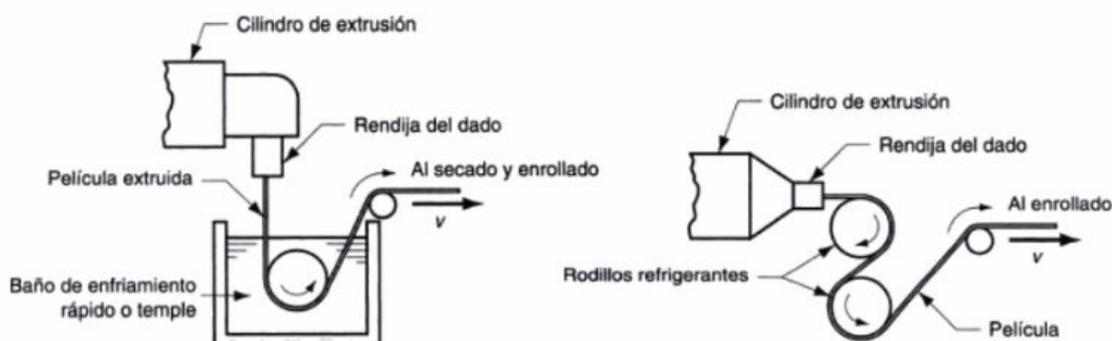


Figura 1.4. Proceso de fabricación polipropileno cast (Groover, Mikell, 2007)

Dentro de las características destacables del PP Cast se encuentran:

- Adecuado para sellado en caliente.

- Gran resistencia a la grasa por lo que se suele emplear en productos como chocolate, queque, galletas y snacks.
- Buenas propiedades ópticas, lo cual lo hace llamativo para la exposición del producto por su alto brillo.

Polipropileno Biorientado

Se produce estirando de manera bidireccional (longitudinal y transversal) la película de polipropileno; el proceso se muestra en la Figura 1.5. Para esto, se emplean rodillos con diversas tensiones los cuales permiten reducir el calibre de manera longitudinal (MD) aproximadamente 10 veces y posterior a esto, en la dirección transversal (TD) se reduce de 8 a 10 veces (Morris, 2016).

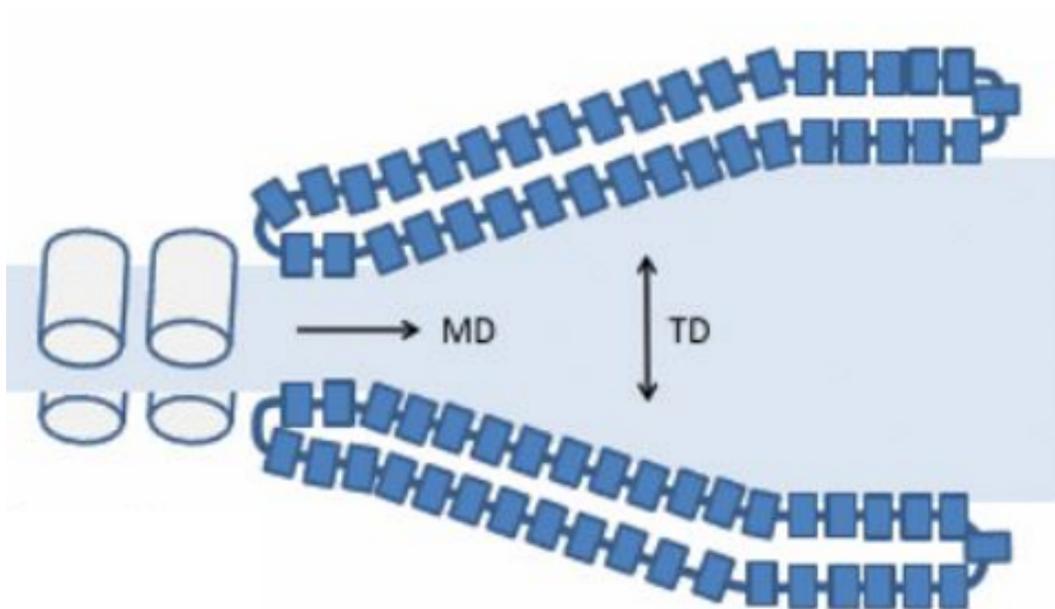


Figura 1.5. Proceso de fabricación polipropileno biorientado.

Dentro de las características destacables del BOPP se encuentran:

- Mejores propiedades mecánicas como a las perforaciones y roturas respecto al PP Cast.
- Mejores propiedades ópticas respecto al PP Cast por lo que es muy solicitado para la impresión inversa.

- La resistencia a la tracción en cada una de las dos direcciones del BOPP llega a ser aproximadamente cuatro veces más que en una película moldeada de polipropileno (PPcast) (Robertson, 2012).
- Alta barrera al vapor de agua y oxígeno como se vio en la sección 1.3.

Polipropileno Biorientado Metalizado

Se produce aplicando un ligero recubrimiento de aluminio sobre la película biorientada transparente descrita anteriormente mediante sublimación del metal. Posterior a esta etapa, la deposición del aluminio se da debido a un choque térmico, se deposita aproximadamente $1 \text{ g Al}/m^2$ de BOPP (Lllanes, 2004).

Este tipo de material suele tener un costo mayor respecto al BOPP sin embargo, mejora considerablemente sus propiedades ya que disminuye la permeación de algunos gases y permite reducir la foto-oxidación causada por los rayos UV (Romani *et al.*, 2015).

1.4.2. Polietileno

Esta poliolefina se obtiene mediante la polimerización del monómero gaseoso etileno, el cual se obtiene principalmente de procesos de refinería de petróleo. En la Figura 1.6. se muestra la estructura química del monómero (lado izquierdo) y el polímero (lado derecho) (Robertson, 2012).

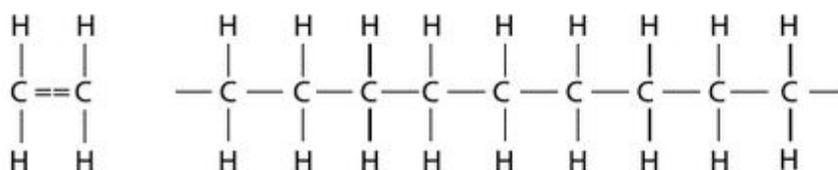


Figura 1.6. Estructura del polipropileno. (Robertson, 2012)

Dependiendo del acomodo de las fibras de la cadena se pueden obtener productos con distintas propiedades: polietileno de alta o baja densidad.

Polietileno de Alta Densidad

Esta configuración se obtiene cuando las fibras se acomodan de forma lineal. Para la aplicación de interés, esta configuración no tiene una gran relevancia debido a la dificultad que presenta para el sellado en caliente respecto a los otros polímeros, además de su opacidad (Robertson, 2012).

Polietileno de Baja Densidad

Por otra parte, si la cadena es ramificada se obtiene polietileno de baja densidad, dentro de las características destacables se encuentran:

- Adecuado para realizar el sellado en caliente al igual que los propilenos.
- Poca claridad (semitransparente).
- Menor barrera al oxígeno y al vapor de agua (~ 2.5 más baja que BOPP).
- Baja imprimibilidad debido a la textura cerosa, se deben realizar pre tratamientos para que la adhesión de la tinta al material sea adecuada (Driscoll y Shafiur Rahman, 2007).

1.5. Tipos de empacadoras

Adicional a conocer sobre los tipos de materiales usados para la aplicación en estudio, se deben entender los sistemas de empaque con los que se cuenta ya que esto puede llegar a influir en las características deseadas para el sello.

1.5.1. Horizontal

Este tipo de equipos se utiliza con frecuencia en el empaque de productos sólidos como quesos, embutidos, galletas, entre otros. En la Figura 1.7. se muestran las partes de este equipo. Inicialmente el material flexible pasa por diversos rodillos metálicos que cumplen la función de mantener la tensión adecuada de la película para ingresar a los formadores: estos elementos orientan al material para envolver el producto y formar empaques tipo almohada con un sellado triple; dos de mordaza y uno longitudinal.

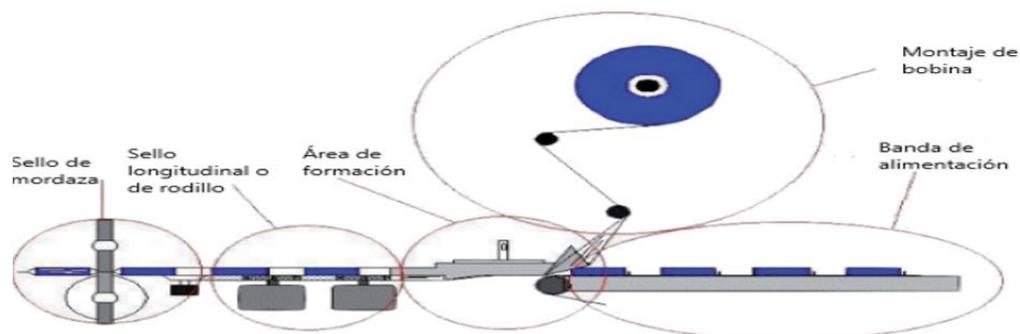


Figura 1.7. Diagrama de empacadora horizontal (Bosch, 2011)

Los sellos de tipo transversal o de mordaza se producen gracias al movimiento rotativo a velocidad constante de dos cilindros con el acople de piezas metálicas dentadas llamadas mordazas. Al converger ambas piezas se forma el sello por medio de transferencia de calor por conducción y presión entre los metales y la sección de termoplástico que se sitúa en el medio de las placas como se muestra en el diagrama de la Figura 1.8. Las ranuras o dentado de las mordazas puede variar entre patrones horizontales, verticales, entre otros. A pesar de esto, para alimentos que produzcan polvo o pierdan crujencia por exposición al ambiente - como lo son las galletas - se utilizan patrones horizontales para asegurar que al menos uno de los sellos tenga la fuerza adecuada. Asimismo, se usa este tipo de patrones en productos livianos que buscan que el producto sea accesible para el consumidor (Dudbridge, M, 2016).

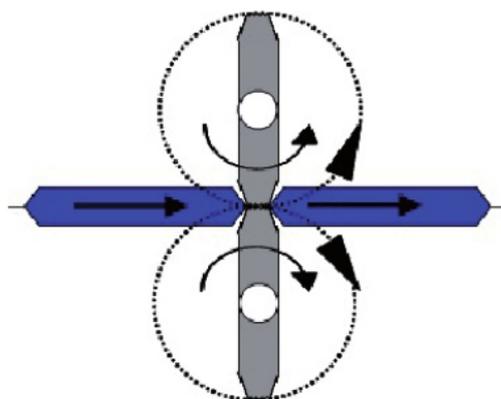


Figura 1.8. Diagrama de mordazas en empacadoras (Bosch, 2011)

Por otra parte, el sello longitudinal se genera por el deslizamiento del flexible entre dos rodillos térmicos giratorios que están ubicados en la parte inferior de la banda transportadora del producto como se observa en el diagrama de la Figura 1.9. En este caso, los rodillos son lisos, sin ranuras, por lo que el ajuste de la presión y su alineación es clave para obtener la fuerza deseada (Bosch, 2011).

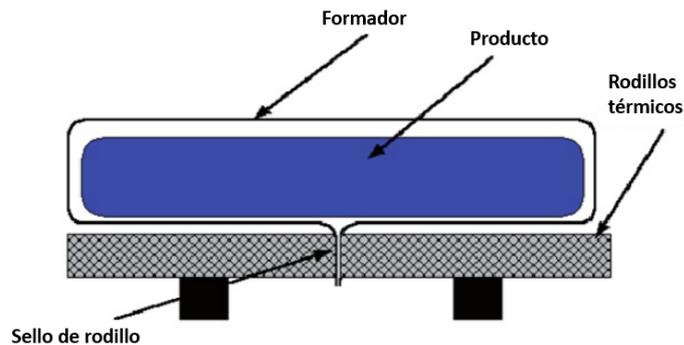


Figura 1.9. Diagrama vista lateral de rodillos en empacadoras (Bosch, 2011)

1.5.2. Vertical

Estas empacadoras se utilizan frecuentemente para formar distintos tipos de bolsas y agrupar producto de dimensiones reducidas como cereales, confites, galletas pequeñas, entre otros. En la Figura 1.10. se muestran sus partes. El principio de funcionamiento en el montaje de la bobina es similar al de la orientación mencionada previamente, esto con el objetivo de que el material tenga la tensión adecuada. El formador de empaque provoca que la película abrace el cilindro de alimentación, de esta forma, los lados de la película se traslapan para que el rodillo pueda realizar el sello longitudinal. En este caso, los sellos de mordaza sellan el empaque de manera vertical (Wiley, 2016).

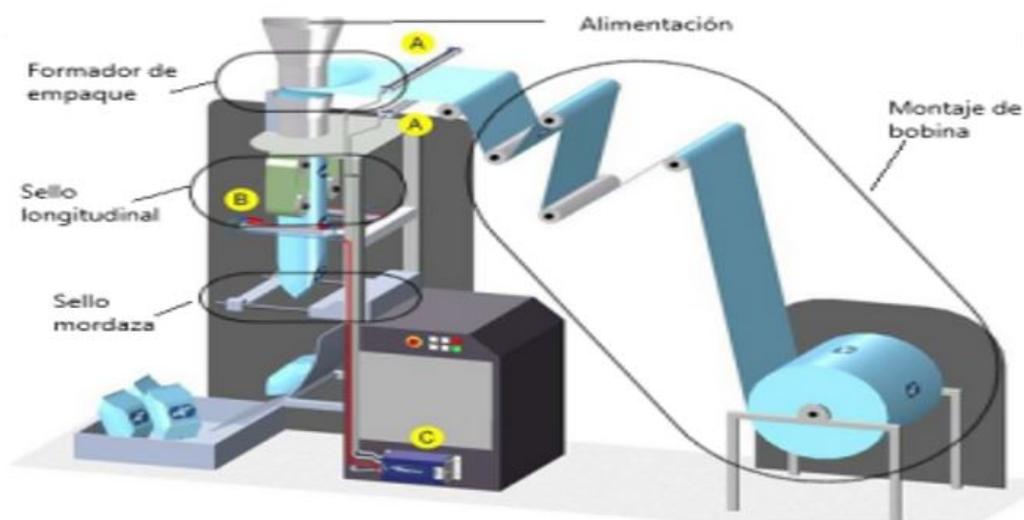


Figura 1.10. Diagrama de empacadora vertical (Wiley, 2016)

CAPÍTULO 2: DETECCIÓN DE FALLAS EN EMPAQUES

La combinación de medir la fuerza del sello y la ausencia de fugas (hermeticidad) permite tener un panorama completo sobre la integridad de sello. Estos parámetros se verifican como parte de la inocuidad de los alimentos y el control de la calidad del producto (Koelsck, 2019).

2.1. Fuerza de sello

La fuerza de sello es la fuerza requerida para separar progresivamente un material flexible de otro que puede ser rígido ó flexible, bajo condiciones específicas (ASTM International, 2013). Se busca que la fuerza de sello sea un balance para que no sea tan fuerte como para que al consumidor se le dificulte el proceso de abrirlo con las manos ni tan débil como para fallar en el proceso de distribución o transporte y exponer la integridad del producto.

En los empaques conformados por materiales con al menos una cara transparente, la fuerza de sello se puede corroborar mediante métodos visuales los cuales son no destructivos (Jayan *et al.*, 2018); en la norma ASTM - F1886 se encuentra este proceso estandarizado. Este método puede ser de gran utilidad en los casos pertinentes ya que no se requieren de equipo ni acondicionamiento previo de la muestra por lo que facilita el proceso de controles diarios pasa/no pasa de los distintos lotes de producción. A pesar de esto, esta metodología carece de utilidad en ciertas situaciones, a continuación se enlistan algunas de ellas:

- Incorporar materiales metalizados o bicapas no transparentes al proceso.
- Comparación de una estructura nueva o existente contra otra.
- Cuantificar la fuerza para realizar análisis o mejoras específicas en proceso.

Debido a la necesidad de poder realizar las actividades que se mencionaron anteriormente y de la actual presencia de materiales no transparentes en proceso, se

requiere una metodología que lo respalde.

2.1.1. Método para medir fuerza de sello

La fuerza de los sellos se puede evaluar utilizando un medidor de fuerza de tracción o un equipo integrado para medir características físicas de productos como lo es el texturómetro. El último mencionado, el cual será el empleado en el desarrollo de este proyecto, es capaz de medir: dureza, firmeza, penetrabilidad y demás propiedades del producto, entre ellas, la fuerza de sello de un empaque polimérico flexible. La versatilidad radica en la capacidad de adaptar distintos accesorios según la aplicación y el manejo de la información mediante el software Exponent a través de una computadora.

Para realizar este ensayo, se deben sujetar las aletas de una probeta (muestra rectangular de la sección del sello del empaque) a las mordazas superior e inferior como se puede observar en la Figura 2.1. La mordaza superior se desplaza a una velocidad constante establecida en la configuración con lo que se va registrando la fuerza requerida para ir separando progresivamente el sello en estudio. Esto se da hasta llegar al punto en el cual la zona del sello se haya separado completamente mientras que la mordaza inferior permanece inmóvil.



Figura 2.1. Diagrama del texturómetro con aditamentos para ensayo de fuerza de sello (Stable Micro Systems Ltd, 2016).

2.1.2. Calibración del equipo: texturómetro

Este equipo cuenta con una plataforma de calibración ubicada sobre el brazo móvil. Según el manual de funcionamiento proporcionado por el fabricante, el proceso de calibración se realiza colocando patrones de masa sobre el plato, por esta razón, la calibración se asemeja a los procedimientos realizados para balanzas. La configuración de la función de calibración y lectura se realiza mediante el software Exponent.

El departamento de metrología de la empresa cuenta con dos manuales destinados a los lineamientos y procedimientos que se realizan para mantener el control de los equipos. El primero de ellos, CAL 001 - Procedimiento General de Calibraciones, tiene como objetivo definir y establecer lineamientos generales para el control de las actividades metrológicas, asegurando la exactitud y precisión de los instrumentos de medición y equipos de prueba calibrados en la empresa. Por otra parte, el CAL 002 - Procedimientos Específicos de Calibración, establece los diferentes métodos de calibración en las diversas magnitudes, asegurando la precisión, exactitud y conformidad por medio de comparación con los Estándares de Medición. Dicho esto, para este equipo, la persona competente para realizar los procedimientos internos, el coordinador del departamento, realizó el proceso descrito en el CAL 002 en la sección "Procedimientos de Calibración de Masa", en donde se especifica que se debe realizar una prueba de exactitud y de precisión siguiendo el método de Relación de Exactitudes (TAR) el cual permite caracterizar la calidad de la medición mediante la relación de la tolerancia del equipo con la exactitud del ensayo. Es conveniente mencionar que esta relación no toma en cuenta todas las componentes que pueden influir en la incertidumbre, por esta razón, se recomienda que el departamento incorpore el cálculo de la estimación de la incertidumbre expandida de la calibración al menos en equipos de laboratorio.

Precisión

Como se mencionó anteriormente, la precisión se verifica mediante la relación de exactitudes (TAR) la cual se define como la relación entre la exactitud del instrumento bajo prueba (texturómetro) y la del patrón empleado. Según las políticas de

la empresa esta debe ser una relación mínima de tres a uno (4:1) para tener certeza que el equipo es adecuado para su uso.

Para esto, se tomaron cinco lecturas del patrón de masa de 1000 g debido a que el procedimiento sugiere que se utilice un valor que se encuentre cercano a la mitad de la capacidad máxima del equipo. En el Cuadro 2.1. se muestran los resultados obtenidos.

Cuadro 2.1. Prueba de precisión para calibración del texturómetro - patrón de 1000 g.

Masa inicial, m_i /(g)	Error, e /(g)	Pasa ó Falla	Masa ajustada, m_{aj} /(g)	Error e /(g)	Pasa ó Falla
998.8	0.2	Pasa	1000.0	0.0	Pasa
998.8	0.2	Pasa	1000.1	0.1	Pasa
998.9	0.1	Pasa	1000.0	0.0	Pasa
998.9	0.1	Pasa	1000.0	0.0	Pasa
1000.0	0.0	Pasa	1000.0	0.0	Pasa
Desviación estándar, S /(g)		0.0837	Desviación estándar, S /(g)		0.0447

Con los datos del estudio, se utilizó la Ecuación 1. para obtener una desviación de 8.4%; con esto se comprueba que el equipo es adecuado para su uso inclusive antes de ajuste ya que esta es menor al 25 % que indica el procedimiento. A pesar de esto, se realizó el ajuste en las mediciones debido a que el equipo cuenta con esta posibilidad, se obtuvo un TAR de 4.5 %.

$$TAR = \frac{S}{TA} \quad (1)$$

Donde

TAR = Relación de exactitudes, adim.

S = Desviación estándar, g.

TA = Tolerancia absoluta, g.

Exactitud

Para esta prueba, se definieron 5 valores que contemplan todo el rango de calibración y de operación del equipo. Los patrones seleccionados se pesaron de forma ascendente y luego descendente según lo que describe el procedimiento interno. En el Cuadro 2.2. se muestran los resultados de la prueba y el ajuste realizado según lo sugerido en el manual del fabricante.

Cuadro 2.2. Prueba de exactitud para calibración del texturómetro.

Masa patrón, m_p /(g)	Masa inicial, m_i /(g)	Error, e /(g)	Pasa ó Falla	Masa ajust., m_{aj} /(g)	Error, e /(g)	Pasa ó Falla
50.0	50.0	0.0	Pasa	50.0	0.0	Pasa
200.0	199.9	0.1	Pasa	200.0	0.0	Pasa
500.0	500.0	0.0	Pasa	500.0	0.0	Pasa
2000.0	1999.8	0.2	Pasa	2000.0	0.0	Pasa
3000.0	2999.6	0.4	Pasa	3000.0	0.0	Pasa

Incertidumbre de la calibración

Como se mencionó anteriormente, dentro del control metrológico que realiza la empresa a sus equipos, no se encuentra la estimación de incertidumbre. Sin embargo, para efectos de esta práctica, se realizó este procedimiento ya según Comité Conjunto para las Guías en Metrología (2012) calibración se define como: "operación que bajo condiciones especificadas establece, en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida asociadas obtenidas a partir de los patrones de medida, y las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medida a partir de una indicación" (p. 28).

Por otra parte, respecto a las fuentes de incertidumbre cabe recalcar que existen dos: A y B. La primera mencionada se obtiene mediante datos de experimentación u observación y de una distribución de densidad observada para los datos. Seguidamente, las contribuciones a la incertidumbre de tipo B se obtienen empleando una función de densidad de probabilidad asumida y se determina con información ya existente. Para el cálculo de la incertidumbre por calibración interna se contemplaron diversas fuentes de ambos tipos, las mismas se detallarán a continuación:

Resolución

Se tomó en cuenta la resolución del indicador digital; esta componente de tipo B sigue una distribución probabilística rectangular. Como se observa en la Ecuación 2, se cuantifica mediante la menor cifra significativa que puede medir el equipo (0.1 g) (Comité Conjunto para las Guías en Metrología, 2008).

$$\mu_{\text{resoluc-calib}} = \frac{Re}{\sqrt{12}} = \frac{0,1 \text{ g}}{\sqrt{12}} = 0,029 \text{ g} \quad (2)$$

Donde

Re = Resolución, g.

Repetibilidad

La segunda componente que se tomó en cuenta fue la repetibilidad de medición por cada patrón de masa empleado para el cálculo. Para esto, se utilizaron 8 pesas distribuidas en el rango de operación y calibración. Se tomaron medidas de tres sets de los patrones de forma ascendente y luego descendente para obtener un total de seis mediciones por cada uno de ellos. Debido a que los datos se obtienen mediante experimentación, se considera que esta fuente es de tipo A. El valor se obtiene mediante la media aritmética de las desviaciones estándar como se observa en la Ecuación 3. En el Cuadro B.1 se presentan los datos utilizados para el cálculo.

$$\mu_{\text{repet-calib}} = \frac{\sum_{i=1}^n S(m_i)}{\sqrt{n}} = \frac{0,553 \text{ g}}{\sqrt{6}} = 0,225 \text{ g} \quad (3)$$

Donde

n = Consecutivo, adim.

Incertidumbre de los patrones de masa

Debido a que se utilizaron diversos patrones de masa para el proceso de calibración, se tomó en cuenta la incertidumbre reportada en el certificado de calibración para cada una de ellos. El ente calibrador reporta sus mediciones en todos los casos con

un nivel de confianza del 95 % por lo que emplea un factor de cobertura $k=2$. Debido a esto, para obtener la componente estándar deseada se divide la incertidumbre reportada en certificado entre el factor de cobertura como se muestra en la Ecuación 4; en el Cuadro 2.3. se muestran las incertidumbres expandidas de los patrones utilizados.

$$\mu_{pat-calib} = \frac{\sum_{i=1}^n U_{pat}}{k} = \frac{0,0059 g}{2} = 0,003 g \quad (4)$$

Donde

U = Incertidumbre expandida, g.

Cuadro 2.3. Incertidumbre expandida de patrones de masa empleados en la calibración del texturómetro.

Masa patrón, m_p /(g)	Incertidumbre expandida, U_p /(g)
5	0.000012
50	0.000024
100	0.000042
500	0.00022
1000	0.00042
2000	0.0024
3000	0.0028

Finalmente, combinando las diversas contribuciones que se muestran en el Cuadro 2.4. y empleando la Ecuación 5 se obtiene una incertidumbre típica de calibración de 0.23 g. Este valor, se empleará posteriormente en el cálculo de la incertidumbre expandida de la medición de fuerza de sello.

$$\begin{aligned} \mu_{calib} &= \sqrt{(\mu_{resoluc-calib})^2 + (\mu_{pat-calib})^2 + (\mu_{repet-calib})^2} \\ &= \sqrt{(0,029g)^2 + (0,225g)^2 + (0,003g)^2} = 0,23 g \end{aligned} \quad (5)$$

Donde,

μ : Incertidumbre típica, g.

Cuadro 2.4. Resumen componentes de la incertidumbre para calibración - texturómetro.

Fuente	Tipo	Distrib.	Entrada (μ)	Coef. sensibilidad		Salida ($\mu \cdot ci$)	
				Valor	Unidad	Valor	Unidad
Resolución	B	Rectang.	0.029 g	1	-	0.029	g
Repetib.	A	Normal	0.225 g	1	-	0.225	g
Patrón	A	Normal	0.003 g	1	-	0.003	g
μ_{calib} (g)				0.23			

2.1.3. ASTM F88/F88M-15

El Método de Prueba Estándar para Determinar la Fuerza de Sello en Materiales Flexibles (ASTM F88), presenta los lineamientos que se deben seguir para realizar ensayo de fuerza de sello de manera adecuada. A continuación se muestran algunos de los puntos más relevantes de la norma:

- El método para cortar las probetas debe estar acorde al estándar D882 - Método de Prueba Estándar para Propiedades de Tensión de Plásticos Delgados. Las medidas aprobadas para el ancho de la muestra son: 25 mm, 15 mm y 25.4 mm. En la Figura 2.2. se pueden observar los tipos de sellos y las dimensiones propuestas por el estándar.

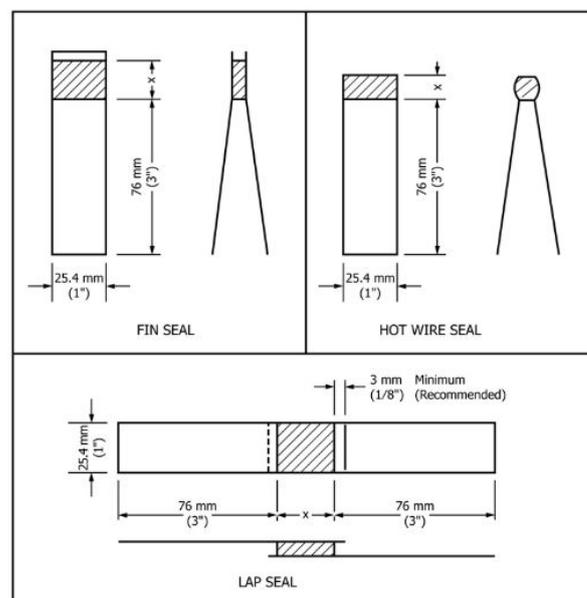


Figura 2.2. Tipos de sellos en empaques flexibles (ASTM International, 2013)

- El acondicionamiento de las muestras debe ser acorde a las especificaciones E171 - Práctica Estándar para Acondicionamiento y prueba de Empaques Barrera Flexibles.
- El ambiente de ensayo debe estar acorde a las condiciones que se muestran en el Cuadro 2.5.

Cuadro 2.5. Condiciones atmosféricas requeridas para acondicionamiento de muestras para prueba de fuerza de sello ((ASTM, 2014)

Temperatura, $T/$ (°C)	Humedad relativa, $HR/$ (%)
23 ± 2	50 ± 5

- En caso de no tener información sobre el tiempo de estabilización del sello, se debe usar al menos 40 h.
- La forma de colocar la muestra en el equipo debe ser siempre la misma ya que si se varía, se puede crear una confusión con una componente de flexión, en vez de la fuerza de sello. En la Figura 2.3. Se muestran las técnicas posibles propuestas por la Sociedad Americana para Pruebas y Materiales.

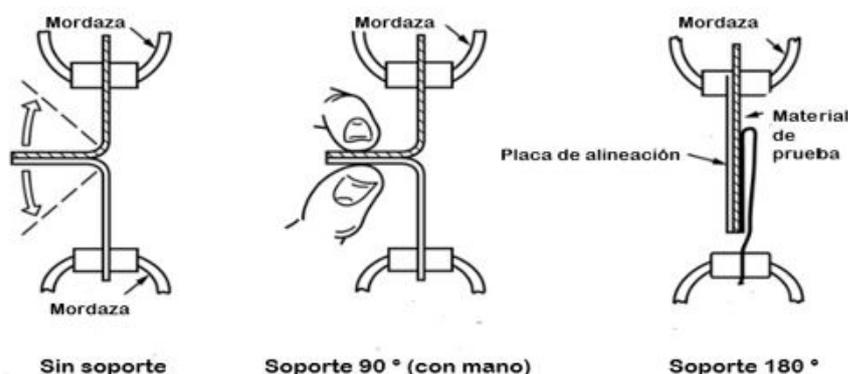


Figura 2.3. Técnicas adecuadas para la prueba de fuerza de sello (ASTM International, 2013)

- El equipo debe contar con un dispositivo para medir la velocidad de separación de las mordazas la cual debe estar entre 200 mm/min y 300 mm/min.

Asimismo, la norma enlista los requisitos que debe contener el reporte de los datos, a continuación se resumen los relevantes para el desarrollo de esta metodología:

1. Material de la muestra.
2. Identificación del equipo y método usado.
3. Condiciones atmosféricas; temperatura y humedad relativa.
4. Velocidad de separación de las mordazas.
5. Separación inicial de las mordazas.
6. Ancho del sello de la muestra.
7. Dirección del sello del material respecto al equipo u operador.
8. Fuerza de sello obtenida.
9. Técnica de sujeción según lo mostrado en la Figura 2.3.

2.2. Hermeticidad

Según la Sociedad Estadounidense para Pruebas y Materiales (2013), se define fuga como cualquier abertura que permita el ingreso o escape de sustancias de forma indeseada; se dice que cuando hay presencia de fugas, el empaque carece de hermeticidad. En el caso específico de los empaques poliméricos flexibles, las fugas se pueden atribuir a fallas en el proceso de termosellado los cuales, en muchos casos, a pesar de tener una fuerza correcta, presentan arrugas o contaminación de galleta en la zona, lo que produce un sello incompleto.

2.2.1. Método de detección de fugas por emisión de burbujas

Este método es el más económico, rápido y simple de realizar entre los diversos procesos de detección de fugas, asimismo, es aplicable al control de alimentos secos como lo son las galletas. En productos que no contienen líquido en su interior, este método consiste en colocar el empaque en una cámara de vacío sumergido en un fluido. Se aplica una reducción de presión en la parte externa de la muestra, de

esta forma el aire que se encuentra en el interior se expande y genera presión sobre la superficie. De esta manera, en los puntos de falla el gas logrará salir por lo que se observan burbujas en el fluido de inmersión (Dudbridge, M, 2016). Por último cabe destacar que este método es el empleado en el desarrollo de esta práctica ya que es el equipo que cumple mejor las necesidades de la empresa, además, la compañía ya había adquirido el equipo para iniciar el proceso de uso previo a esta práctica.

Existen ciertos factores que influyen en la respuesta de esta prueba dentro de los cuales se pueden destacar: tamaño del orificio (fuga), la viscosidad del fluido de inmersión y el nivel de vacío aplicado. Respecto al último punto mencionado, cabe destacar que si no se selecciona una presión adecuada esta prueba puede dar falsos negativos porque imposibilita que el gas que se encuentra al interior del empaque venza la tensión superficial del líquido lo cual genera que el aire no salga por la fuga. Por otro lado, los falsos positivos pueden darse por aplicar un vacío muy elevado lo cual abriría el sello debido a la presión ejercida por el gas en los sellos, lo cual estaría provocando la fuga en el ensayo plenamente (Illinois Institute of Technology, sf). En la sección 2.2.3 se discute a mayor profundidad algunos de estos factores.

Además de este método existen otros métodos para la detección de fugas en empaques flexibles, a continuación se mencionan algunos de los más empleados:

- Tintes fluorescentes: Mediante este tipo de fluidos y lámparas ultravioleta, se detectan fugas pequeñas de manera visual, al igual que el propuesto para este proyecto (emisión de burbujas) (Bergoglio y Mari, 2012).
- Caída de presión: Se presuriza el interior del empaque mediante una aguja; este mismo dispositivo detecta la caída de presión mediante un manómetro en un lapso de diez segundos. En el caso de que el empaque tenga fugas, la caída de presión existirá. Por lo contrario, si el empaque es hermético, no se dará (Dudbridge, M, 2016).
- Inyección de helio: Mediante un dispositivo se inyecta el fluido en el empaque para colocarlo en una cámara a condiciones controladas la cual cuenta con

un sensor de concentración del compuesto en el medio (Schlick-hasper *et al.*, 2016). La diferencia de concentración de helio en la cámara se correlaciona con las fugas que permitieron que el fluido saliera del empaque.

- Métodos computacionales de visión: Existen diversos métodos que utilizan láser o métodos ultrasónicos que detectan fugas de manera muy rigurosa, sin embargo, tienen la particularidad de ser muy costosos (Schlick-hasper *et al.*, 2016).

2.2.2. Calibración del equipo: cámara para detección de fugas

La cámara para detección de fugas funciona mediante una bomba de vacío, la cual se programa por medio de la pantalla táctil que posee el equipo. En este caso, a diferencia del equipo para medir fuerza de sello, la compañía no cuenta con los instrumentos para realizar este tipo de calibraciones. Debido a esto, se recurrió a un laboratorio de calibración el cual implementó su procedimiento para instrumentos de medición de presión con ayuda de un equipo calibrador de procesos Fluke 725 para realizar pruebas de precisión, repetibilidad y estimación de incertidumbre expandida. Para realizar el proceso, se conectó el equipo calibrador entre la bomba de vacío y el reservorio del equipo mediante un adaptador como se observa en la Figura 2.4.

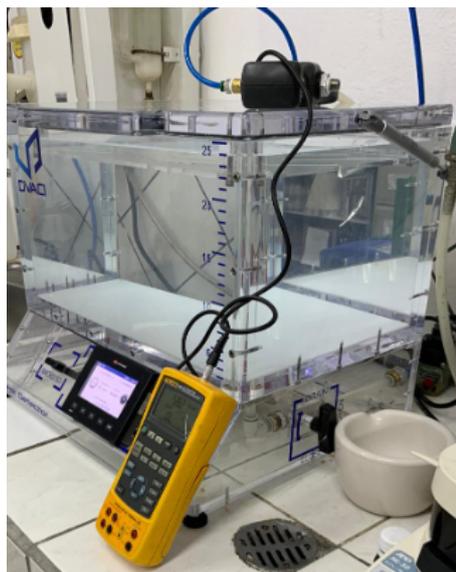


Figura 2.4. Calibración de la cámara de detección de fugas

El certificado de calibración proporcionado por la empresa indica que la lectura de presión tiene una incertidumbre expandida de 1.7 mbar con un factor de cobertura de 2 en el rango de 0 mbar a -500 mbar.

2.2.3. ASTM D3078-02

El Método de Prueba Estándar para Detección de Fugas en Empaques Flexibles Mediante Técnicas por Emisión de Burbujas presenta los lineamientos que se deben seguir para detectar fugas en empaques flexibles. A continuación se exponen ciertos puntos relevantes que se destacan en la norma:

- El nivel de vacío debe ser elegido según la aplicación.
- Este método visual no cuantitativo, permite localizar fugas gruesas. Si se desea mejorar la sensibilidad se puede obtener aplicando una presión positiva luego de finalizar el ensayo de vacío.
- La muestra debe quedar inmersa al menos 25 mm en el fluido.
- La temperatura de la muestra debe estar en equilibrio con el fluido y la temperatura del entorno.
- Se puede ensayar simultáneamente más de una muestra siempre y cuando se pueda detectar fallas en todos los empaques.
- El ensayo debe reducir su presión a una tasa de 1 inHg/s aproximadamente hasta llegar al valor deseado. En este punto, se debe mantener 30 s.
- La selección del fluido de inmersión debe estar acorde a la práctica E515 - Método de Prueba Estándar para Detección de Fugas Mediante Técnicas por Emisión de Burbujas. Dentro de ellas se pueden destacar: tener baja tensión superficial (deseable) ya que un valor alto dificulta el proceso de salida de las burbujas más pequeñas. Asimismo, el fluido no debe degradar el material del empaque y debe tener una baja tasa de evaporación a temperatura ambiente. Debido a esto, algunos de los fluidos más utilizados son: agua (se puede agregar

1/3 en volumen de algún agente humectante para reducir tensión y promover el crecimiento de burbujas), aceite mineral y etilenglicol (ASTM, 2018).

Asimismo, la normal enlista los requisitos que debe tener el reporte de los datos, a continuación se resumen:

1. Identificación de la muestra.
2. Modificaciones realizadas al procedimiento.
3. Fluido de inmersión y máximo nivel de vacío empleado.
4. Tiempo que se aplicó vacío máximo.
5. Identificación de falla de la muestra, si es posible, localización de la fuga.
6. Número de muestras probadas y número de fallos.
7. Si se usa la prueba para cumplir requerimiento, indicar si cumple o no e identificar el requerimiento.
8. Si se utiliza para evaluar o comparar productos, materiales, métodos, u otro parámetro, indicarlo explícitamente.

CAPÍTULO 3: DEFINICIÓN DEL PARÁMETRO DE PRESIÓN PARA ENSAYO DE DETECCIÓN DE FUGAS POR EMISIÓN DE BURBUJAS

Como se mencionó anteriormente, la norma ASTM D3078-02 no especifica la presión a la que se debe realizar el ensayo ya que esto varía según las características del producto, materiales de empaque y sensibilidad deseada. En este capítulo se expone el proceso utilizado para definir el parámetro adecuado de vacío para ensayar los empaques poliméricos flexibles de la empresa.

3.1. Determinación del estado de los empaques

Debido a que actualmente el proceso no se encuentra en control respecto a fugas, se debe conocer inicialmente la hermeticidad de cada uno de ellos ya que sería inadecuado asumir que la totalidad de unidades se encuentran herméticas. Para esto, se construyó y realizó el proceso descrito a continuación:

1. Se tomaron e identificaron empaques de galleta de la línea de producción para pesarlos en una balanza analítica con el fin de conocer su estado inicial (m_i). En esta masa se contemplan los siguientes elementos:
 - Masa del empaque
 - Masa del producto seco (galleta)
 - Humedad inicial del producto
2. Posterior a esto, se inició un estudio de vida útil acelerado a condiciones controladas 40 °C y 70 % de humedad por un período de 37 días debido a que es el tiempo determinado por la empresa para el estudio del producto utilizado.
3. Una vez finalizado el análisis, se pesaron las muestras nuevamente para conocer el estado final en el cual se contempla:
 - Masa del empaque

- Masa del producto seco (galleta)
- Humedad inicial del producto
- Humedad adquirida por el producto debido a permeabilidad del material
- Humedad adquirida debido a fugas en las zonas de sellado

Con los datos ya conocidos, se empleó la ecuación 6 para determinar una humedad final aproximada de cada uno de los empaques.

$$H_f = \frac{\Delta m + m_i \cdot H_i}{m_f} \quad (6)$$

Donde

m = Masa de la muestra, g .

H = Humedad de la muestra, %.

Por último, se realizó una comparación de la humedad final con el parámetro de humedad crítica establecido por el negocio para los productos al final de su vida útil para clasificar cada una de ellas como hermética o no hermética, ver Cuadro 3.1.

Cuadro 3.1. Criterio de decisión para clasificar muestras con y sin fugas.

Comparativa	Decisión
$H_f \leq H_{crítica}$	Muestra sin fugas representativas para el proceso (Hermética)
$H_f > H_{crítica}$	Muestra con fugas representativas para el proceso (No hermética)

3.2. Ensayos preliminares

Con la clasificación de las muestras que se mencionó en la sección anterior, se ensayaron 12 empaques clasificados como herméticos y 12 no herméticos por cada presión establecida. Las pruebas iniciaron en 50 mbar de vacío ya que se realizaron pruebas previas con muestras sin pasar por cámara y se detectó que antes de este nivel la totalidad de muestras pasa el ensayo lo cual indica que a esta presión no es

posible detectar las fugas aún. Con esto, se realizaron aumentos progresivos de 10 mbar para determinar una correlación entre la presión y el resultado obtenido en la prueba, los resultados se pueden observar en la Figura 3.1. Ambos conjuntos de datos se ajustaron a ecuaciones de tipo lineal ya que es el comportamiento teórico esperado en la ganancia de humedad de galletas a condiciones constantes.

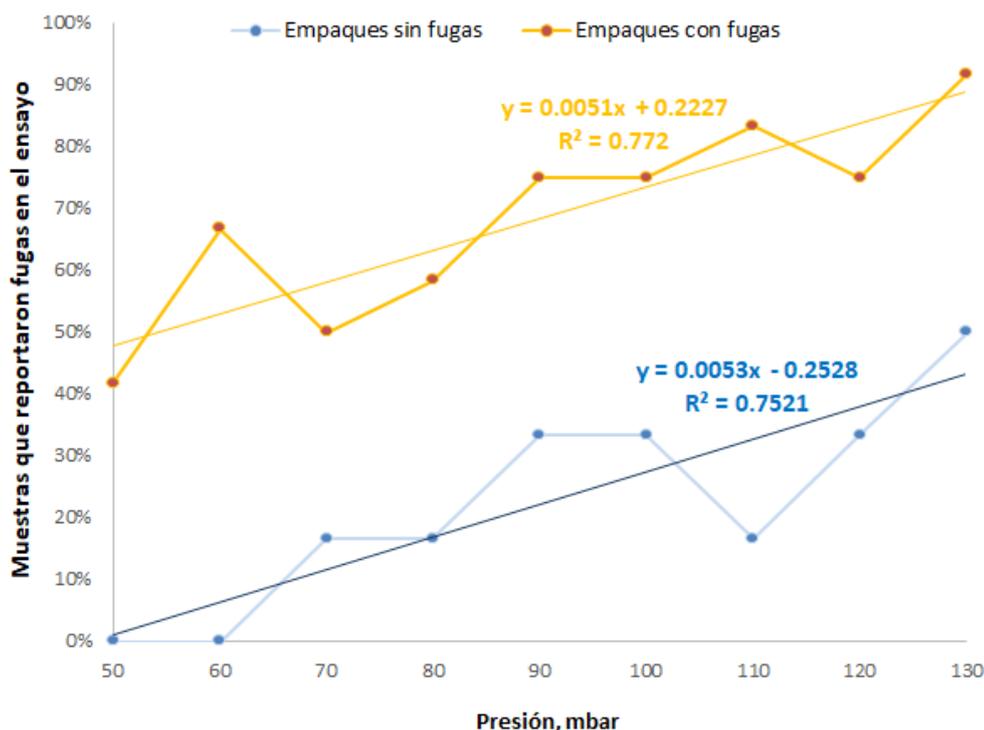


Figura 3.1. Comportamiento muestras en cámara de hermeticidad a diversas presiones.

En la tendencia superior de color anaranjado se muestra el comportamiento de los empaques que de antemano se sabía que presentaban fugas y dieron el mismo resultado -fugas- en el ensayo de emisión de burbujas. La pendiente del ajuste es positiva, esto muestra que la relación del aumento de presión es proporcional al porcentaje de muestras positivas detectadas; en el caso ideal, se debería poder detectar el 100 % de los empaques no herméticos, sin embargo, se sabe que esto estaría correlacionado con un alto porcentaje de falsos positivos. Por otra parte, el Coeficiente de Pearson es de 0.772, este valor está lejos del ajuste ideal $r^2 = 1$, sin embargo, se debe tomar en cuenta que no es ensayo cuantitativo y que los resultados están sujetos a factores no controlables como la posición de la fuga, contaminación con polvo de galleta,

grasa o cobertura en la zona interna del empaque donde se ubica la fuga, entre otros.

Asimismo, la tendencia azul responde a los empaques sin fugas que arrojaron resultados indeseados (burbujeo). En el comportamiento de los datos se puede observar que al aumentar la presión aumenta el porcentaje de falsos positivos. Anteriormente se mencionó que esto se debe a que el gas que se encuentra en el interior del empaque logra ejercer una alta presión en puntos débiles del sellado por lo que se crea el orificio en el momento del ensayo. Por otra parte, respecto al r^2 , se obtuvo un valor de 0.752, al igual que la tendencia anaranjada, el valor se encuentra lejos del ideal. Este caso es atribuible a empaques con sellos débiles los cuales tienen la particularidad de no exponer el producto si no hay manipulación, sin embargo, ceden con gran facilidad al exponerse a una presión baja. A pesar de esto se concluye que por el uso que se le brindará a esta herramienta en la empresa, sumado al tipo de ensayo, cualitativo, este valor de coeficiente de Pearson es aceptable.

Dicho esto, la decisión de detener los ensayos en 130 mbar se debe a que en este punto se detectó que aproximadamente el 50 % de los empaques clasificados como sin fugas con el estudio de vida útil, presentaron fugas en el ensayo de hermeticidad. Con esto se concluye que la presión aplicada a los empaques excede el parámetro buscado lo cual provoca que los sellos de las muestras cedan durante en el ensayo y no representan la realidad del producto.

Por otra parte, cabe destacar que la elección del número de muestra se dio debido al costo de realizar los ensayos, disponibilidad de producto, limitantes de espacio en la cámara de vida útil y tiempo de acondicionamiento de muestras. Cabe recalcar que al desconocer el estado final de la muestras previo al estudio de vida útil, se debe introducir una cantidad de muestras superior a las requeridas en la cámara de acondicionamiento. Si se desea conocer el detalle de las muestras ensayadas y cantidad ver Cuadro A.9.

3.2.1. Pruebas para validez del ensayo

Una vez esto, se realizó un primer acercamiento con las partes involucradas en la empresa (Aseguramiento de la Calidad y Departamento Técnico de Procesos y Materiales) para iniciar a cuantificar el riesgo que es viable asumir y la precisión deseada para el ensayo. Se descartó continuar el análisis con presiones mayores a 70 mbar ya que con el estudio realizado, se observó que a presiones superiores el porcentaje de falsos positivos excede lo deseado por la compañía.

Con esto, se centraron los esfuerzos en cinco presiones distintas: (50, 55, 60, 65 y 70) mbar. Debido a la cantidad de muestras totales con las que se cuenta y el nivel de confianza deseado, se optó por aumentar el número de muestra de las presiones en cuestión a 40 empaques para utilizar los criterios de validez de pruebas diagnósticas: sensibilidad y especificidad, con el fin de contar con un criterio robusto para la elección del parámetro.

Sensibilidad

Representa la proporción de muestras con fugas que dieron este mismo resultado en la prueba de hermeticidad y está dada por la siguiente expresión matemática:

$$SE = \frac{A'}{A' + C'} \pm 1,96 \sqrt{\frac{SE(1 - SE)}{N}} \quad (7)$$

Donde,

A' : Verdaderos positivos, *adim.*

C' : Falsos negativos, *adim.*

N : Tamaño de muestra, *adim.*

Especificidad

Representa la proporción de muestras sin fugas en la cual la prueba de hermeticidad brindó el mismo resultado, se expresa mediante la siguiente ecuación:

$$E = \frac{D'}{B' + D'} \pm 1,96 \sqrt{\frac{E(1 - E)}{N}} \quad (8)$$

Donde,

D' : Verdaderos negativos, *adim.*

B' : Falsos positivos, *adim.*

A continuación se muestran los resultados obtenidos para las presiones en estudio (Cuadro 3.2).

Cuadro 3.2. Resultados de parámetros para validez de prueba a distintas presiones.

Presión, $P/$ (mbar)	Sensibilidad, $SE/$ (%)	Especificidad, $E/$ (%)
50	38 % \pm 17 %	97 % \pm 6 %
55	60 % \pm 17 %	94 % \pm 9 %
60	69 % \pm 16 %	88 % \pm 11 %
65	66 % \pm 16 %	88 % \pm 11 %
70	59 % \pm 17 %	63 % \pm 17 %

Adicionalmente, en el Cuadro 3.3 se muestra el criterio para clasificar cada uno de los parámetros, sensibilidad y especificidad, y así poder definir el valor más adecuado para la presión del ensayo.

Cuadro 3.3. Criterio para clasificación para parámetros de tabla 2x2.

Parámetro	Criterio
Excelente	\geq 95 %
Bueno	94 % - 80 %
Regular	79 % - 50 %
Deficiente	<50 %

3.3. Definición de parámetro

Por las implicaciones económicas y productivas que tendrá la respuesta del ensayo, se busca que el mismo tenga una especificidad alta (baja proporción de falsos positivos) y una sensibilidad al menos regular. Según lo obtenido, utilizar 50 mbar implica tener una sensibilidad deficiente según el criterio del Cuadro 3.3. por lo que se descarta su uso. Seguidamente, la presión de 55 mbar provee una sensibilidad regular y una especificidad excelente tal cual se desea para la prueba propuesta. A pesar de esto, la tolerancia de la sensibilidad con un nivel de confianza del 95 % es

muy amplia, 17 %, lo cual genera un riesgo de caer en un ensayo deficiente. Por esta razón, posterior a los estudios previamente mencionados, se procedió a una segunda fase del experimento la cual se enfocó únicamente en la presión más adecuada, 55 mbar. Para este parámetro, se realizaron ensayos hasta duplicar el número de muestras procesadas respecto a las demás presiones (en total 120 muestras). Esto se ejecutó con el objetivo de mejorar la precisión en los intervalos de confianza, los resultados se muestran en el Cuadro 3.4. En este punto cabe destacar que este proceso se llevó a cabo de esta forma ya que no era posible contar con un número de muestra amplio para todos los parámetros de prueba por el proceso de acondicionamiento y clasificación que lleva cada uno de ellos.

Cuadro 3.4. Sensibilidad y especificidad a 55 mbar.

Presión, P / (mbar)	Sensibilidad, SE / (%)	Especificidad, E / (%)
55	67 % \pm 12 %	95 % \pm 6 %

Con esto, se seleccionó el parámetro de 55 mbar como el más adecuado ya que aumentar la presión disminuye la especificidad del ensayo; este error implica rechazar una cantidad importante de producto que realmente sí es capaz de ir al mercado lo cual no va acorde con la rentabilidad y productividad que se desea en la empresa. El porcentaje de muestras malas que no se logran detectar en el ensayo, se reducirá mediante el uso en paralelo de los ensayos de inspección con criterio experto y fuerza de sello como complementos para obtener una integridad de sello adecuada.

Por último, cabe destacar que el parámetro fue previamente aprobado y evaluado por las partes interesadas, gerencia de Calidad y la Jefatura técnica de Procesos y Materiales.

CAPÍTULO 4: VERIFICACIÓN DEL MÉTODO

La verificación ó validación de métodos se realiza con el fin de tener evidencia suficiente de que estos son aptos para su uso. Debido a que ambos métodos son normalizados por ASTM, en este proyecto, se realizó la verificación de ambos.

4.1. Clasificación de métodos

Previo a iniciar el proceso de verificación de cada método, se debe clasificar el tipo de cada uno para aplicar de forma adecuada los requerimientos y pruebas necesarias.

4.1.1. Normalizado

Método elaborado por un organismo reconocido de normalización, dentro de ellos se destacan la Organización Internacional de Normalización (ISO), Sociedad Americana para Pruebas y Materiales (ASTM), entre otros. Un ensayo o prueba es normalizado cuando el procedimiento se aplica tal cual especifica la norma, sin ninguna modificación (Organismo Argentino de Acreditación, 2008).

4.1.2. Normalizado Modificado

Se considera que un ensayo entra dentro de esta categoría cuando se utiliza un estándar normalizado pero se realiza al menos un cambio. Cabe destacar que en muchos casos, el laboratorio ó empresa se ve obligado a hacer variaciones por aspectos económicos, de tiempo o carencia de algún dispositivo o equipo. En estos casos, se requiere asegurar mediante pruebas específicas que las variantes realizadas no tienen un impacto significativo en la calidad de los resultados (OHA, 2014).

4.1.3. No Normalizado (Método Interno)

Métodos tomados de artículos científicos, fabricantes o desarrollados plenamente por el laboratorio ó empresa. Este tipo de métodos requieren la evaluación de la mayor cantidad de parámetros estadísticos posibles para tener certeza de la robustez del método (Organismo Argentino de Acreditación, 2008).

4.2. Fuerza de Sello

Como se ha mencionado anteriormente, este ensayo se realiza siguiendo el estándar de la Sociedad Estadounidense para Pruebas y Materiales, F88/F88M-15 - Método de Prueba Estándar para Determinar la Fuerza de Sello en Materiales Flexibles por lo que se considera que el ensayo es normalizado. A pesar de esto, se realizó una modificación al método ya que el dispositivo utilizado para cortar los empaques difiere de los que se muestran en el estándar D6287 - Práctica Estándar para Cortar películas y láminas de prueba (los presentados en el procedimiento se muestran en la Figura 4.1. y 4.2.). El cambio se hizo ya que no fue posible conseguir estos instrumentos armados en el país; por otra parte, no fue posible construirlo en el taller de la compañía ya que se detectaron limitantes de materiales y equipos de precisión que permitieran ensamblarlo de forma correcta y funcional.

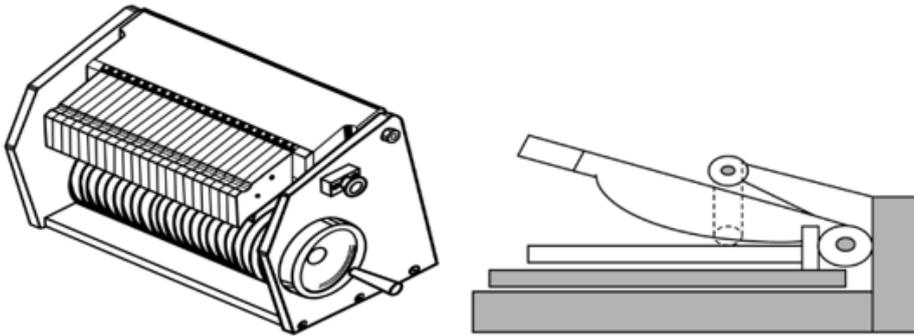


Figura 4.1. Cortador de tambor rotatorio manual (izquierda) - Guillotina de doble hoja (derecha) (ASTM, 2005).



Figura 4.2. Cortador de doble cuchilla (Grip-Engineering, 2021).

Dicho esto, mediante un análisis y pruebas realizadas en conjunto con el encargado del departamento de mantenimiento, se construyó el instrumento que se muestra en la Figura 4.3. Posteriormente se realizaron las pruebas requeridas para evaluar el uso de este método y plantear oportunidades de mejora en caso de que se requiera ya que según ASTM, este tipo de herramientas no se recomienda en pruebas de tensión para plásticos delgados ya que pueden afectar el paralelismo de la probeta. Asimismo, de antemano se sabe que el ancho de la probeta de material es una variable crítica para obtener un valor correcto de fuerza de sello, debido a esto, se corre el riesgo de tener empaques ligeramente más anchos o delgados en el ensayo. Para minimizar este riesgo, se colocó el mango del troquel en el medio con una agarradera amplia de manera que el experimentador pueda presionar la placa con fuerza y evitar cualquier tipo de deslizamiento.



Figura 4.3. Troquel para corte de empaques elaborado en la empresa.

4.2.1. Veracidad

Cercanía entre el promedio de una serie representativa de pruebas con un valor patrón. Esto puede realizarse de tres maneras (OHA, 2014):

- Contar con un material de referencia certificado.
- Participar en una comparación interlaboratorio del ensayo en estudio.
- Contar con un laboratorio que tenga el ensayo debidamente acreditado ante ECA (en el caso de laboratorios ubicados en Costa Rica).

En el contexto actual de la empresa, no es viable evaluar la veracidad de este ensayo debido a que no se cuenta con un material polimérico de referencia. Asimismo, en el país no hay laboratorios que tengan la norma ASTM F88 acreditada ante el Ente Costarricense de Acreditación.

En caso de que se deseara cumplir con este punto, la forma más adecuada sería iniciar con la acreditación en la norma ISO-17025 como laboratorio de ensayo, con esto, se puede procurar ingresar al Programa de Interlaboratorios (ILS) de ASTM con el fin de participar en estudios planteados por ellos. En caso de no contar con la acreditación, el programa cuenta con una serie de requisitos por validar para asegurar que el establecimiento que cuenta con las instalaciones, operadores y equipos adecuados para participar en el estudio. En adición a lo mencionado, la Sociedad Estadounidense para Pruebas y Materiales cuenta con un programa de pruebas de aptitud en el que se busca ayudar a los establecimientos a mejorar la calidad estadística de sus ensayos. Ingresar a estos programas le daría al laboratorio herramientas y contactos adecuados para ser parte de estudios colaborativos planteados por la sociedad. A pesar de esto, se tiene claro que en este momento la empresa no tiene dentro de sus planes a corto ni mediano plazo realizar el proceso de acreditación en esta norma ya que debido al manejo del laboratorio no se tiene capacidad de personal para manejar la documentación, ensayos y procesos requeridos para cumplirlo. Por otra parte, al realizar ensayos de forma interna únicamente, la inversión económica y de tiempo no es viable.

4.2.2. Precisión

Variación en la respuesta de un ensayo al medir diversas veces la misma muestra independientemente de si su resultado es correcto o no. Se compone principalmente

de repetibilidad y reproducibilidad (Äüöú, 2003).

- **Repetibilidad:** Cercanía entre las mediciones repetidas de una misma muestra o muestras que se elaboren bajo las mismas condiciones. Se especifica y cuantifica utilizando la desviación estándar (OHA, 2014).

Para el estudio, se utilizó un número de muestra de 10 empaques. El criterio para la elección de este valor se debe primero que todo a que la norma especifica que la diferencia entre usar 10 y 30 muestras no tiene un impacto representativo en los resultados; la variación en el interlaboratorio presentado en la ASTM indica que es de 2% en repetibilidad. Por esta razón, se consideró que triplicar la inversión de tiempo y gasto de producto (al ser un ensayo destructivo) no son justificables.

Por otra parte, debido a la naturaleza de la prueba, no es posible desarrollar el estudio sobre el mismo empaque, por esto, se elaboraron muestras en condiciones controladas y homogéneas en una empacadora para poder suponer que su comportamiento se asemeja al de una misma muestra. Cabe recalcar que para esto, previo a la toma de las muestras, el mecánico de la línea verificó el correcto estado de las mordazas y su debida alineación. Luego, se redujo la velocidad del equipo para asegurar mayor consistencia y homogeneidad en los sellos; de esta forma se tomaron las 10 muestras en un lapso de 15 segundos aproximadamente. Una vez recogidos los empaques, se acondicionaron durante más de 40 horas según se describe en la ASTM F88. En el Cuadro 4.1 se muestran los parámetros máximos permitidos por la norma y los resultados obtenidos del ensayo.

Cuadro 4.1. Prueba de repetibilidad para verificación del método de fuerza de sello.

Desviación estándar máxima aceptable, $S/$ (N/mm)	Desviación estándar obtenida, $S/$ (N/mm)
0.0104	0.0094

Como se puede observar, el resultado se encuentran por debajo del límite máximo sugerido en un 11%. Mediante este estudio, es posible concluir que, la repetibilidad del estudio es adecuada, con un nivel de confianza del 95%.

- **Precisión intermedia:** Precisión obtenida bajo distintas condiciones de operación sobre una misma muestra (Organismo Argentino de Acreditación, 2008).

La empresa cuenta únicamente con un equipo para este tipo de mediciones por lo que el estudio de precisión intermedia se construyó con la ayuda de tres experimentadores cuyo nivel de expertiz en el desarrollo del ensayo es distinto. Debido al tiempo requerido para realizar las pruebas y la obligaciones con las que debe cumplir cada colaborador involucrado, se planteó el experimento de manera de que se minimizara la cantidad de muestras considerando los niveles mínimos aceptables para que el experimento tenga su debida validez. Por esto, se realizó un DCA balanceado con dos repeticiones y 10 muestras las cuales fueron tomadas en una misma empacadora de la compañía. Cabe mencionar que debido a la naturaleza de la prueba, destructiva, no fue posible repetir la medición del mismo empaque, sin embargo, se redujo la velocidad de la empacadora a 1/8 de lo que trabaja normalmente para asegurar que los sellos de empaques consecutivos sean lo más homogéneos posible. Es importante mencionar que esto puede inducir un efecto en la repetibilidad y/o reproducibilidad por lo que, esta causa debe ser considerada en caso de que alguna de estas sea muy grande.

Por otra parte, respecto a la aleatorización de los empaques para la prueba de tensión, se sabe que la forma idónea para realizarlos es aleatorizando completamente la combinación operador-pieza-repetición. Sin embargo, esto no fue posible por las limitantes de disponibilidad de los facilitadores. Por esta razón, los ensayos se hicieron aleatorizando pieza-repetición operador por operador siendo el orden A, B, C. En esta misma línea, se sabe que tomar las mediciones de esta forma puede inducir efectos temporales en la reproducibilidad por lo que se monitoreó y controló la temperatura y condiciones del laboratorio para intentar disminuir este fenómeno (Aïüóú, 2003).

Debido a que el objetivo del experimento es comparar los distintos operadores (A, B y C), se plantea la siguiente hipótesis nula y alternativa para el estudio:

$$H_0 : \mu_A = \mu_B = \mu_C$$

$$H_a : \mu_i \neq \mu_j \text{ para algún } i \neq j$$

Para realizar el análisis de los datos experimentales, se hizo un análisis de varianza mediante el software Minitab con un nivel de significancia de 0.05. La elección del α se basó en la criticidad de cometer error tipo I en el estudio, probabilidad de rechazar H_0 cuando es verdadera, por lo que se consideró que trabajar bajo este riesgo es suficiente para el tipo de ensayo que se realiza.

En el Cuadro 4.2. se presentan los resultados obtenidos. Primeramente se puede observar que se obtuvo un valor P mayor al α establecido por lo que se acepta la hipótesis nula; esto significa que no hay suficiente evidencia estadística para concluir que los operadores son distintos entre sí. Este resultado era el esperado en el estudio ya que la influencia o variables manipulables por parte del operador son limitadas al seguir el procedimiento que se comentará posteriormente en este proyecto. Por otra parte, mediante la suma de cuadrados se puede observar que la variación entre los tratamientos (operadores) es mucho menor que la variación que se presenta dentro de cada tratamiento; este es el resultado esperable ya que dentro de cada tratamiento existen piezas de distintos momentos de la producción. Asimismo, al ser la hipótesis nula verdadera, los cuadrados medios son una estimación de la varianza por lo que la desviación estándar entre tratamientos es de 0.009 N/mm, valor menor a lo planteado por la norma 0.018 N/mm lo cual indica que la reproducibilidad del ensayo es adecuada.

Cuadro 4.2. Análisis de Varianza para verificación de precisión intermedia del ensayo de fuerza de sello

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor P
Operador	2	0.000197	0.000099	0.08	0.923
Error	57	0.070492	0.001237		
Total	59	0.070689			

Para asegurar la validez de los resultados obtenidos, se verificaron los supuestos del modelo, en el Cuadro 4.4 se muestran los gráficos extraídos de Minitab.

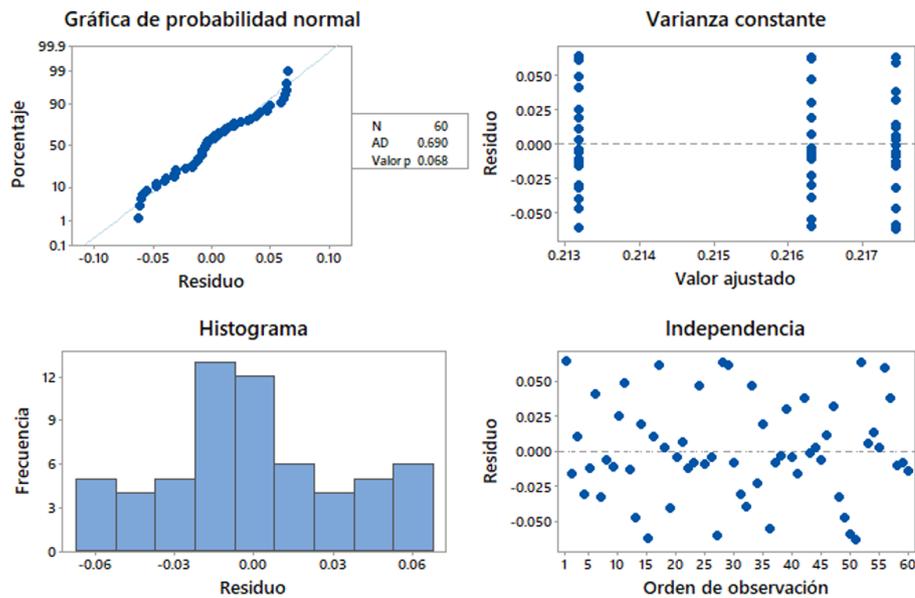


Figura 4.4. Verificación de supuestos del modelo para precisión intermedia

Normalidad

En la gráfica de probabilidad normal (esquina superior izquierda) se puede observar que el valor p es mayor que el nivel de significancia (0.05) por lo que se concluye que los datos tienen una distribución normal. Los extremos con pendiente pronunciada se debe a las colas largas de residuos que se pueden ver en el histograma.

Por otra parte, los residuos del histograma no se ajustan perfectamente a una campana de Gauss, esto justifica el valor p tan cercano a 0.05, sin embargo, no hay una tendencia definida del proceso a no estar centrado o a presentar un comportamiento distinto.

Varianza Constante

El supuesto de varianza constante se cumple ya que no hay una tendencia de campana en los residuos o un patrón contundente. Se observa que estos se ajustan en un rango similar para los tres operadores.

Independencia

En el gráfico inferior derecho de la Figura 4.4 se observa que los datos se encuentran posicionados de manera aleatoria respecto al eje x . Se cumple el supuesto ya

que no se detecta una tendencia cíclica, a disminuir o aumentar respecto al avance de las corridas. Esto reafirma lo discutido anteriormente de que no existen patrones contundentes entre operadores ya que no se detectan zonas definidas con menor amplitud que otras.

4.2.3. Linealidad

Tipo de error sistemático que se puede presentar en los sistemas de mediciones; se busca que en todo el rango de medición, se mantenga un sesgo constante (Äüóú, 2003). Para este ensayo, no es posible evaluar la linealidad específicamente de la fuerza para separar las películas flexibles debido a que no se cuenta con patrones certificados de sello que permitan correlacionar el valor real (patrón) contra lo medido. Por esta razón, se procedió a realizar el estudio mediante el plato de calibración del texturómetro. Se utilizaron 8 patrones de masa en todo el rango de operación del equipo (1 g - 3000 g), se tomaron datos de manera ascendente y descendente hasta obtener 6 valores por patrón. Con estos datos, se realizó un estudio de linealidad y sesgo mediante el software Minitab; en la Figura 4.5. se muestran los resultados obtenidos.

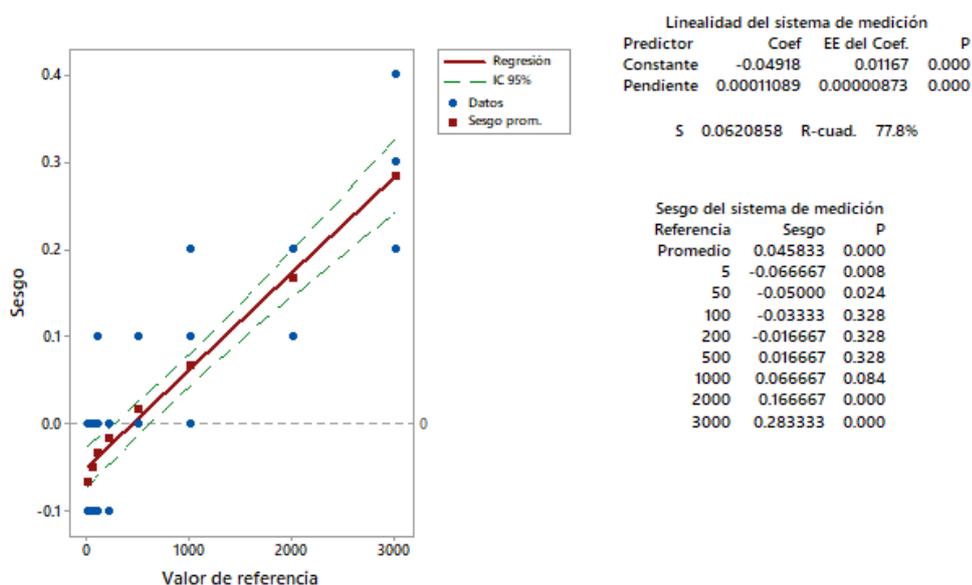


Figura 4.5. Evaluación de linealidad de la fuerza de sello.

En este caso, en la pendiente se obtuvo un valor p (0.00) menor al α (0.05)

propuesto por lo que se concluye que sí existe linealidad en el rango de operación del sistema. A pesar de esto, el rango de operación real para el ensayo de fuerza de sello se encuentra entre 200 g y 1000 g según los estudios realizados en este proyecto por lo que es posible interpretar que el sesgo no es un factor influyente en el ensayo propuesto ya que en estas categorías el valor p de cada punto es mayor a la significancia (en el capítulo 5 se evidencia con detalle la selección del rango de medición mencionado). Por otra parte, al ser la pendiente positiva, indica que conforme se incrementa la masa o fuerza medida, el error sistemático relacionado a la linealidad arrojará una magnitud ligeramente mayor a la real.

4.2.4. Incertidumbre

Según el Vocabulario Internacional de Metrología (2012) es un parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores que se pueden atribuir a una respuesta. El cálculo de la incertidumbre debe iniciar determinando el mensurando y las variables asociadas, en este caso, la fuerza de sello está dada por el cociente entre la fuerza requerida para separar las películas flexibles y el ancho de la probeta como se muestra en la Ecuación 9:

$$F = \frac{f}{x} \quad (9)$$

Donde

F = Fuerza de sello, $\frac{N}{mm}$.

f = Fuerza, N .

x = Ancho de muestra, mm .

Repetibilidad de fuerza

Contribución asociada a la medida de una serie de observaciones en condiciones de repetibilidad. Se determina mediante la desviación estándar de la muestra y responde a una distribución normal de los datos. Cabe recalcar que esta componente se evaluó

anteriormente en la verificación de precisión del método.

$$\mu_{repetib_f} = \frac{S}{\sqrt{N}} = \frac{0,2379 N}{\sqrt{10}} = 0,0752 N \quad (10)$$

Donde

S = Desviación estándar, N .

N = Número de muestra, *adim.*

Repetibilidad de ancho de empaque

De la misma forma que se consideró la repetibilidad en la medición de fuerza, se contempló para el ancho del material. Para esto, se hicieron 10 mediciones del troquel con la ayuda de un vernier digital calibrado. Los datos empleados para el cálculo se muestran en el Cuadro A.2.

$$\mu_{repetib_x} = \frac{S}{\sqrt{N}} = \frac{0,06 mm}{\sqrt{10}} = 0,02 mm \quad (11)$$

Resolución del texturómetro

Habilidad del equipo o instrumento para discriminar entre partes o piezas que seas similares (Äüôú, 2003). La incertidumbre de equipos cuya medición es digital puede describirse mediante una distribución probabilística rectangular como se muestra en la Ecuación 12

$$\mu_{resoluc_f} = \frac{Re_f}{\sqrt{12}} = \frac{0,0001 N}{\sqrt{12}} = 2,9 \times 10^{-5} N \quad (12)$$

Donde

Re_f = Lectura mínima del texturómetro, N .

Resolución del vernier digital

Al igual que el texturómetro, este instrumento cuenta con una lectura digital por lo que se asume una distribución probabilística rectangular como se muestra en la

Ecuación 13.

$$\mu_{resoluc_x} = \frac{Re_x}{\sqrt{12}} = \frac{0,01 \text{ mm}}{\sqrt{12}} = 2,89x10^{-3} \text{ mm} \quad (13)$$

Re_f = Lectura mínima del vernier digital, mm .

Dilatación térmica del vernier

Los cambios en la temperatura generan expansión o contracción del materia, por esto, se debe tomar en cuenta esta contribución para el cálculo. El material del instrumento es acero inoxidable por lo que se usa constante de $0.000011 \text{ } 1/^{\circ}C$ con una temperatura de referencia de $20 \text{ } ^{\circ}C$ (Serway, 2008) .

$$\mu_{resoluc_x} = K \cdot \Delta T \cdot x = 1,1x10^{-5} (^{\circ}C)^{-1} \cdot 3^{\circ}C \cdot 25,4 \text{ mm} \quad (14)$$

$$\mu_{resoluc_f} = 8,38x10^{-4} \text{ mm}$$

Donde

K = Coeficiente de dilatación del material, $\frac{1}{^{\circ}C}$.

Dilatación térmica del acrílico

De la misma forma que el acero inoxidable, se debe contemplar la dilatación del acrílico con el que está formado el troquel de corte. Se emplea un $K=0.000071 \text{ } 1/^{\circ}C$ con una temperatura de referencia de $20 \text{ } ^{\circ}C$ (Engineering ToolBox, 2003).

$$\mu_{resoluc_x} = K \cdot \Delta T \cdot x = 7,1x10^{-5} (^{\circ}C)^{-1} \cdot 3^{\circ}C \cdot 25,4 \text{ mm} \quad (15)$$

$$\mu_{resoluc_x} = 5,41x10^{-3} \text{ mm}$$

Calibración del vernier digital

Dicha contribución se estima mediante el error máximo permisible del instrumento con una distribución probabilística rectangular, la expresión matemática se muestra

en la Ecuación 16. Este dato se encuentra en las especificaciones del equipo.

$$\mu_{calib_x} = \frac{EMP}{\sqrt{3}} = \frac{0,02}{\sqrt{3}} = 0,01154 \text{ mm} \quad (16)$$

Donde

EMP = Error máximo permisible, mm .

Seguidamente, mediante la Ley de Propagación de Varianzas de la Ecuación 17. se determina la componente de la incertidumbre de la variable de salida con apoyo del coeficiente de sensibilidad.

$$\mu_{(F)} = c_i \cdot \mu_{(X_i)} \quad (17)$$

Donde

c = Coeficiente de sensibilidad.

Coeficiente de sensibilidad fuerza

Describe cómo varía la variable de salida en función de las variables de entrada mediante derivadas parciales. En este caso se utiliza el valor de ancho de empaque propuesto para el ensayo; 25.4 mm.

$$c_f = \frac{\partial F}{\partial f} = \frac{\partial f/x}{\partial f} = \frac{1}{25,4 \text{ mm}} = 0,03937 \text{ mm}^{-1} \quad (18)$$

Coeficiente de sensibilidad ancho

Al igual que para la fuerza, se plantea el cálculo del coeficiente para el ancho del empaque. En este caso, al requerirse un valor de fuerza, se utiliza el promedio de todos los datos obtenidos del estudio de precisión intermedia realizado.

$$c_x = \frac{\partial F}{\partial x} = \frac{\partial f/x}{\partial x} = \frac{-4,17 \text{ N}}{25,4 \text{ mm}^2} = -0,0065 \text{ N/mm}^2 \quad (19)$$

A continuación, en el Cuadro 4.3 se resumen los diversos términos empleados para el cálculo de la incertidumbre de la medición de fuerza de sello.

Cuadro 4.3. Resumen de componentes de la incertidumbre para fuerza de sello.

Fuente	Unidad	Tipo	Distribución	Entrada (μ)	Coeficiente de sensibilidad		Salida ($\mu \cdot ci$)	
					Valor	Unidad	Valor	Unidad
Resolución	N	B	Rectangular	0.000058	1	-	5.7735E-05	N
Repetibilidad	N	A	Normal	0.075234	1	-	0.07523371	N
Calibración	kg	B	Normal	0.000227	9.77589	m/s^2	0.00102351	N
						0.0775		
Calibración	mm	B	Rectangular	0.011547005	1	-	0.01154701	mm
Repetibilidad	mm	A	Normal	0.019441097	1	-	0.0194411	mm
Resolución	mm	B	Rectangular	0.002886751	1	-	0.00288675	mm
Dilatación del vernier	mm	B	Rectangular	0.0008763	1	-	0.0008763	mm
Dilatación acrílico	mm	B	Rectangular	0.0054102	1	-	0.0054102	mm
						0.0402		

La incertidumbre combinada de la fuerza de sello se calculó mediante la ecuación C.3. ya que esta es una suma lineal de las estimaciones de entrada (Bollen, 2014). Mediante esto, se obtuvo una incertidumbre expandida de 0.0061 N/mm con un factor de cobertura (k) de 2.

$$U_{(F)} = k \cdot \sqrt{(c_f \cdot \mu_{(f)})^2 + (c_x \cdot \mu_{(x)})^2} = 0,0061 \text{ N/mm} \quad (\text{C.3})$$

Donde

k = factor de cobertura, adim.

4.2.5. Robustez

Capacidad del método para permanecer inalterado debido a pequeñas variaciones en los parámetros. Realizar un estudio de robustez genera una mayor confiabilidad en los resultados obtenidos en su uso cotidiano (Organismo Argentino de Acreditación, 2008).

Inicialmente, para verificar la robustez del ensayo de fuerza de sello, se planteó un análisis de posibles factores influyentes en el desarrollo de la prueba mediante un Ishikawa tipo flujo de proceso el cual se puede ver en la Figura 4.6.

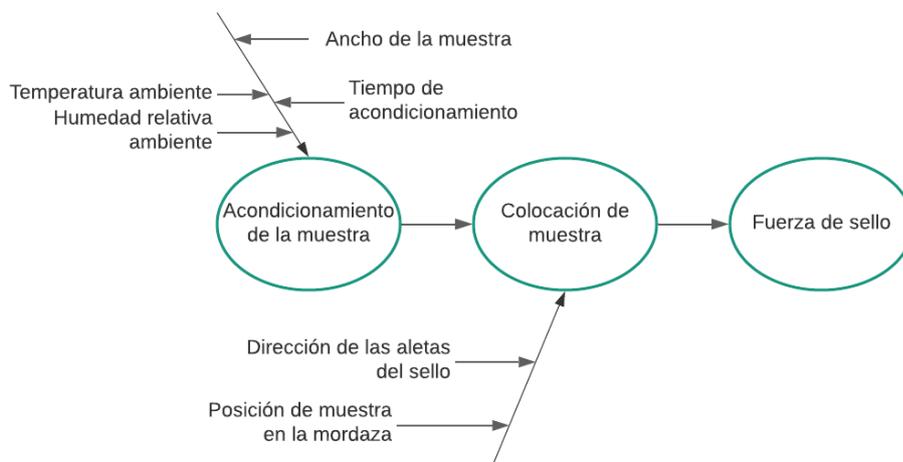


Figura 4.6. Diagrama de Ishikawa tipo flujo de proceso para verificación de robustez de fuerza de sello.

Dentro de los seis factores relevante localizados se descarta poder utilizar la humedad relativa del ambiente como una variable manipulable ya que se relaciona directamente con la temperatura del ambiente controlada por aire acondicionado del laboratorio. Además de esto, los materiales utilizados en la empresa no son higroscópicos por lo que no debe ser una variable crítica a nivel de ensayo. Excluyendo esta, se obtienen cinco factores:

Dirección de sello

En la norma ASTM- F88 no se especifica la dirección en la que se debe colocar la zona termosellada del material al momento de la sujeción (hacia el experimentador o hacia el interior del equipo). Debido a esto, se espera que este factor no sea relevante para el estudio. A pesar de esto, corroborarlo es de suma importancia ya que este ensayo será realizado por distintos facilitadores de la compañía que pueden llegar a variar la colocación de las muestras por diversas razones generando un impacto en la calidad de los resultados.

Posición del empaque en la mordaza

Debido a que el ancho de las mordazas es mayor que el de las muestras, es relevante evaluar la influencia de colocarla hacia la esquina de la misma o centrada ya que esto puede ocasionar que la carga del equipo no sea constante y se reporten diferencias en los resultados.

Tiempo de acondicionamiento

Como se mencionó anteriormente en la Sección 2.1.3, la norma indica que el tiempo de estabilización del sello debe ser al menos 40 h en caso de que no se conozca el mismo. Para esto, se realizó un pequeño estudio previo midiendo la fuerza de sello de 12 empaques producidos en una misma empacadora en iguales condiciones iniciando en 15 min de estabilización hasta llegar a 40 h. Mediante un análisis de varianza se determinó que sí existe diferencia estadística en el sello entre 15 min y 30 min después de elaborado, en la Figura 4.7, se muestra la comparación de medias

a diferentes tiempos de estabilización; en este caso los factores de 30 min, 1 hora y 40 h no representan una diferencia estadística significativa.

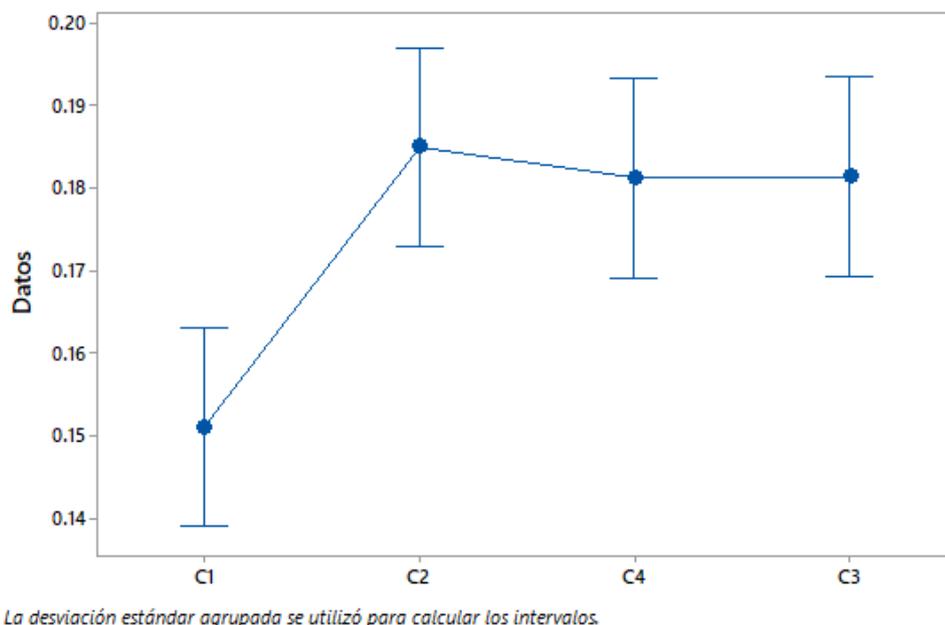


Figura 4.7. Comparación de medias para el tiempo de estabilización del sello.

Con este análisis se concluye que después de 30 min de tomar la muestra, el sello ya es estable en la temperatura del laboratorio (23 ± 2) °C. Este factor es el más relevante para el estudio porque no es viable acondicionar las muestras por 40 h ya que la función de mayor peso del ensayo será tomar decisiones efectivas en la línea de producción para evitar pérdidas de producto o reprocesos. En caso de que la empresa desee, puede incursionar en disminuir este tiempo mediante algún cambio más abrupto de temperatura.

Ancho de probeta

La herramienta construida para realizar el corte de los empaques impide que este se realice a menos de 1 in (si la pieza no se mueve). Sin embargo, si la cuchilla no se pasa por el borde del troquel, puede ser que el ancho final sea ligeramente mayor. Se espera que esta variable no tenga una influencia significativa en el estudio ya que según la norma, existe una tolerancia de 5 % en el ancho de la probeta ensayada.

Temperatura ambiente

Por último, la temperatura ambiente del laboratorio es un factor importante en el estudio ya que esta puede variar dependiendo de los equipos que se encuentren en funcionamiento o aforo del espacio. Al igual que la variable anterior, se espera que este factor no tenga una influencia significativa, la norma especifica que la temperatura debe estar entre (21-25) °C en la etapa de acondicionamiento. En el Cuadro 4.4. se resumen de los niveles y factores planteados.

Cuadro 4.4. Factores y niveles para factorial fraccionado verificación de método fuerza de sello.

Factor	Descripción	Nivel bajo (-)	Nivel alto (+)
A	Dirección aleta de sello	Hacia afuera del equipo	Hacia adentro del equipo
B	Posición empaque en la mordaza	Esquina	Medio
C	Tiempo acondic.,h	0.5	40
D	Ancho probeta, in	1.05	1.00
E	Temp. amb., °C	21	23

Con estas variables, se planteó utilizar un diseño factorial fraccionado 2^{5-2} con tres repeticiones; la justificación del diseño se expone a continuación:

- El factor tiempo de acondicionamiento - el cual es de gran relevancia - requiere que las pruebas se realicen en el menor tiempo posible para así poder evaluar con certeza la estabilidad del sello. Tomando en cuenta que por cada empaque se requieren entre 4 y 5 minutos para concretar todo el proceso de una muestra, en una hora se podrían realizar menos de 16 ensayos, lo cual implicaría no realizar repeticiones si se utilizara un factorial 2^{5-1} .
- Por otra parte, la totalidad de muestras deben producirse en condiciones iguales para tener certeza que el valor de fuerza de sello, en la medida de lo posible, está influenciado únicamente por las variables de interés y no por fluctuaciones en condiciones de proceso. Tomar un mayor número de empaques para realizar un factorial con una única variable generada implica que no se puedan tomar repeticiones o se vea comprometido la homogeneidad de la muestra empleada para el estudio.

Para el estudio, se tomaron 24 muestras en una empacadora Flow Pack ubicada en la compañía en un lapso de 1 minuto de producción. Estas fueron debidamente rotuladas y se separaron en dos grupos para acondicionarlas a temperatura distinta. Un aspecto importante a destacar es que la aleatorización de las corridas fue parcial ya que se identificó que no era posible aleatorizar el factor del tiempo de acondicionamiento por la naturaleza de la variable. Asimismo, aleatorizar la temperatura ambiente complica el estudio ya que, el tiempo para llegar al estado estable prolongaría considerablemente el estudio. Los tres factores restantes, si se aleatorizaron de forma usual.

Por otra parte, se destacan las variables D y E, las cuales fueron generadas mediante Minitab de forma automática ya que no existe ninguna limitante que requiera que se generen de una forma específica.

$$v(D) = v(A) \cdot v(B)$$

$$v(E) = v(A) \cdot v(C)$$

Con esta información, se obtienen las siguientes identidades para obtener un factorial fraccionado con resolución III.

$$I_1 = ABD$$

$$I_2 = ACE$$

$$I_3 = I_1 \cdot I_2 = BCDE$$

Mediante Minitab, se obtuvieron los resultados presentes en el Cuadro 4.5. Es posible determinar que únicamente el factor de la posición del material en la mordaza (B), tiene un valor p menor al α por lo que sería el único efecto que tiene una influencia significativa en la fuerza de sello de los empaques de la empresa. Por otra parte, el ancho del material tiene un p-value muy cercano a la significancia; debido a esto, se recomienda incursionar más en instrumentos cortadores que permitan asegurar que esta dimensión no se pasará de 1.05 in bajo ninguna circunstancia. Para efectos de este proyecto, dentro de los pasos para realizar la prueba, se contemplará

verificar la dimensión de ancho del material mediante una regla antes de colocar la probeta en el texturómetro.

Cuadro 4.5. Análisis de Varianza para verificación de robustez del método- fuerza de sello.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	7	0.010531	0.001504	11.96	0
Lineal	5	0.010479	0.002096	16.66	0
Dirección	1	0.000473	0.000473	3.76	0.07
Posición	1	0.009068	0.009068	72.09	0
Acondicionamiento	1	0.000372	0.000372	2.96	0.105
Ancho	1	0.000562	0.000562	4.47	0.051
Temperatura	1	0.000005	0.000005	0.04	0.848
Interacciones	2	0.000052	0.000026	0.21	0.815
Posición *	1	0.000003	0.000003	0.02	0.879
Acondicionamiento					
Posición *	1	0.000049	0.000049	0.39	0.541
Temperatura					
Error	16	0.002012	0.000126		
Total	23	0.012543			

Para ampliar lo mencionado anteriormente, se puede observar en el gráfico de Daniel (Figura 4.8) que el único efecto significativo es la posición del material en las mordazas.

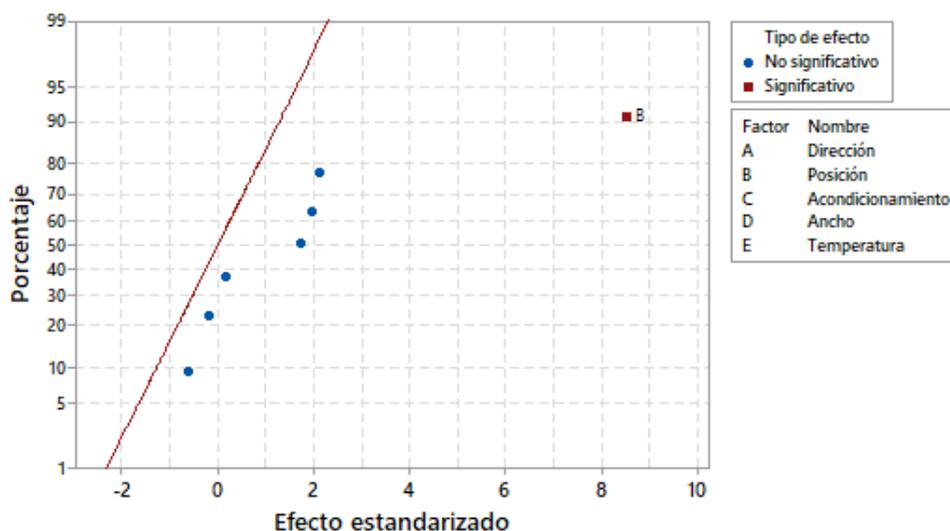


Figura 4.8. Gráfico de Daniel para estudio de robustez - fuerza de sello.

A pesar de lo mencionado, el patrón de confusión del diseño indica que el efecto B se confunde con las interacciones AD, CDE y ABCE sin embargo, debido a la resolución del experimento (III), se considera que las contribuciones relevantes son las que se pueden dar entre los efectos principales y las interacciones de segundo orden. Con el fin de resolver la ambigüedad y determinar cuál de ellas es significativa, se realizó una corrida adicional que permitiera dividir las contribuciones. En el Cuadro 4.6 se encuentran los niveles de cada factor.

Cuadro 4.6. Factores y niveles corrida adicional resolución de ambigüedad en factorial fraccionado para robustez del ensayo de fuerza de sello.

Factor	Nivel
Dirección aleta de sello	Hacia adentro del equipo (+)
Posición empaque en la mordaza	Medio (+)
Tiempo acondic.,h	40 (+)
Ancho probeta, in	1.00 (-)
Temp. amb.,°C	21 (-)

Mediante esta corrida es posible comprender el peso del efecto principal y la interacción de segundo orden por separado analizando el intervalo de no significancia para el estudio (-0.0097, 0.0097). Al estar B fuera del intervalo y AD adentro del mismo, se concluye que solo el efecto principal es estadísticamente significativo en la respuesta del estudio de fuerza de sello.

Cuadro 4.7. Resolución de ambigüedad- factorial fraccionado para robustez del ensayo de fuerza de sello.

Efecto/Interacción	Contribución	Significancia
B	-0.0565	Positiva
AD	0.0074	Negativa

En aras de mitigar el efecto que puede ocasionar esto en pruebas que realicen los colaboradores de la empresa, se optó por colocar una franja de color naranja en las mordazas del equipo que permita guiar al experimentador a colocar el material en esta zona. En la Figura 4.9 se puede observar las marcas colocadas.



Figura 4.9. Guías en mordazas del texturómetro.

Por último, es de suma relevancia validar los supuestos del modelo: linealidad, independencia y varianza constante. En la Figura 4.10. se muestran los gráficos extraídos de Minitab, a continuación se discutirá cada uno de ellos.

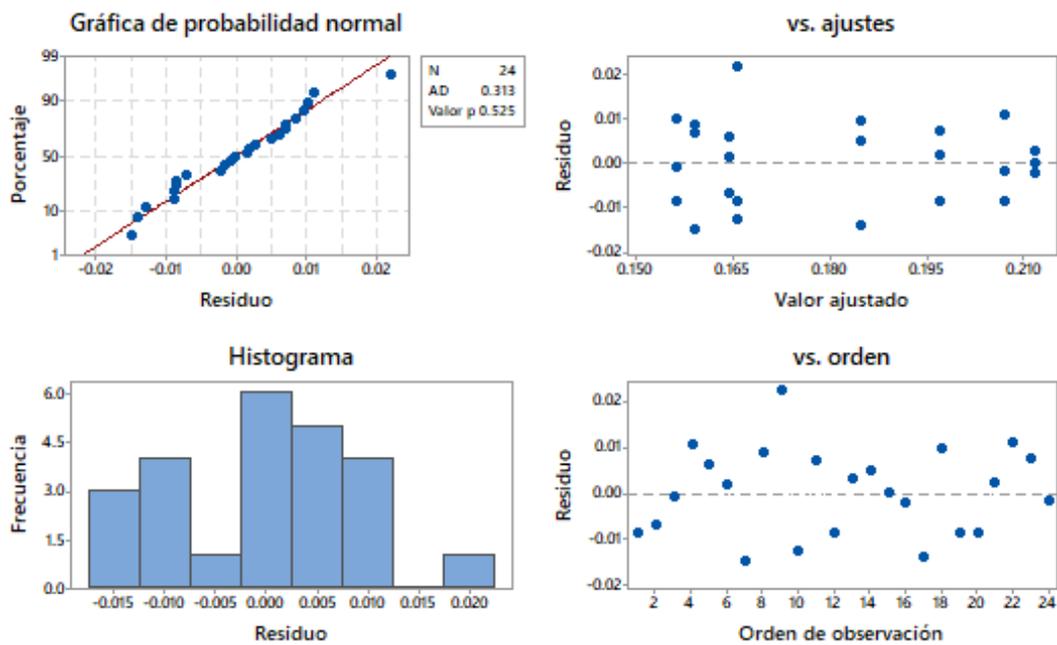


Figura 4.10. Verificación de supuestos del modelo para robustez del método - fuerza de sello.

Normalidad

En la gráfica de probabilidad normal se puede observar que el valor p (0.525) es

mayor que el nivel de significancia (0.05) por lo que se concluye que los datos tienen una distribución normal. En la gráfica se detecta un residuo distanciado de los demás en la parte superior de la ecuación lineal; este comportamiento se debe a que este valor difiere considerablemente de las otras dos repeticiones para este juego de niveles. A pesar de esto, se concluye que el dato está dentro de los parámetros normales de respuesta por lo que no se descarta el uso del mismo. Asimismo, se corroboró que la discrepancia no se debe a un error de digitación mediante la revisión de la corrida en el programa Exponent. Este mismo comportamiento se observa en el histograma, los residuos no se ajustan perfectamente a una campana de Gauss por la razón previamente mencionada, además de esto, la poca cantidad de datos genera una distribución no adecuada en las barras del histograma.

Varianza Constante

El supuesto de varianza constante se cumple ya que no hay una tendencia de campana en los residuos o un patrón contundente. Esta observación se reafirma mediante la prueba de varianzas de Bartlett en la cual se obtuvo 0.999 para el conjunto de datos; al ser mayor al nivel de significancia (0.05) se concluye que no existe suficiente evidencia estadística para rechazar el supuesto de varianza constante.

Independencia

En el gráfico inferior derecho se observa que los datos se encuentran posicionados de manera aleatoria respecto al eje x. No se ve una tendencia cíclica, a disminuir o aumentar en las corridas por lo que se cumple este supuesto.

4.3. Hermeticidad

Como se ha mencionado anteriormente, el ensayo de detección de fugas se realiza siguiendo el estándar de la Sociedad Estadounidense para Pruebas y Materiales, D3078-02 - Método de Prueba Estándar para Detección de Fugas en Empaques Flexibles Mediante Técnicas por Emisión de Burbujas, debido a esto, se considera que el ensayo es normalizado.

Al ser una prueba cualitativa con respuesta binaria, los parámetros principales a verificar varían ligeramente respecto a los métodos cuantitativos. Según el Organismo Argentino de Acreditación (2008) y el Organismo Hondureño de Acreditación (2014), en ensayos de respuesta binaria se debe dar énfasis al desempeño de los siguientes parámetros: selectividad, límite de detección, incertidumbre, robustez, y falsos positivos y/o negativos. A continuación se realizará la verificación de cada uno de ellos exceptuando los dos primeros mencionados ya que ambos están ligados mayormente a métodos analíticos o ensayos microbiológicos.

4.3.1. Incertidumbre

Debido a la naturaleza de la prueba, no es posible realizar un cálculo de incertidumbre expandida como el efectuado para el ensayo de fuerza de sello, no obstante, se debe llevar a cabo un análisis de las fuentes que pueden afectar la respuesta obtenida y determinar un plan de acción o forma de controlarlas (OHA, 2014). En la Figura 4.11. se muestra un diagrama de Ishikawa en el cual se agrupan las posibles fuentes de variación detectadas.

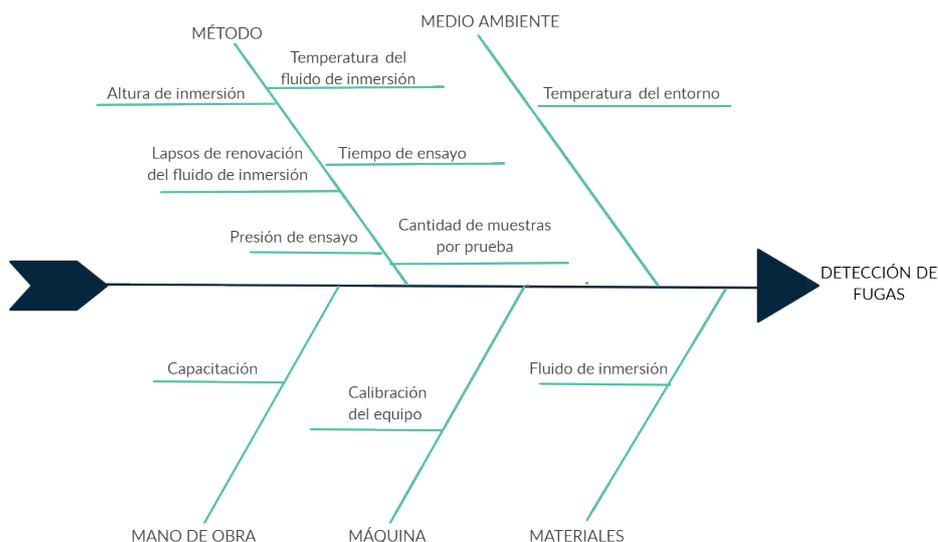


Figura 4.11. Diagrama de Ishikawa para verificación de detección de fugas.

A continuación se detalla cada una de las fuentes previamente mostradas en el diagrama:

Altura de inmersión

Esta variable está limitada por dos condiciones: primero, la norma ASTM especifica que la parte superior de la muestra debe estar al menos 25 mm por debajo del fluido, esto se logra con ayuda de una placa que presiona el empaque para que este quede completamente cubierto de líquido (véase rejilla en la Figura 4.12). Por otra parte, el manual de uso del equipo recomienda que en el modelo CDV-3 no se exceda la marca de 22 litros a la hora de realizar el ensayo (con las muestras inmersas) ya que se pueden generar daños en el sistema de vacío. Siguiendo estas condiciones, se realizó la verificación con el equipo de laboratorio y se detectó que no es posible cumplirlas de forma simultánea ya que al llenar la cámara hasta la marca de 22, la rejilla genera que los empaques queden aproximadamente 15 mm inmersos. Dicho esto, se tomó la opción de evaluar este factor con los niveles de 25 mm y 15 mm para detectar si esto afecta la respuesta del ensayo. En caso de dar positivo, se debe realizar una mejora al equipo para poder obtener los 25 mm de inmersión ya que no es posible aumentar el aforo del fluido en el equipo.

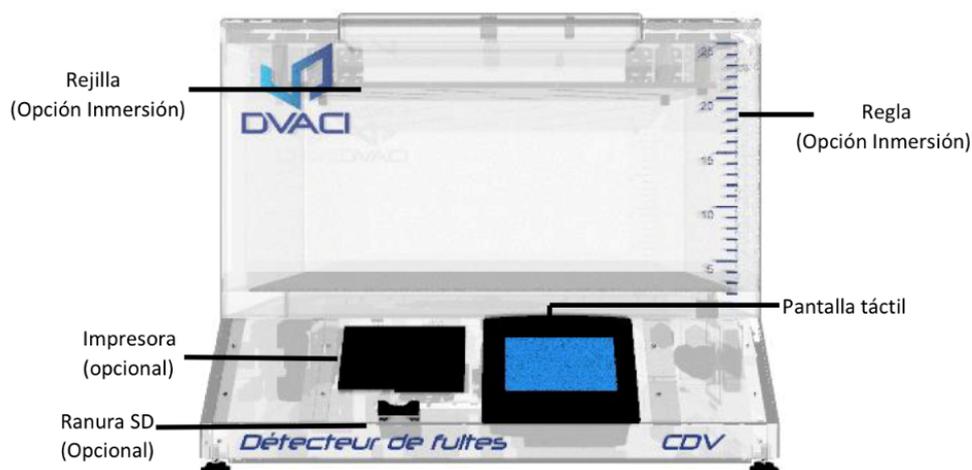


Figura 4.12. Diagrama del equipo para detección de fugas DVACI.

Con el fin de asegurar el cumplimiento de la condición de seguridad del equipo, se detallan las acciones tomadas:

- Colocar señalización distintiva en el equipo en el límite superior permitido (22 litros) que funcione como alerta o recordatorio para el operador, ya que, por las diversas dimensiones presentes en los empaques de la compañía, el experimentador puede requerir incorporar o eliminar fluido dependiendo del volumen ocupado por las muestras en estudio.
- Detallar ambos puntos previamente mencionados en el procedimiento del ensayo que se encontrará junto al equipo.

Lapsos de renovación del fluido de inmersión

El intervalo adecuado para la renovación del fluido de inmersión es inversamente proporcional al uso que se le da al equipo ya que entre más empaques se prueben, este se contaminará en un menor tiempo. Con el fin de detectar el límite superior, se realizaron pruebas por 5 semanas ensayando un promedio de 30 empaques individuales diarios. Se monitoreó el fluido y se observó que al quinto día la turbidez comienza a ser notable, esto se relaciona con un incremento en la concentración de partículas suspendidas en el medio como grasa y residuos de producto. Debido a que la proliferación de microorganismos está relacionada con el aumento en la viscosidad del líquido, se considera inadecuado mantener el fluido más de 5 días ya que no solo puede interferir en la respuesta deseada, sino que compromete las políticas de inocuidad de la empresa.

Por otra parte, se estima que una persona debe invertir alrededor de 30 minutos para realizar el proceso de vaciado, limpieza y llenado del equipo. Se conversó con el ingeniero a cargo de aseguramiento de la calidad y se estableció que debido a las cargas de trabajo de los facilitadores, el límite inferior debe ser 2 días entre cada mantenimiento. Esta variable se tomará en cuenta en el estudio de robustez, más adelante se explicarán los niveles a utilizar y su respectiva justificación.

Presión de ensayo

Esta variable es la que tiene un mayor impacto en el estudio, sin embargo, el desarrollo de esta práctica dirigida presenta evidencia suficiente para determinar la

presión adecuada para la aplicación deseada. En este caso, esta variable se mantendrá fija en el estudio por lo que no influirá en los resultados a la hora de poner en marcha el estudio en la compañía.

Temperatura del fluido de inmersión

Según el estándar ASTM D3078-02, la temperatura del líquido debe estar en equilibrio con el entorno. En este caso, el equipo se encuentra dentro de un laboratorio con temperatura controlada y constante mediante un sistema de aire acondicionado. Con ayuda de una termocupla se determinó que este se estabiliza a 19 °C aproximadamente.

A pesar de esto, se proyecta que en un futuro cercano la compañía pueda colocar equipos en distintos puntos de la planta como método de control lo cual generaría un desplazamiento de la temperatura estable del fluido debido a la influencia de los hornos y temperatura ambiente del lugar. Este parámetro tiene gran relevancia ya que la viscosidad en líquidos disminuye al aumentar la temperatura. En este caso, el agua tiene una alta tensión superficial debido a los enlaces de puentes de hidrógeno, esta disminuye al aumentar la temperatura. Por esta razón, se utilizará el estudio de robustez para determinar el efecto que puede tener un aumento en este parámetro.

Tiempo de ensayo

En este caso, el tiempo de ensayo se mantendrá constante en los ensayos ya que la norma específica que se debe mantener el vacío establecido por un lapso de 30 segundos luego de descender a una tasa de 33.86 mbar/s.

Cantidad de muestras por prueba

La cantidad de empaques que se prueben en una misma corrida no impacta directamente en el resultado del ensayo. Sin embargo, al ser un ensayo que requiere de la detección de puntos de falla de manera visual, se definió por medio de la experiencia obtenida en el desarrollo de este proyecto que se deben probar máximo 3 muestras para tener capacidad de detallar cada una de ellas. Es importante recalcar que el

estándar no especifica un valor permitido o recomendado; únicamente destacan que el operador debe ser capaz de detectar fugas en todos los empaques.

Temperatura del entorno

Como se mencionó previamente, la temperatura del fluido debe estar en equilibrio con el entorno (ASTM, 2006) por lo que de ahora en adelante se tomará como parámetro de interés únicamente la temperatura del fluido. A pesar de esto, es relevante recalcar que el laboratorio en el que se encuentra el equipo, se mantiene una temperatura constante por la intervención del aire acondicionado.

Capacitación de experimentadores

La capacitación de los experimentadores es indispensable para obtener resultados adecuados y consistentes en el estudio ya que cada uno de ellos debe estar en total capacidad para diferenciar y tomar una decisión acerca de las muestras en estudio. Para esto, se entregará a la compañía el procedimiento del ensayo el cual debe quedar en un lugar visible para el experimentador, además de esto, cada uno de ellos debe ser capacitado en su uso antes por parte del departamento de formación de la compañía.

Calibración del equipo

Esta es una variable importante a tomar en cuenta en el ensayo ya que un equipo descalibrado puede provocar que se esté aplicando una menor o mayor presión a lo deseado, anteriormente se ha mencionado que esto es crucial para el resultado del ensayo. En este momento, el equipo tiene un intervalo de calibración de 1 año ya que es lo estipulado para los sensores de presión de la compañía en el CAL 001 - Procedimiento General de Calibraciones. A pesar de esto, es importante mencionar que en caso de encontrarse el equipo fuera de tolerancia en la siguiente calibración (jun-2022), el procedimiento indica la forma en la que el coordinador de metrología debe ajustar el intervalo.

Fluido de inmersión

Por último, se destaca el fluido de inmersión como un factor diferenciador en el re-

sultado de la prueba debido a variaciones en tensión superficial y/o viscosidad. Según el estándar, el fluido de inmersión puede variar según el grado de sensibilidad que se le desee dar al ensayo, sin embargo, al tratarse de un ensayo que tiene potencial para implementarse en las distintas líneas de producción de la empresa, no es factible económicamente utilizar agentes humectantes para reducir la tensión superficial como alcoholes. Por esta razón, se utilizará en la totalidad de los casos agua del grifo.

Mediante el análisis realizado es posible concluir que existen diversas variables que pueden alterar el resultado del ensayo de detección de fugas por emisión de burbujas. Debido a esto, es indispensable que se describa cada una de ellas junto a su especificación de forma explícita dentro del procedimiento del ensayo para asegurar que cada una de ellas se mantenga constante respecto al tiempo y no genere inconsistencia en los resultados obtenidos.

4.3.2. Robustez

En la sección anterior se especificaron los diversos factores que pueden influir en la respuesta del ensayo de detección de fugas por emisión de burbujas. Dentro de los ya mencionados se descarta utilizar para este estudio la presión de ensayo y el tiempo de ensayo ya que estos se mantendrán fijos. Por otra parte, la cantidad de muestras y tipo de fluido de inmersión tampoco se tomarán en cuenta por las razones mencionadas anteriormente. Con las variables restantes, se planteó utilizar un modelo de regresión logístico binario en el software Minitab con el fin de comprobar hipótesis o relaciones de los factores y niveles sobre la respuesta dicotómica característica del ensayo. A continuación en el Cuadro 4.8 se resumen los niveles planteados para el estudio.

Cuadro 4.8. Factores y niveles para evaluación de la robustez del método - hermeticidad.

Factor	Descripción	Nivel bajo (-)	Nivel alto (+)
A	Lapso de renovación del fluido, días	2	5
B	Altura de inmersión, mm	15	25
C	Temperatura del fluido, °C	19	23

La elección del número de repeticiones se realizó tomando en cuenta que este tipo de estudios tiene la particularidad de requerir un número de muestra elevado para evitar problemas de convergencia de las estimaciones de máxima verosimilitud a la hora de procesar los datos en el software. Debido a esto, a priori se decidió maximizar la cantidad de repeticiones para evitar predictores con un solo valor en la respuesta o probabilidades muy cercanas a 0 o a 1 (Minitab, 2022). Dicho esto, se utilizaron 10 repeticiones para cada combinación de niveles empleada por lo que en total se cuenta con un estudio de 80 eventos los cuales se dividirán el resultados falsos y verdaderos.

Un aspecto importante a destacar es que la aleatorización de las corridas fue parcial ya que se identificó que el factor A - lapsos de renovación del fluido de inmersión - no era posible aleatorizarlo debido a la naturaleza de la variable. En el caso de la temperatura del fluido, se calentó una porción del agua mediante un microondas para poder aleatorizar parcialmente este factor. Por último, la altura de inmersión es fácilmente manipulable mediante adición o extracción del fluido por lo que se realizaron mediciones de forma aleatoria respecto a este factor. Respecto a este punto, se recomienda que, con el tiempo de uso del ensayo y experiencia en el mismo, se analicen niveles diversos de estos factores y se realice el estudio estadístico bloqueando los efectos que se consideren pertinentes. Cabe mencionar que en este análisis no se ve un riesgo asociado a no bloquear las variables ya que los niveles empleados en el estudio son considerados dentro de parámetro para no representar diferencia significativa.

A continuación en el Cuadro 4.9. se presentan los resultados obtenidos en el estudio. Se destaca que el valor p de los efectos principales y las interacciones de segundo orden superan la significancia del estudio utilizado en el proyecto (0.05) por lo que no hay una asociación estadísticamente significativa entre la variable respuesta y los factores.

Cuadro 4.9. Tabla de desviaciones verificación de robustez del ensayo de fugas.

Fuente	GL	Desv. ajust.	Media Ajust.	Chi-cuadrada	Valor P
Regresión	7	4.2104	0.7017	4.21	0.648
A	1	0.4862	0.4862	0.49	0.486
B	1	0.0012	0.0012	0.00	0.973
C	1	0.0012	0.0012	0.00	0.973
A*B	1	0.0057	0.0057	0.01	0.940
A*C	1	0.0057	0.0057	0.01	0.940
B*C	1	0.5856	0.5856	0.59	0.444
A*B*C	1	0.0046	0.00461	0.00	0.946
Error	72	72.9974	1.01385		
Total	79	77.2124			

A pesar de esto, mediante la tabla de coeficientes 4.10. se determina que en el caso del lapso de renovación, existe una mayor probabilidad de detectar fugas al tener el agua pocos días en la cámara. Esto concuerda con lo esperado ya que anteriormente se mencionó que al aumentar la viscosidad del fluido, se dificulta el proceso para detectar fugas de pequeño tamaño en el empaque. Por otra parte, en el caso de la altura de inmersión y temperatura hay una relación proporcional entre el evento (no tener fugas) y el aumento de la variable. A pesar de esto, no se detecta que una diferencia significativa entre ellas.

Cuadro 4.10. Tabla de coeficientes para verificación de robustez del ensayo de hermeticidad.

Fuente	Coficiente	EE del coeficiente	FIV
Constante	1.403	0.754	
A	0.76	1.12	3.35
B	-0.03	1.00	2.83
C	-0.03	1.00	2.83
A*B	0.09	1.24	3.03
A*C	0.09	1.24	3.03
C*B	-0.92	1.21	3.79
A*B*C	0.17	2.50	8.61

Con los resultados obtenidos se consiguen dos conclusiones importantes:

- Si la empresa desea implementar el ensayo como control de proceso en las líneas de producción no debe realizar ningún análisis adicional para ajustar el

parámetro de presión de vacío debido al evidente desplazamiento de la temperatura de estabilización entre el equipo de laboratorio y el de planta ya que se demostró que no existe una diferencia estadísticamente significativa. Aún así, se recomienda consultar al departamento Técnico de Procesos y Materiales la ubicación adecuada para los equipos de proceso con el fin de colocarlas en un espacio fresco que no exceda esta temperatura.

- Por otra parte, respecto al lapso adecuado de renovación del fluido de inmersión se concluye que los cambios en viscosidad del fluido debido a la proliferación de microorganismos, grasa y suciedad no representan una diferencia significativa para la respuesta del estudio renovándolo cada 2 o 5 días. A pesar de esto, se establecerá que la frecuencia de limpieza sea 3 días, permitiendo extenderse a 4 días ya que al ser agua de grifo, la dureza de la misma se deposita y mancha los equipos lo cual aumenta el tiempo de limpieza. Por otra parte, al ser una planta de alimentos, contar con equipos con agua turbia y sucia no se alinea con las políticas de calidad e inocuidad de la empresa.

4.3.3. Falsos positivos y/o falsos negativos

Por la naturaleza cualitativa del ensayo, no es posible expresar la precisión del mismo mediante la desviación estándar. Debido a esto, se procedió a estimarla mediante una tabla 2x2 o de contingencia (OHA, 2014).

En la Figura 4.13. se muestra la clasificación de los empaques probados y su nomenclatura; con esto se obtienen diversos estadísticos que permiten concluir sobre la precisión del ensayo.

Sensibilidad

Tanto este parámetro como la especificidad valoran el grado en que la prueba detecta lo que se desea medir (validez). En este caso, mide la capacidad del ensayo de detección de fugas en empaques con la condición mencionada (Pita y Pértegas, 2010). En otras palabras, la sensibilidad representa los empaques con fugas que dieron el resultado deseado en el ensayo. Para la presión seleccionada, 55 mbar, se

	Empaque con fugas (cámara vida útil)	Empaque sin fugas (cámara vida útil)	
Empaque con fugas (cámara hermeticidad)	A' Verdaderos Positivos	Falsos Positivos (Error Tipo I) B'	Total ensayos positivos
Empaque sin fugas (cámara hermeticidad)	Falsos Negativos (Error Tipo II) C'	Verdaderos Negativos D'	Total ensayos negativos

Figura 4.13. Tabla de contingencia ensayos cualitativos.

obtuvo una sensibilidad de $67 \% \pm 12 \%$ con un nivel de confianza del 95% lo cual indica que el ensayo se clasifica como regular. Este resultado es lo esperado ya que por temas de rentabilidad, descarte de producto y demás factores internos, se debe contar con una especificidad alta lo cual en casos prácticos trae como consecuencia valores de sensibilidad regulares.

Especificidad

Por otra parte, este parámetro de validez representa los empaques sin fugas que dieron el resultado deseado en la prueba. La especificidad de esta prueba a 55 mbar de presión es de $95 \% \pm 12 \%$ con un nivel de confianza del 95% . Debido a que la prueba tiene una excelente especificidad, un resultado negativo (sin fugas) en la cámara indica que hay una alta probabilidad de que el empaque no las tenga lo cual da seguridad al obtener el resultado. En este caso, se está asumiendo una probabilidad de 5% de falsos positivos.

Valor Predictivo Positivo

A diferencia de los parámetros anteriores, los predictivos están asociados a la seguridad del diagnóstico, en otras palabras, proveen la probabilidad de que el resultado del ensayo sea el correcto sin conocer a priori el estado de los empaques (Pita y Pértegas, 2010). El VPP representa la probabilidad de que el empaque contenga fugas si se obtiene un resultado positivo (fugas) en la cámara de hermeticidad y se

calcula de la siguiente manera:

$$VPP = \frac{A'}{B' + A'} \quad (20)$$

Para el ensayo en cuestión se tiene un VPP de 93 % \pm 6 % con un nivel de confianza del 95 %. Es importante conocer que los valores predictivos están influenciados por la prevalencia de la condición en la muestra por lo que se debe tener cuidado con la interpretación del estadístico ya que para cada caso, la prevalencia puede variar significativamente entre un control de proceso y un descarte de producto por evento de calidad confirmado.

Valor Predictivo Negativo

Seguidamente, en el caso del VPN se define como la probabilidad de que el empaque no tenga fugas cuando se obtiene un resultado negativo (sin fugas) en la prueba de hermeticidad por emisión de burbujas. Este estadístico se calcula mediante la siguiente expresión:

$$VPN = \frac{C'}{C' + D'} \quad (21)$$

Para el ensayo en cuestión se tiene un VPN de 74 % \pm 6 % con un nivel de confianza del 95 %. Con esto, se tiene certeza que con la prevalencia indicada, el 74 % de los empaques que den resultados que no tiene fuga efectivamente no cuenta con fugas.

Exactitud

Por último, la exactitud del ensayo relaciona las situaciones en que se ha obtenido el resultado deseado; se obtiene mediante la siguiente expresión matemática:

$$Exactitud = \frac{A' + D'}{A' + B' + C' + D'} \quad (22)$$

La exactitud del ensayo a 55 mbar de presión de vacío es de 81 % lo cual permite que el mismo se encuentre dentro de la clasificación buena.

CAPÍTULO 5: DETERMINACIÓN DE ESPECIFICACIONES TÉCNICAS PARA LA FUERZA DE SELLO

5.1. Influencia del peso del producto en la fuerza de sello del empaque

Inicialmente, por interés de la empresa, se plantearon dos experimentos completamente al azar (DCA) para definir si la variación en peso de los productos tiene un efecto significativo en la fuerza de sellado tanto en la zona de mordazas como de rodillos. Es importante destacar que de antemano se esperaba que esto no fuera relevante para la respuesta ya que las empacadoras en estudio son de tipo horizontal por lo que los sellos de mordaza no perciben ningún tipo de esfuerzo debido a la fuerza gravitacional y/ó peso del producto. En los casos en los que se ven manipulados para acumularlos o algún propósito adicional, se esperaba que el peso de los productos no fuera representativo ya que, las galletas no tienen un peso elevado. Por otra parte, tampoco se proyectaba diferencia en la fuerza de sello del longitudinal ya que la única manipulación que se les da a los individuales es para trasladarlos a las cadenas de las sobreempacadoras. A pesar de esto, en caso de que se encontraran diferencias estadísticas significativas en algún estudio, se deben plantear distintos rangos de tolerancia.

Para definir los niveles de los experimentos, se realizó un análisis de los productos con los que cuenta la compañía actualmente. Se seleccionaron tres de ellos los cuales representan productos livianos (A), intermedios (B) y pesados (C).

Cuadro 5.1. Niveles experimento influencia de peso en fuerza de sello.

Producto	Peso, $m/$ (g)
A	27
B	40
C	80

La toma de muestras para los experimentos se realizó en distintos momentos en un mismo lote de producción para cada producto con el fin de obtener empaques que representaran las diversas etapas y, en lo posible, al proceso de manera general. Se seleccionó un número de muestra de 30 ya que, según Gutiérrez (2008), este es un número adecuado cuando no se tiene evidencia suficiente para asumir un comportamiento de la dispersión de los datos a velocidad regular del proceso. A continuación se plantea la hipótesis nula y alternativa para ambos estudios:

$$H_0 : \mu_A = \mu_B = \mu_C$$

$$H_a : \mu_i \neq \mu_j \text{ para algún } i \neq j$$

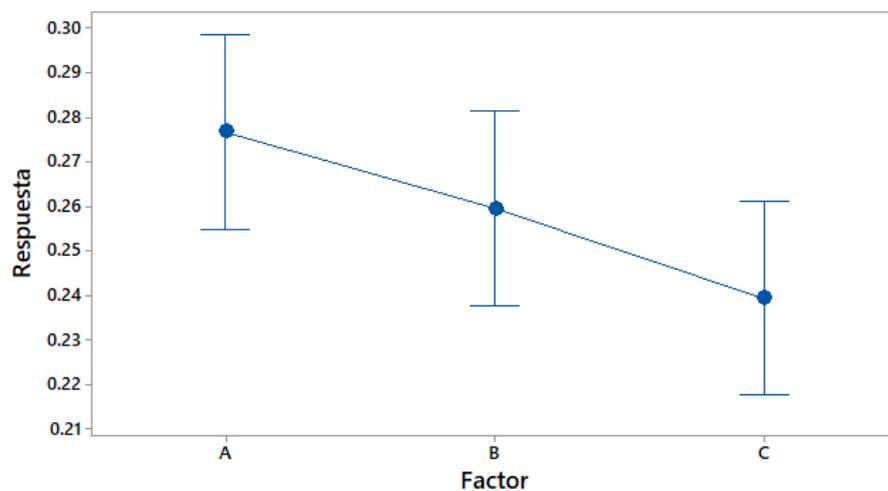
5.1.1. Sello de mordazas

En el Cuadro 5.2 se muestran los resultados obtenidos para este estudio. Debido a que el valor P (0.061) es mayor que el nivel de significancia propuesto, se acepta la hipótesis nula, lo cual era el comportamiento esperado. Por otra parte, se puede observar que la variabilidad entre mediciones de un mismo tratamiento predomina sobre la variabilidad entre tratamientos por lo que se reafirma que la variabilidad de la fuerza contemplando un plazo extenso de tiempo y a velocidad regular de proceso es considerable.

Cuadro 5.2. Análisis de Varianza pesos en sello de mordaza.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Factor	2	0.02097	0.010485	2.89	0.061
Error	87	0.31568	0.003628		
Total	89	0.33665			

En la Figura 5.1. se puede observar que los intervalos de los tres productos se traslapan por lo que se confirma que no hay diferencia estadística significativa entre ellos. A pesar de esto, se puede observar que la fuerza disminuye al aumentar el peso de producto por lo que se recomienda realizar un estudio similar si se desean empaquetar productos con un peso que sobrepase el utilizado.



La desviación estándar agrupada se utilizó para calcular los intervalos.

Figura 5.1. Gráfica de intervalos - sello de mordazas.

Por último, se verificaron los supuestos del modelo; las gráficas obtenidas mediante Minitab se pueden observar en la Figura 5.2.

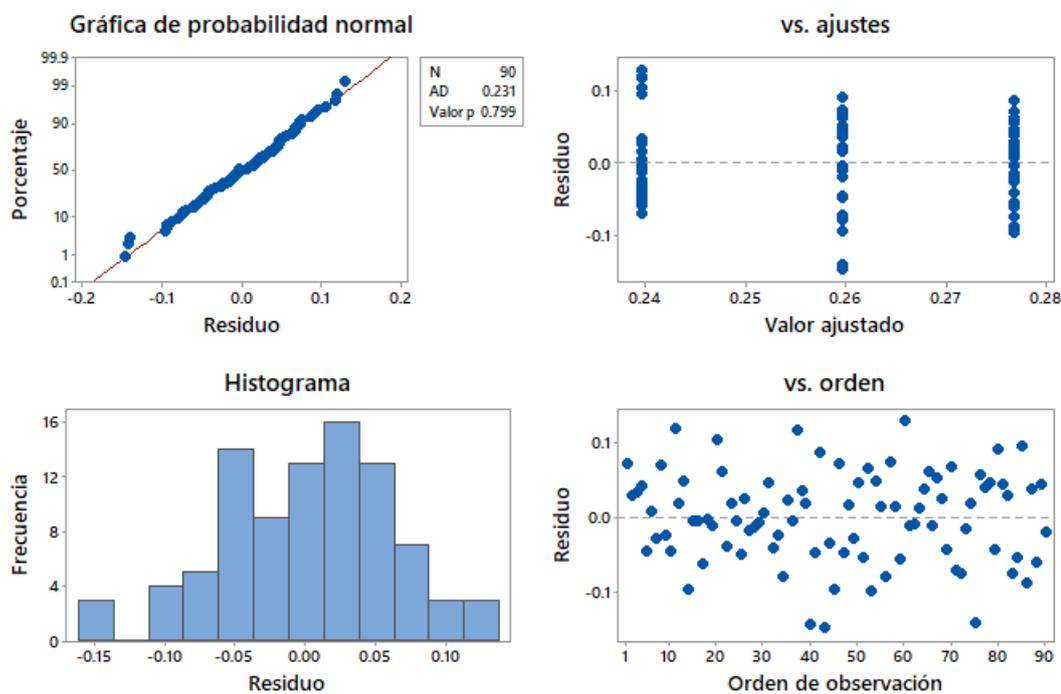


Figura 5.2. Verificación de supuestos del modelo peso de productos - sello de mordazas.

Normalidad

En la gráfica de probabilidad normal se puede observar que el valor p (0.799) es

mayor que el nivel de significancia (0.05) por lo que se concluye que los datos tienen una distribución normal. Por otra parte, en el histograma se puede ver con mayor facilidad el comportamiento que se ve en la parte inferior de la gráfica de probabilidad normal, donde los primeros residuos se salen del comportamiento de la campana y tiene una cola en el lado izquierdo.

Varianza Constante

A pesar de que se puede observar una ligera diferencia en la varianza de los diversos factores, no se determina una tendencia de campana en los residuos o un patrón contundente. Esta observación se reafirma mediante la prueba de varianzas de Bartlett en la cual se obtuvo 0.164 para el conjunto de datos; al ser mayor al nivel de significancia (0.05) se concluye que no existe suficiente evidencia estadística para rechazar el supuesto de varianza constante.

Independencia

En el gráfico inferior derecho se observa que los datos se encuentran posicionados de manera aleatoria respecto al eje x. No se ve una tendencia cíclica, a disminuir o aumentar en las corridas por lo que se cumple este supuesto.

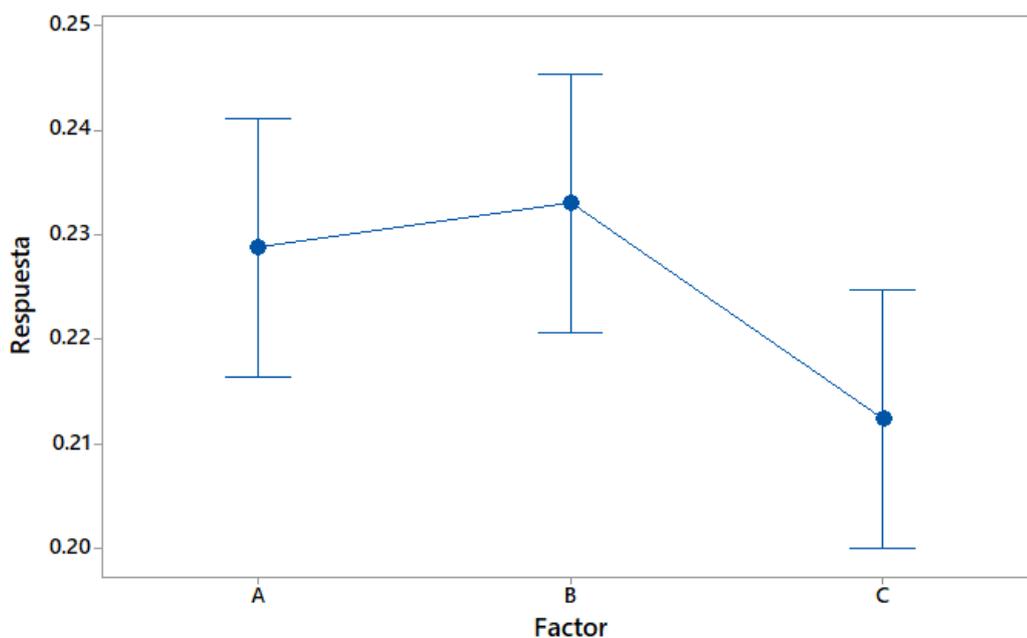
5.1.2. Sello de rodillo

En el Cuadro 5.3 se muestran los resultados obtenidos para este estudio. Debido a que el valor P (0.051) es mayor que el nivel de significancia propuesto, 0.05, se acepta la hipótesis nula, lo cual era el comportamiento esperado al igual que en el estudio en las mordazas. A pesar de esto, se destaca la cercanía entre ambos valores.

Cuadro 5.3. Análisis de Varianza pesos en sello de rodillo.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Factor	2	0.007146	0.003573	3.07	0.051
Error	87	0.101232	0.001164		
Total	89	0.108378			

Al observar la gráfica de intervalos en la Figura 5.3., se determina que el producto de mayor peso fue el que presentó una respuesta menor, lo cual indica que de la misma forma que en las mordazas, se recomienda hacer un análisis estadístico en caso de que la compañía plantee algún producto con contenido neto mayor al estudiado. El comportamiento del producto de peso intermedio (B) se atribuye a un aumento ligero en la temperatura del rodillo o desajustes en el equipo ya que no se tiene una explicación contundente para que esta respuesta sea mayor que en el producto A. Se descarta que la diferencia se deba debido a inconsistencias en el material ya que, de ser así, se debería contar con el mismo comportamiento en el sello transversal.



La desviación estándar agrupada se utilizó para calcular los intervalos.

Figura 5.3. Gráfica de intervalos - sello de rodillo.

En este caso, al igual que el estudio anterior se puede observar que la variabilidad entre mediciones de un mismo tratamiento predomina sobre la variabilidad entre tratamientos. A pesar de esto, se destaca que la suma de cuadrados del error en las mordazas es aproximadamente tres veces mayor que en el rodillo. Debido a esto, se recomienda que a futuro la empresa realice un análisis con mayor profundidad en las mordazas de las emparadoras individuales para puntualizar la causa de estas

diferencias y corregirlo de ser posible. Por último, en la Figura 5.4 se pueden observar las gráficas para verificación de los supuestos del modelo obtenidas mediante el software Minitab.

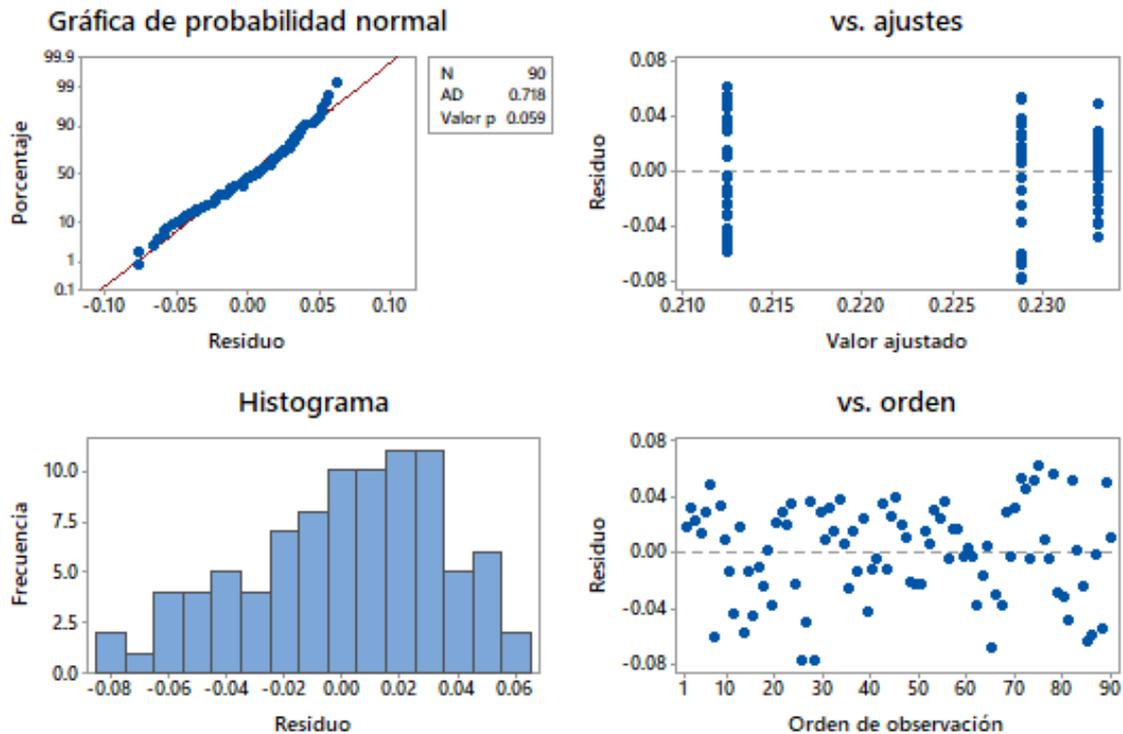


Figura 5.4. Verificación de supuestos del modelo peso de productos - sello de rodillo.

Normalidad

En la gráfica de probabilidad normal se puede observar que el valor p (0.059) es mayor que el nivel de significancia, 0.05, por lo que se concluye que los datos tienen una distribución normal. En el histograma se observa que los residuos no están centrados en 0, se distribuyen con una cola al lado izquierdo. Debido a que el número de muestra es grande, se descarta que el comportamiento del gráfico de frecuencias se deba a una mala distribución en las barras. Dicho esto, es posible que el proceso no se encuentre centrado por algún ajuste de máquina o inconsistencia en el flexible.

Varianza Constante

En este caso, se observa en la gráfica que uno de los niveles presenta una varianza ligeramente menor que los demás por lo que se realizó la prueba de Bartlett. Se

obtuvo 0.011 lo cual corrobora que existe una diferencia estadística entre las varianzas de los tratamientos ya que el valor obtenido es menor al nivel de significancia (0.05), en la Figura 5.5. se determina que el factor B es el que genera la desviación significativa. Anteriormente, se mencionó que el comportamiento de este factor es inesperado en cuanto a la media, al evaluar la varianza del factor se concluye que existe alguna fuente externa que perjudicó los resultados. En este caso y agrupando este hallazgo con la inconsistencia en el gráfico de medias, se puede atribuir al estado de los rodillos y el ajuste de presión en los mismos en las corridas. Cabe recalcar que esta no es una variable controlable en el proceso ya que se ajusta únicamente de forma mecánica.

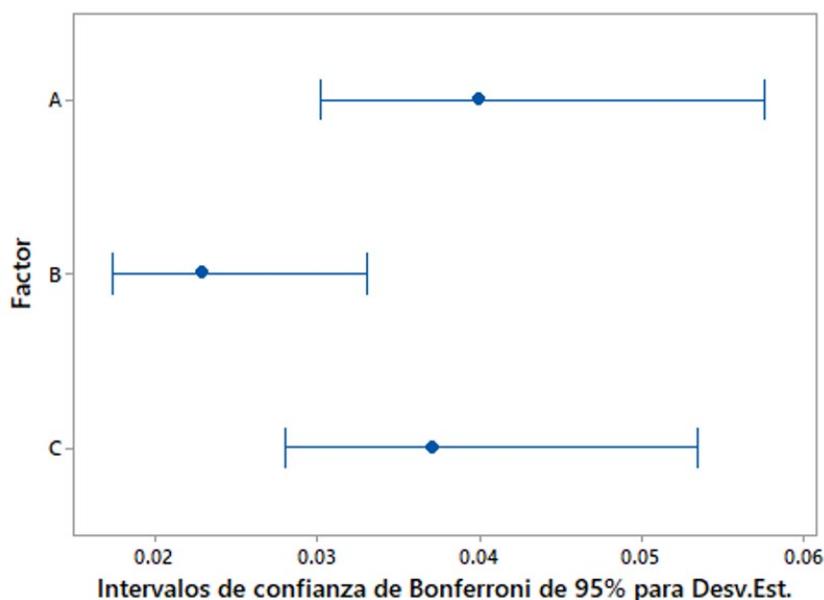


Figura 5.5. Gráfico de igualdad de varianzas - sello de rodillo.

A pesar de esto, según Gutiérrez (2008), si no se cumple este supuesto se deben analizar las implicaciones para las conclusiones y validez del estudio previo a tomar la decisión de realizar otro estudio nuevo. En este caso en particular, el análisis de varianza se hizo con el objetivo de evaluar el comportamiento de la fuerza de sello asociado a las variaciones en el peso del producto más no se utilizó para seleccionar un tratamiento como la mejor elección respecto a los demás. Por otra parte, no hay forma de correlacionar el peso del producto con el resultado obtenido en este factor por lo que se comprueba que esto está asociado a un factor externo. Por esta razón

se concluye que la calidad de los resultados no se ve afectada y no se realizará otro análisis adicional. Por lo contrario, este hallazgo es parte de las condiciones actuales de los equipos de la compañía y es valioso comprenderlas y asociarlas a las fuentes de ruido que conviven en el proceso.

Independencia

En el gráfico inferior derecho se observa que los datos se encuentran posicionados de manera aleatoria respecto al eje x. No se ve una tendencia cíclica, a disminuir o aumentar en las corridas por lo que se cumple este supuesto.

5.2. Tolerancia de proceso

5.2.1. Muestreo

Se realizó un muestreo probabilístico de empaques primarios poliméricos flexibles para obtener estadísticos que permitan inferir sobre el estado del proceso de fuerza de sello en equipos horizontales de empaques primarios de la compañía. Para esto, se planteó un muestreo sistemático ya que permite, de forma ordenada, tomar producto en intervalos de tiempo establecidos. A su vez, se planteó estratificado ya que no se tiene suficiente evidencia estadística para afirmar que los estratos (empacadoras) sean iguales entre sí. En el Cuadro 5.4 se expone la forma en la cual las empacadoras están distribuidas por línea de producción, además, se muestra la contribución porcentual al muestreo de cada equipo. La diferencia entre empacadoras radica en la velocidad de producción de cada una y el número de muestra es proporcional a la velocidad en paquetes por minuto en cada una.

Cuadro 5.4. Empacadoras de empaques primarios utilizadas para muestreo.

Línea	Empacadora	Contribución, %
1	S1	4.9
	S2	4.9
	S3	4.9
	S4	4.9
2	P1	5.7
	P2	5.7
	P3	6.2

Cuadro 5.4. (Continuación) Empacadoras de empaques primarios para muestreo.

Línea	Empacadora	Contribución, %
3	S6	4.4
	S7	4.4
	S8	4.4
	S9	4.4
4	C1	4.6
	C2	4.6
5	B1	6.2
	B2	6.2
	B3	6.2
	FJ	6.2
6	CV1	3.8
	CV2	3.8
7	MC1	3.4

La toma de muestras se hizo en un plazo de 7 días debido a que el departamento de planeación de la empresa establece el plan de producción detallado por referencia, turno y línea únicamente de manera semanal. Para seleccionar el tiempo o turnos que se debe muestrear en cada estrato, se definió que no era posible realizarlo de manera constante en todos los turnos ya que por aspectos de mantenimiento, demanda, mix de producción, material de empaque, disponibilidad de personal y paros programados, no todas las máquinas corren la totalidad del tiempo. Dicho esto, se definió la cantidad de turnos mínimos que todas las empacadoras corren dentro de la semana con material bicapa metalizado, se determinó que de esta forma se podrían utilizar 6 turnos. A pesar de esto, se empleó un factor de seguridad de 1 turno ya que el plan de producción no es estático, por lo contrario, es dinámico y se adapta a las distintas situaciones, por esta razón, se usaron 5 turnos por máquina distribuidos según el plan de producción. Cabe recalcar que se aseguró que todas las selladoras se muestreara al menos una vez en cada uno de los tres horarios de trabajo para evitar verse influenciado por alguna condición sistemática como el operador o diferencias de temperatura en la noche o primeras horas del día. Por otra parte, al extender el muestreo por varios días, productos y turnos también se asegura correr con los diversos proveedores de material de empaque.

Debido a que la población de interés es masiva y continua, se puede suponer que esta es infinita (Gutiérrez, 2008), por esta razón, se empleó la siguiente ecuación para calcular el número de muestra:

$$n = \frac{z_{\alpha}^2 \cdot p \cdot (1 - p)}{i^2} \quad (23)$$

Donde

z = Valor de z crítico distribución normal asociado al nivel de confianza, *adim.*

p = Prevalencia esperada del parámetro a evaluar, *adim.*

i = Nivel de precisión absoluta, *adim.*

Para definir el número de muestra, se utilizó un nivel de confianza del 95 % ya que con la empresa se llegó al acuerdo de que este es un valor razonable para el estudio; esto representa un Z de 1.96. Por otra parte, con el fin de maximizar el valor se decidió utilizar una prevalencia esperada de 0.5. Por último, debido a que no se cuenta con un nivel de precisión absoluta para el proceso, se iteró para determinar el tamaño muestral variando el valor de error permisible, en el Cuadro 5.5. se pueden observar los tamaños de muestra con diferentes valores de error permisible. Según [Äüöú \(2003\)](#) si se desea realizar muestreos para obtener parámetros de proceso, un tamaño mayor a 150 es adecuado. Con esto, realizando un balance entre un número de muestra adecuado y lo viable en tiempo y económico se determinó que se usará un error permisible de 7 % para obtener un número de muestra de 196 en cada tipo de sello por lo que en total se deben de extraer de proceso al menos 392 muestras.

Cuadro 5.5. Iteración nivel de precisión para definición de número de muestra.

Nivel de precisión abs., i	Tamaño de muestra, n
0.2	24
0.15	43
0.1	96
0.09	119
0.08	150
0.07	196
0.06	267
0.05	384

5.2.2. Diseño de tolerancia

Una vez obtenidas las muestras que representan el proceso, se obtuvo la especificación que permita clasificar el estado de un sello en la compañía. Para obtener esto, se determinaron los límites de tolerancia mediante límites reales del proceso y no con un valor teórico de fuerza de sellado debido a diversas razones que se exponen a continuación:

- Actualmente la compañía no cuenta con empacadoras que tengan un sistema que permita cuantificar y ajustar la presión de los elementos térmicos que generan el sello como rodillos o mordazas. Por esta razón se espera una variabilidad mayor a lo deseado ya que los estratos pueden tener ajustes distintos entre sí.
- Se busca conciliar entre limitantes propias del proceso y la necesidad funcional del producto. En este caso, se desea que el producto llegue con sus características sensoriales adecuadas al cliente sin generar rechazos indebidos en el proceso (Äüôú, 2003).

Dicho esto, se utilizaron los datos de fuerza de sello del muestreo expuesto en la sección anterior para obtener los límites naturales o reales del proceso mediante la siguiente expresión:

$$X \pm K_{\gamma,\alpha} \cdot S \quad (24)$$

Donde

X : Media muestral, $\frac{N}{mm}$.

α : Nivel de confianza, adim.

K : Constante para límites normales de tolerancia bilateral, adim.

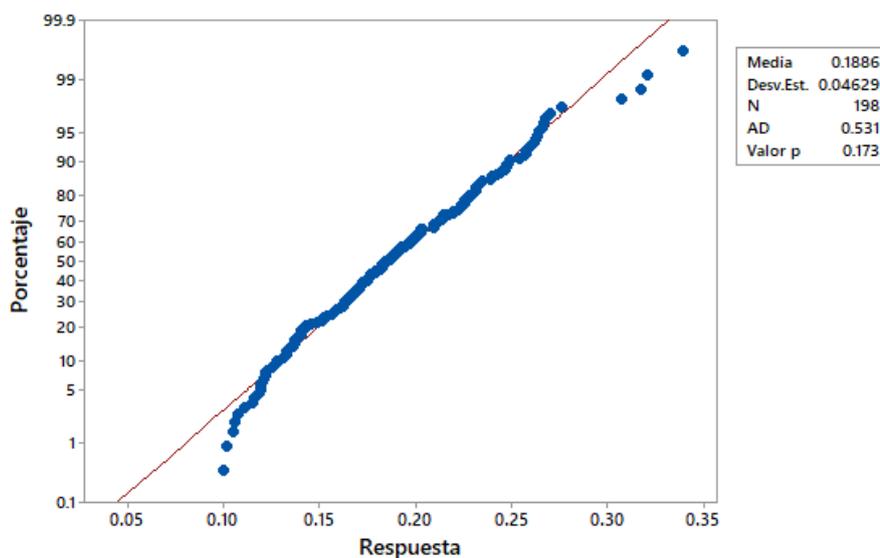
Sello de mordaza

Empleando los datos que se muestran en el Cuadro 5.6. y la ecuación 24 previamente mencionada se obtuvo una especificación de tolerancia de (0.1886 ± 0.0993) N/mm para el sello de mordazas. La constante empleada en este caso está asociada a un número de muestra de 198 empaques y un nivel de confianza del 95 %.

Cuadro 5.6. Parámetros para cálculo de tolerancia - sello de mordaza.

Media muestral, $M/$ (N/mm)	Tamaño de muestra, n	Constante, $K/$ (adim)	Desviación estándar, $S/$ (N/mm)
0.1886	198	2.145	0.0463

Por otra parte, con el fin de comparar los resultados obtenidos experimentalmente con datos teóricos se realizó una investigación bibliográfica exhaustiva de especificaciones adecuadas de fuerza de sello para empaques de alimentos secos, sin embargo, no fue posible encontrar estos datos ya que varía significativamente entre matrices poliméricas utilizadas y las características propias del producto. A pesar de esto, se destaca como punto de comparación la norma UNE- EN 868 (2019) en aplicaciones médicas una fuerza igual o superior a 0.1 N/mm es adecuada. Debido a esto, se considera que contar con una especificación mínima de 0.0894 N/mm en mordazas es adecuada para la aplicación en estudio ya que no representa la criticidad de dispositivos médicos esterilizados. Seguidamente, se realizó la verificación de la normalidad de los datos obtenidos en el muestreo mediante Minitab, se muestra en la Figura 5.6.

**Figura 5.6.** Gráfica de probabilidad para normalidad - mordaza.

Como se puede observar, los datos cumplen el supuesto de normalidad ya que su valor p (0.173) es mayor al nivel de significancia propuesto (0.05). A pesar de esto, se observa que los datos tienen dos colas que se alejan del ajuste lineal deseado, sin embargo, está dentro de lo aceptado por el modelo.

Sello de rodillo

En el caso del sello longitudinal, inicialmente se obtuvo una especificación de (0.1904 ± 0.1287) N/mm tomando la totalidad de empaques del muestreo. Sin embargo, en el proceso de pruebas se detectó que una porción de las muestras, 3 % presentaba el sello débil desde antes de realizar la medición ya que se veía una marca muy tenue de las estrías del rodillo. Posterior a este hallazgo, se realizó un estudio para analizar si estos empaques cumplen o no mediante el criterio experto de calidad. Para esto, se le entregaron los empaques al experto y se le solicitó que clasificara los sellos, con la respuesta de él, se detectó que el 1.5 % sí se clasifican como débiles. Con esto, se descartaron estas muestras y se recalcularon los límites con el número de muestra nuevo, 196, para obtener una nueva especificación de (0.1927 ± 0.1229) N/mm. El detalle de los datos utilizados para el cálculo se exponen en el Cuadro 5.7.

Cuadro 5.7. Parámetros para cálculo de tolerancia - sello de rodillo.

Media muestral, $M/$ (N/mm)	Tamaño de muestra, n	Constante, $K/$ (adim)	Desviación estándar, $S/$ (N/mm)
0.1904	198	2.145	0.0600
0.1927	195	2.1475	0.0572

En este caso, se destaca que la depuración de los datos indica que a nivel de rodillo hay un control menor que con los de mordazas por lo que se recomienda poner detalle a este tipo de sellos a la hora de las revisiones para determinar si es necesario mejorar los intervalos de mantenimiento o ajustes. En caso de hacer esto, se recomienda volver a realizar un muestreo para reestablecer la tolerancia de los rodillos y en lo posible, reducir el amplio intervalo con el que se cuenta actualmente. Seguidamente, se realizó la verificación de la normalidad de los datos obtenidos en el muestreo mediante Minitab, se muestra en la Figura 5.7.

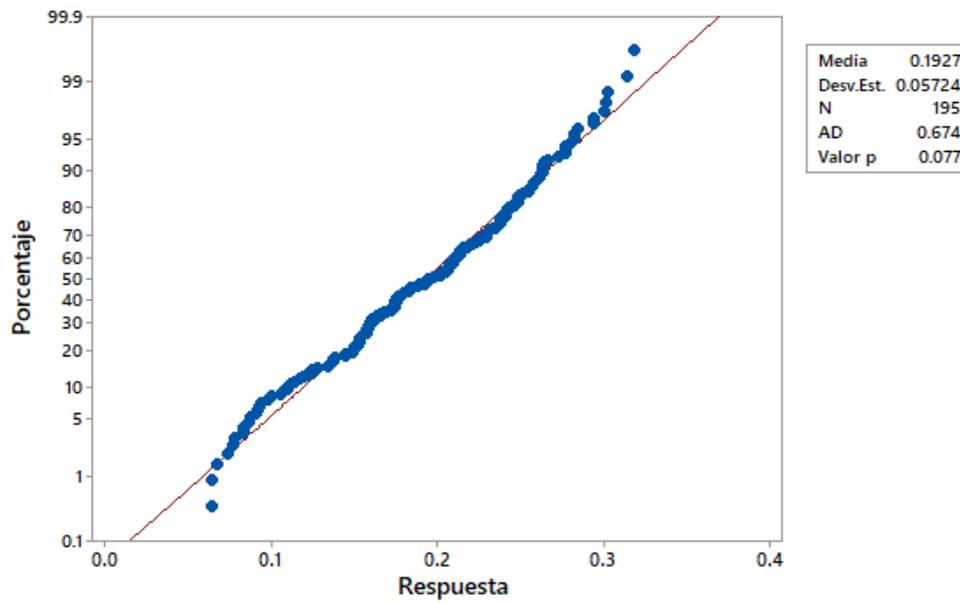


Figura 5.7. Gráfica de probabilidad para normalidad - rodillo.

Como se puede observar, los datos cumplen el supuesto de normalidad ya que su valor p (0.077) es mayor al nivel de significancia propuesto (0.05). A pesar de esto, se observa que los datos tienen dos colas que se alejan del ajuste lineal deseado, sin embargo, está dentro de lo aceptado por el modelo.

CAPÍTULO 6: ANÁLISIS DEL SISTEMA DE MEDICIÓN

Anteriormente se ha mencionado que la prueba de fuerza de sello es completamente nueva para la empresa, debido a esto, es relevante evaluar la calidad del sistema de medición. Se planteó efectuar un estudio de Repetibilidad y Reproducibilidad el cual permite cuantificar de manera experimental el componente de la variabilidad atribuida al error de la medición y compararlo con la variabilidad del producto (Äüóú, 2003). En la Ecuación 25 se muestran las fuentes de error que se detectan y cuantifican mediante el R & R.

$$\sigma_{total}^2 = \sigma_{partes}^2 + \sigma_{instrumento}^2 + \sigma_{operador}^2 \quad (25)$$

Donde

σ_{total}^2 : Varianza total del sistema, $\frac{N}{mm}$.

σ_{partes}^2 : Varianza entre las diversas partes, $\frac{N}{mm}$.

$\sigma_{instrumento}^2$: Varianza debido al instrumento de medición, $\frac{N}{mm}$.

$\sigma_{operador}^2$: Varianza debido al operador, $\frac{N}{mm}$.

Para realizar el estudio mediante la herramienta de calidad de Minitab, se utilizaron los datos recolectados para la evaluación de la precisión en la verificación del método (véase sección 4.2.2) y la especificación de tolerancia obtenida en el capítulo anterior.

6.1. Estudio R & R en ensayos destructivos

Anteriormente se mencionó que por la naturaleza del ensayo, destructivo, no se puede medir más de una vez la misma probeta de material. En este caso, Gutiérrez (2008), presenta diversas opciones para poder realizar el estudio de Repetibilidad y Reproducibilidad en ensayos con estas características:

- Si el tamaño de la pieza o elemento a medir lo permite, es posible dividirla en las porciones necesarias para contar con las repeticiones requeridas para todos

los operadores.

- Realizar un estudio R & R corto ya que en este tipo de análisis no se separa la variación de repetibilidad de la reproducibilidad, debido a esto, se requieren menos muestras de cada pieza para el estudio.
- Asegurar que las piezas que se utilizan sean lo más homogéneas posibles. En este caso, por los resultados obtenidos en la evaluación de la repetibilidad en la verificación del método (véase sección 4.2.2), se consideró que disminuir la velocidad del equipo aproximadamente a 1/8 de lo que se trabaja usualmente, es adecuado para que los sellos de los empaques sean homogéneos.

6.2. Análisis de Varianza

Se utilizó el método de ANOVA para medir las fuentes de variabilidad del ensayo ya que según [Äüôú \(2003\)](#) es la forma más efectiva de realizar este análisis porque no presupone una inexistencia de interacción operador x pieza como si lo hace los análisis de medias y rangos.

En el Cuadro 6.1. se muestran los resultados obtenidos en el ANOVA contemplando que hay interacción pieza x operador. Se puede observar que el valor p obtenido en la interacción, 0.768, es mayor que el nivel de significancia del estudio, 0.05, debido a esto, se concluye que esta interacción no contribuye de manera significativa al error de la medición de fuerza de sello.

Cuadro 6.1. Análisis de Varianza estudio R & R con interacción.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Partes	9	0.0661	0.0073	99.3646	0.000
Operadores	2	0.0002	0.0000986	1.3342	0.288
Partes* Operadores	18	0.0013	0.0000739	0.7170	0.768
Repetibilidad	30	0.0031	0.0001		
Total	59	0.0707			

Posterior a esta respuesta, se procedió a evaluar el proceso sin contemplar la

interacción (pieza x operador), en el Cuadro 6.2. se muestra el análisis. Mediante esto se reafirma el resultado obtenido para la verificación del método de que el factor operador no representa una influencia estadísticamente significativa en el estudio. De lo contrario, también se obtuvo el resultado esperado en las partes en donde estos sí representan una diferencia significativa ya que el valor p obtenido es menor al nivel de significancia.

Cuadro 6.2. Análisis de Varianza estudio R & R sin interacción.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Partes	9	0.0661	0.0073	79.7021	0.000
Operadores	2	0.0002	0.0000986	1.0702	0.351
Repetibilidad	48	0.0044	0.00009		
Total	59	0.0707			

Para complementar lo mencionado anteriormente, en el gráfico de respuesta de la Figura 6.1. se determina visualmente que los rangos de los tres operadores traslapan entre sí lo cual indica que ellos no representan una diferencia significativa estadísticamente para la medición. A pesar de esto, se detecta que conforme se aumenta la expertiz en el ensayo, se obtienen resultados ligeramente mayores y rangos más estrechos. Esta brecha se intentará cerrar o acortar mediante la capacitación de todos los facilitadores tomando en cuenta y poniendo principal énfasis a los factores significativos que brindó el estudio de robustez en la verificación del método.

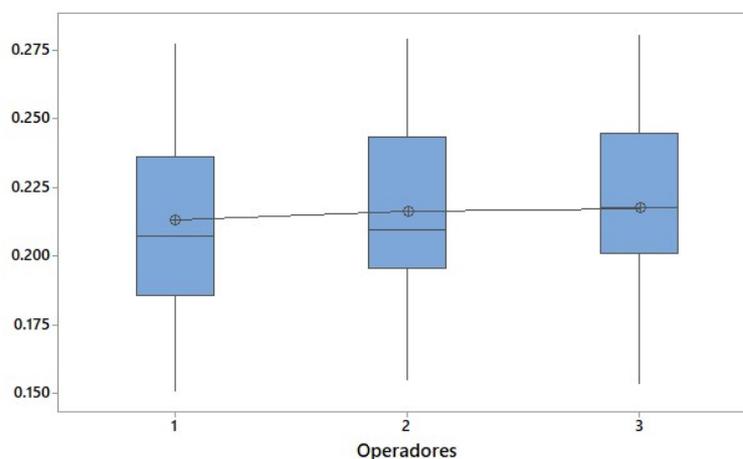


Figura 6.1. Respuesta por operador R & R.

Seguidamente, en la gráfica de interacción parte/operador de la Figura 6.2 derecha se observa que la respuesta de todos los experimentadores es similar en la mayoría de piezas, lo cual reafirma el comportamiento que se presentó en la Sección 3.2.2 (precisión intermedia). El único punto por destacar es la combinación operador 1-pieza 5 en donde se observa una diferencia importante entre el operador con menos experiencia respecto a la medición de los otros dos operadores. En este momento no es posible detectar con certeza la fuente de error, sin embargo, mediante el gráfico de partes de la Figura 6.2 izquierda, se determina que la otra repetición que realizó el mismo operador se encuentra más cercana a la línea de tendencia por lo que esta diferencia se atribuye mayormente a una falta de consistencia a la hora de colocar las muestras o en su acondicionamiento.

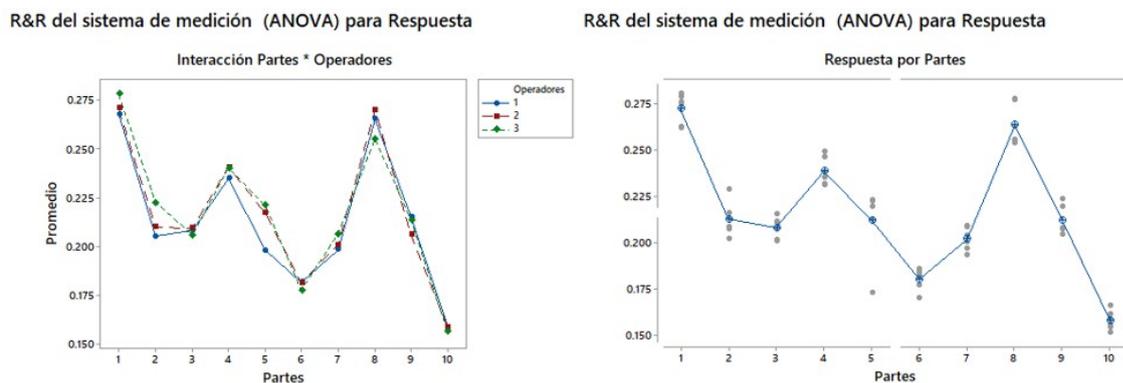


Figura 6.2. Respuesta interacción parte/operador R & R (derecha), Respuesta por partes R & R (izquierda).

6.3. Componentes de la variación del sistema

La variación de cada componente en el sistema de medición se visualiza mediante el gráfico de barras de la Figura 6.3. Primeramente se destaca que la variación entre las distintas partes estudiadas representa una contribución mucho mayor (92.89 %) que la asociada al propio sistema de medición (7.11 %); esto es lo más adecuado ya que indica que este es capaz de distinguir de forma adecuada entre las diferentes piezas. Al ser el porcentaje menor a 10 %, se considera que el nivel es aceptable más no excelente ya que para esto debería ser menor al 1 % (Äüôú, 2003).

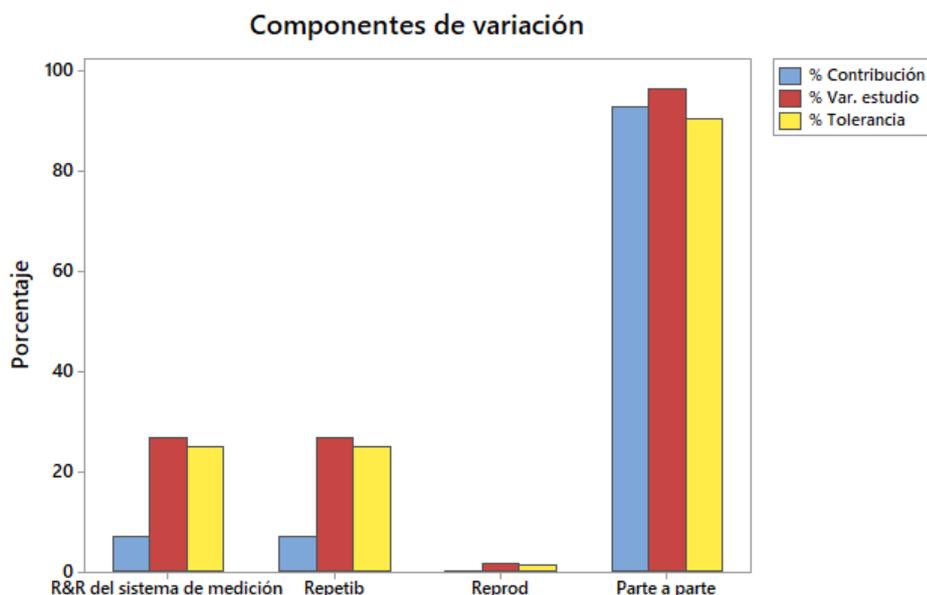


Figura 6.3. Gráfica de componentes de variación R & R.

6.3.1. Precisión/tolerancia

Mediante este índice se determina si el equipo (en este caso el texturómetro) es adecuado para discriminar empaques buenos y malos, se obtiene mediante la siguiente expresión:

$$P/T = \frac{EM}{ES - EI} \cdot 100 \% \quad (26)$$

Donde

EM : Variación del estudio R & R, $\frac{N}{mm}$.

ES : Límite superior de tolerancia, $\frac{N}{mm}$.

EI : Límite inferior de tolerancia, $\frac{N}{mm}$.

Para el caso en estudio, el error de medición abarca el 24.96 % de la tolerancia. La interpretación de este valor varía ligeramente según la fuente ya que algunos de ellos como [Äüôú \(2003\)](#) consideran que si obtiene un valor entre 20 % y 30 % el sistema es marginalmente aceptable por lo que se requiere hacer mejoras para poder utilizarlo. Sin embargo, otras fuentes como [Theodore \(2010\)](#), [MINITAB \(2021\)](#) consideran que entre 10 % y 30 % el sistema es aceptado dependiendo de la aplicación, costo del equipo, dinero y tiempo requerido para mejorarlo.

Para el caso en estudio, se considera que por ser un ensayo nuevo y que su uso se implementará de forma escalonada, el sistema de medición puede utilizarse de la forma en la que se encuentra. Conforme se adaptan los controles al uso de este ensayo, se recomienda valorar a lo interno de la compañía si es viable realizar la inversión en tiempo y recurso para mejorarlo. Dentro de las opciones para lograr esto se destaca el estrechamiento de los límites de tolerancia mediante instalación de sensores de presión en las mordazas para poder controlar las tres variables críticas (presión, temperatura y tiempo de residencia), aumentar frecuencia de mantenimientos preventivos lo cual genera un aumento en el costo y/o mejorar los controles de ingreso material de empaque para asegurar una homogeneidad de los mismos entre lotes y proveedores.

Por último, es importante destacar que, a pesar de que el sistema se considera apto para su uso inicial, se sugiere monitorearlo en un lapso menor al año desde su implementación ya que al estar cerca del límite superior, puede sobrepasarlo y en ese caso no sería aceptado.

6.3.2. Precisión/variación total

Seguidamente, este índice cobra relevancia cuando el fin del sistema es el control de proceso o mejoras (Äüöü, 2003), se obtiene mediante la siguiente expresión:

$$EM/VarTot = \frac{\sigma_{instrumento}}{\sigma_{total} - \sigma_{instrumento}} \cdot 100 \% \quad (27)$$

En este caso, el 26.66 % de la variación total observada se debe al error de medición por lo que al igual que en el caso anterior, el índice se toma como aceptable. En este caso, se podría mejorar la respuesta mediante las recomendaciones dadas para el índice precisión/tolerancia ya que al tener un control de todas las variables en el equipo, es posible controlar y disminuir la variabilidad entre las partes. Asimismo, esto traería beneficios en la repetibilidad ya que sería posible determinar si se están obteniendo muestras bajo exactamente las mismas condiciones.

6.3.3. Número de categorías distinguibles

Por último, el número de categorías distinguibles es la cantidad de grupos de datos que el sistema de medición es capaz de detectar como distintos lo cual es un fiel indicador de la resolución del equipo. A continuación se muestra la expresión matemática para obtenerlo:

$$n_c = \frac{\sigma_{parte}}{\sigma_{R\&R}} \cdot \sqrt{2} \quad (28)$$

Donde

$\sigma_{R\&R}$: Desviación estándar R & R, $\frac{N}{mm}$.

Para el sistema de medición en cuestión, se obtuvieron 5 categorías distinguibles lo cual indica que el equipo tiene una resolución adecuada ya que según [Äüôú \(2003\)](#), un sistema con un valor mayor a 4 es correcto para su uso.

6.4. Cartas \bar{X} y R

En la Figura 6.4. se muestra en la parte superior la carta de rangos en la cual es posible detectar variaciones relacionadas con repetibilidad. Dicho esto, el gráfico demuestra que la amplitud de la dispersión en las repeticiones por operador/pieza es baja en la mayoría de los casos; en otras palabras, cada operador reporta datos similares en las repeticiones ensayadas de cada pieza en estudio. A pesar de esto, es relevante destacar el comportamiento del operador 1 (menor expertiz en el ensayo) en el cual dos piezas, 5 y 8, presentan una dispersión elevada comparada con los demás eventos. En el primer caso mencionado, se excede el límite de control superior lo cual alerta que en este caso existió una inconsistencia importante entre repeticiones. A pesar de que no es posible detectar con total confianza la causa de esto, se destacan dos situaciones posibles:

- Inconsistencia en el acondicionamiento o colocación de la pieza en las mordazas debido a falta de experiencia en el ensayo.
- Contaminación en la zona del sello desde proceso; esto se puede dar ya que

al ser el ensayo destructivo realmente el estado de una muestra y otra puede variar ligeramente.

Mediante esto y observando que estas desviaciones solo se dan en el primer operador, se le da mayor peso a la primera causa propuesta lo cual indica que la capacitación y entrenamiento de los facilitadores en el ensayo realmente son relevantes para obtener resultados deseados.

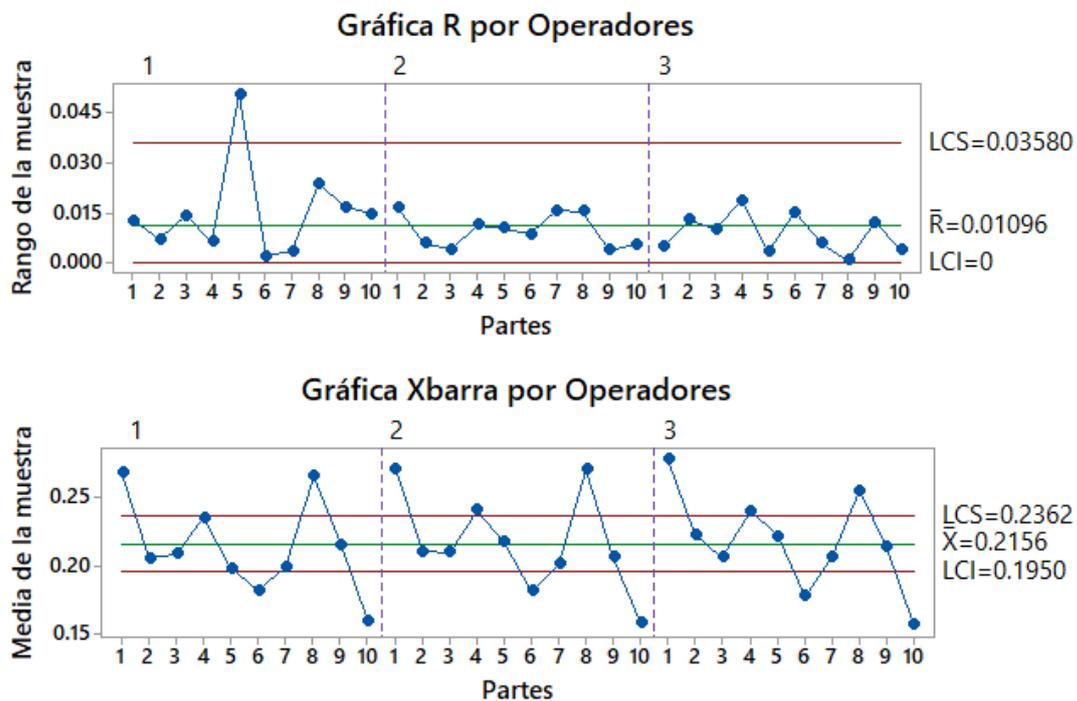


Figura 6.4. Carta de control de medias y rangos para estudio R & R.

Por otra parte, en la carta de medias se representan las variaciones por reproducibilidad, en ella se puede detallar que las tendencias en las medias de los subgrupos son similares entre sí; esto significa que a nivel de medias no se detectan diferencias entre los distintos operadores. Por otra parte, se destaca una gran cantidad de puntos que exceden los límites de control lo cual indica que el sistema es capaz de detectar piezas diferentes y es un indicador de que el equipo cuenta con una precisión adecuado.

Por último, es importante mencionar que la evaluación de Repetibilidad & Reproducibilidad realizada es una fotografía del sistema de medición en un momento

dado, sin embargo, para que se pueda sacar provecho de los resultados que puede dar este tipo de estudios, se deben realizar y comparar de manera periódica. Por otra parte, dependiendo el uso que se le de a este ensayo en la compañía, se recomienda realizar un balance para determinar si es posible hacer estudios de este tipo o si es preferible enfatizar únicamente en pruebas de estabilidad como herramienta de alertas tempranas en el proceso y definir intervalos de calibración con una mayor precisión.

CAPÍTULO 7: PROCEDIMIENTOS, INFOGRAFÍAS Y CAPACITACIÓN

Al finalizar el desarrollo técnico de la metodología, se consolidaron los instructivos de operación de cada uno de los equipos y ensayos desarrollados en este proyecto. Adicional a esto, se crearon los formatos oficiales para el reporte de datos. Con apoyo de este material, se capacitó al personal del departamento de calidad; a continuación se detalla cada uno de estos puntos mencionados.

7.1. Instructivos de operación estándar

Actualmente la compañía cuenta con un formato específico para los procedimientos por lo que se utilizó el machote para desarrollar ambos instructivos en conjunto con el comité de estandarización de la empresa. En el apéndice C se muestran los pasos macro de cada uno de ellos. Cabe destacar que los instructivos no se muestran de manera completa debido a confidencialidad de la empresa.

7.2. Hojas de verificación

Las hoja de verificación son formatos contruidos con el objetivo de reportar, consolidar y guardar datos para su análisis o estudio (Äüôú, 2003). En esta práctica se construyeron los registros oficiales que utilizarán los colaboradores para reportar los datos de cada uno de los ensayos. Los documentos elaborados fueron previamente revisados y aprobados por el departamento de formación, calidad y procesos y materiales de la compañía. A continuación se detallan las secciones de cada hojas de verificación para cada ensayo desarrollado.

7.2.1. Fuerza de sello

Datos generales

En esta sección se detalla la fecha de elaboración del documento, descripción e identificación del equipo utilizado. Los últimos dos mencionados no son manipulables para todo usuario ya que el laboratorio actualmente cuenta únicamente con un

equipo. En caso de que se llegue a contar con otro instrumento, se recomienda que el administrador incorpore un desplegable para poder seleccionarlo.

Información del Producto

Seguidamente en esta sección, se solicita la información necesaria para poder identificar el producto y el material de la prueba. Para esto, en la hoja se establecieron espacios para: código del producto terminado, descripción y la unidad de empaque. Para evitar errores en el primer parámetro solicitado, el formato genera un aviso si el usuario intenta ingresar letras en el espacio establecido ya que los códigos están compuestos únicamente por números, en la Figura 7.1 se muestra lo que el experimentador vería en dicha situación.

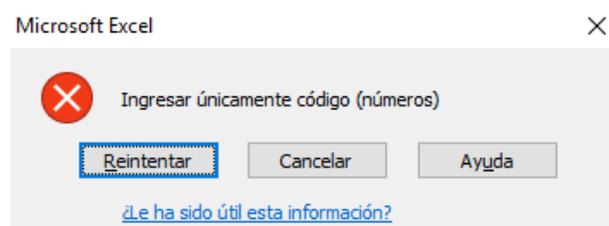


Figura 7.1. Error al introducir código SAP erróneo en hoja de verificación - fuerza de sello.

Adicional a esto, para la unidad de empaque, la herramienta cuenta con un desplegable (se muestra en la Figura 7.2) para seleccionar el tipo con el fin de estandarizar la nomenclatura utilizada.

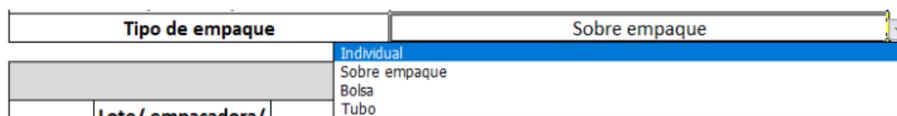


Figura 7.2. Desplegable tipo de empaque en hoja de verificación - fuerza de sello.

Resultados

En este apartado de resultados se debe identificar la muestra (lote, empaadora y hora), tipo de sello, fuerza de sello y un espacio para observaciones adicionales en caso del experimentador lo requiera. Cada hoja tiene capacidad para reportar 20

muestras, en caso de requerir un estudio de mayor cantidad de muestras, se debe continuar el reporte en otra hoja. En este caso, al igual que en la sección anterior, la columna "tipo de sello" cuenta con un desplegable para seleccionar entre mordaza o rodillo, con esto, la hoja es capaz de identificar el intervalo de tolerancia respectivo y marcar en color rojo los valores reportados fuera del mismo. El objetivo de esta función es evitar que el operador confunda los rangos con los que debe comparar el resultado obtenido.

En la Figura 7.3. se muestra un ejemplo en donde el valor de 0.2900 N/mm está dentro de rango si el sello es de rodillo, sin embargo, si es de mordaza, la celda se colorea ya que está fuera de especificación.

Muestra	Lote/ empacadora/ hora	Tipo de sello	Fuerza de sello (N/mm)	Observaciones
1		Longitudinal	0,29	
2		Mordaza	0,29	

Figura 7.3. Automatización de detección de rango de tolerancia en hoja de verificación - fuerza de sello.

Debido a la función previamente mencionada, el formato detiene la operación y presenta un aviso en la pantalla cuando el experimentador escribe el valor de fuerza sin seleccionar previamente el tipo de sello. En la Figura 7.4. se observa el error. Además de esto, la celda también cuenta con el formato condicional de números por lo que en caso de intentar ingresar un dato con otro formato, aparecerá el mismo aviso.

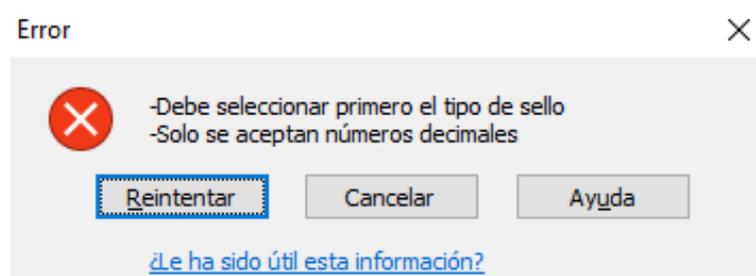


Figura 7.4. Error al no seleccionar el tipo de sello en hoja de verificación - fuerza de sello.

Aprobación

Por último, en este apartado se especifica la fecha de aprobación y nombre del facilitador que realizó las mediciones.

7.2.2. Hermeticidad

Para la hoja de verificación del ensayo de detección de fugas la única sección que difiere respecto a lo mencionado anteriormente es el apartado de resultados ya que el resto de información es de relevancia en ambos ensayos.

Resultados

En esta sección la herramienta cuenta con la identificación de la muestra (lote, empacadora y hora), criterio de hermeticidad y un espacio para observaciones adicionales en caso de que el experimentador lo requiera. En este caso para estandarizar la nomenclatura del criterio del experimentador, se colocó un desplegable como se muestra en la Figura 7.5.

Muestra	Lote/ empacadora/ hora	Criterio Hermeticidad	Observaciones
1		<input type="text"/>	
2		PASA NO PASA	
3			

Figura 7.5. Desplegable resultado de prueba - hermeticidad.

7.3. Capacitación

Se realizó la capacitaciones para la totalidad de los facilitadores de calidad ya que ellos serán los encargados de realizar las pruebas en el proceso. En total se formó a 12 personas distribuidas de la siguiente manera:

- Diurna: Personal de turno 1, 2 y horario central (10 personas).
- Nocturna: Personal de turno 3 (2 personas).

La estructura de la capacitación se construyó con apoyo del departamento de formación y desarrollo de la empresa; se plantearon tres bloques:

1. Formación teórica: Se invirtieron 25 minutos realizando una exposición oral con apoyo de una presentación PowerPoint en donde se expuso: contexto, definición, importancia, objetivo, uso del equipo (general) y el resultado que se espera obtener en el ensayo.
2. Formación práctica: Se invirtieron 40 minutos realizando ambos ensayos siguiendo los procedimientos operativos estándar (POE) desarrollados para cada uno de los ensayos. El objetivo de hacerlo de esta forma fue evacuar dudas y corregir algunas prácticas de los colaboradores en el proceso de formación.
3. Evaluación: Mediante un cuestionario se realizó una evaluación a los colaboradores para corroborar la comprensión y entendimiento de detalles de gran relevancia de cada uno de los ensayos como lo son: medidas de seguridad y unidades de medición de los ensayos.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

8.1. Conclusiones

- La prueba de fuerza de sello se clasifica como ensayo normalizado modificado ya que se realizó un ajuste en la pieza con la cual se realiza el acondicionamiento del flexible.
- La repetibilidad y reproducibilidad del ensayo de fuerza de sello es adecuada ya que es 11 % y 50 % menor que el máximo permitido por el estándar respectivamente.
- La posición de la probeta de material en las mordazas del texturómetro representa una diferencia estadística en los resultados; se colocaron marcas en el equipo para que el material se posicione en el centro del aditamento independientemente del operador.
- En el ensayo de fuerza de sello no se detectó una diferencia estadística significativa al utilizar un tiempo de acondicionamiento del sello de 40 h y 1 h; por esto, se empleará 1 h para que el ensayo sea útil en proceso y permita tomar decisiones rápidas.
- No existe diferencia estadística en el resultado de fuerza de sello de mordazas ni rodillo de empaques poliméricos flexibles entre 27 g y 80 g, debido a esto, se posible contar con un único rango de tolerancia para cada tipo de sello sin importar el peso del producto en análisis.
- La tolerancia para la fuerza de sello de rodillo y mordazas de los empaques poliméricos de la compañía es (0.1927 ± 0.1229) N/mm y (0.1886 ± 0.0993) N/mm respectivamente.
- La variabilidad en el sistema de medición del ensayo de fuerza de sello está mayoritariamente influenciada por las partes (92.89 %) respecto a la asociada al propio sistema de medición (7.11 %) por lo que se concluye que el sistema tiene un nivel aceptable para ser utilizado en la toma de decisiones de la compañía.

- El error de medición del ensayo de fuerza de sello abarca el 24.96 % de la tolerancia, lo cual es aceptable por ser un ensayo nuevo y se implementará de forma escalonada.
- La resolución del sistema de fuerza de sello es adecuada para su uso ya que tiene 5 categorías distinguibles.
- La presión seleccionada para realizar el ensayo de hermeticidad por emisión de burbujas bajo las condiciones especificadas es $(55 \text{ mbar} \pm 2) \text{ mbar}$.
- Los factores de lapso de renovación del fluido, temperatura del fluido y altura de inmersión de la muestra no representa una diferencia estadística significativa en el resultado de la prueba de hermeticidad por lo que no es necesario mantener los niveles fijos en un parámetro al realizar los ensayos.
- La frecuencia de limpieza del fluido de inmersión debe ser 3 días con la posibilidad de extenderlo a 4 por motivos de cargas de trabajo de los colaboradores.
- Debido a que un solo experimentador no puede observar con detalle todos los puntos de más de 3 muestras; se estableció este número como el máximo de muestras a ensayar a la misma vez en la cámara de hermeticidad.
- La sensibilidad del ensayo de detección de fugas por emisión de burbujas es regular ya que se obtuvo $67 \% \pm 12 \%$ con un nivel de confianza del 95 %.
- El ensayo de detección de fugas se clasifica como excelente en cuanto a especificidad, ya que se obtuvo $95 \% \pm 12 \%$ con un nivel de confianza del 95 %.
- La exactitud del ensayo de detección de fugas por medio de emisión de burbujas es buena ya que se obtuvo 81 %.

8.2. Recomendaciones

- Se recomienda incorporar un cortador de 15 mm de ancho para realizar el ensayo de fuerza de sello en empaques individuales de dimensiones reducidas ya que con el actual, se dificulta el corte.

- Se recomienda incorporar el cálculo de la estimación de incertidumbre en el procedimiento de calibración de equipos de la empresa.
- En caso de desear incorporar el ensayo para control de proceso en la planta, se recomienda consultar con el departamento técnico la ubicación adecuada de las cámaras por aspectos de robustez del método.
- Se recomienda incursionar y evaluar la adquisición de otro ensayo de detección de fugas con mayor sensibilidad para contar con una evaluación más precisa a nivel de laboratorio.
- En caso de que se deseen estrechar los límites de tolerancia, se recomienda incorporar sensores de presión en las mordazas y rodillos para tener control de las tres variables críticas del proceso de sellado en caliente: presión, temperatura y tiempo de residencia.
- Se recomienda evaluar otro tipo de ensayo de detección de fugas con una mayor precisión para utilizarlo a nivel de laboratorio o contar con una cámara que permita hacer un aumento de presión al finalizar el ensayo de vacío ya que esto mejora la precisión según ASTM.
- Conforme se establezca el flujo de uso del texturómetro se recomienda evaluar si es viable hacer estudios de Repetibilidad & Reproducibilidad de manera periódica o si es preferible enfatizar únicamente en pruebas de estabilidad como herramienta de alertas tempranas en el proceso y definir intervalos de calibración con una mayor precisión.

NOMENCLATURA

Griegas

α	Nivel de significancia	adim
Δm	Diferencial de masa	g
ΔP	Diferencial de presión	atm
μ	Incertidumbre típica	N
σ	Varianza	N/mm

Mayúsculas

A	Area	m ²
A'	Verdaderos positivos	adim
B'	Falsos positivos	adim
C	Concentración del gas o vapor de agua	mol/m ³
C'	Falsos negativos	adim
D	Coefficiente de difusión	m ² /s
D'	Verdaderos negativos	adim
F	Fuerza de sello	N/mm
H	Humedad	%
HR	Humedad relativa	%
J	Densidad de flux másico del permeante	mol/m ² · s
K	Constante para límites normales de tolerancia bilateral	adim
M	Media muestral	N/mm
N	Tamaño de muestra	adim

Q	Flujo de permeante película	g/s
S	Desviación estándar	N/mm
T	Temperatura	°C
TA	Tolerancia absoluta	g
TAR	Relación de Exactitudes	adim
U	Incertidumbre expandida	N/mm
X	Espesor de la película	m
Z	Altura	m

Minúsculas

e	Error	1
f	Fuerza	N
i	Nivel de precisión absoluta	adim
m	Masa	g
n	Consecutivo	1
p	Prevalencia esperada del parámetro	adim
t	Tiempo	s
x	Ancho de muestra	m
z	Z crítico de distribución normal	adim

Subíndices

Aj	Ajustada
f	Final
i	Inicial

p Patrón

R Reproducibilidad

r Repetibilidad

Otros

Pe Coeficiente de permeabilidad del material $g \cdot m/m^2 \cdot s \cdot atm$

Re Resolución g

BIBLIOGRAFÍA

- Ahindra, N. (2011). Food Package Engineering. En *Biosystems Engineering*, p. 480. Mc Graw Hill.
- ASTM (2005). Standard Practice for Cutting Film and Sheeting Test Specimens 1. *Annual Book of ASTM Standards*, i(April):5–7.
- ASTM (2006). Standard Test Method for Determination of Leaks in Flexible Packaging by Bubble. 02(February 2003):10–13.
- ASTM (2014). Standard Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting. *Annual Book of ASTM Standards*, i(April):1–12.
- ASTM (2014). Standard Practice for Conditioning and Testing Flexible Barrier Packaging 1. 11(Reapproved 2015):10–11.
- ASTM (2018). E515-11 Standard Test Method for Leaks Using Bubble Emission Techniques. 11(Reapproved 2018):2018–2021.
- ASTM International (2013). Standard Test Method for Seal Strength of Flexible Barrier Materials 1. *ASTM International*, (F88):1–11.
- Äüöú, (2003). *Control Estadístico de Calidad y Seis Sigma*. Número 1.
- Bergoglio, M. y Mari, D. (2012). Leak rate metrology for the society and industry. *Measurement: Journal of the International Measurement Confederation*, 45(10):2434–2440.
- Berk, Z. (2013). *Food Process Engineering and Technology: Second Edition*. Elsevier, 2nd edition edición.
- Bollen, K. A. (2014). Guía para la expresión de la Incertidumbre de Medida. *La, B., É Iso, N. (n.d.). Documentación de los procedimientos técnicos y organizacionales de un laboratorio de metrología de presión bajo la norma iso/iec 17025 1. Técnica, N. (2008). Iso-9001-2008-Icontec. (571). Primera. (2008). JCGM 101:2008 Evaluación*, 79(1):20–50.

- Comité Conjunto para las Guías en Metrología (2008). Evaluación de datos de medición: Guía para la Expresión de la Incertidumbre de Medida.
- Comité Conjunto para las Guías en Metrología (2012). International Vocabulary of Metrology - Basic and General Concepts and Associated Terms. p. 28.
- de Normalización, A. E. (2019). Materiales de envasado para productos sanitarios esterilizados en su fase final. 5.
- Driscoll, R. y Shafiu Rahman, M. (2007). Types of Packaging Materials Used for Foods. pp. 917–938.
- Dudbridge, M, editor = John Wiley Sons, u. . t. (2016). *Handbook of Seal Integrity in the Food Industry*.
- Engineering ToolBox (2003). Thermal Expansion - Linear Expansion Coefficients.
- Grip-Engineering (2021). Manual Dual Blade Sample Cutter - THS1232.
- Groover, Mikell, e. . P. (2007). *Fundamentos de Manufactura Moderna: materiales, procesos y sistemas*.
- Gutiérrez, H. (2008). *Análisis y diseño de experimentos*.
- Hermida, (2011). Capítulo 9: Polímeros. *Colección Materiales y materias primas.*, p. 70.
- Ibrahiem, Y. y Khalifa, M. (2016). Cronicon Effect of the Printing Remedies and Lamination Techniques on Barrier Properties "WVTR and OTR Value"for Polypropylene Film. *EC Nutrition*, 5:1089–1099.
- Illinois Institute of Technology (s.f). Inspection Method: Bubble air leak testing.
- ISO (2016). Packaging-vocabulary iso 21067-1:2016. Accesado el 1 de mayo de 2021.
- Jayan, H., Moses, J. A., y Anandharamakrishnan, C. (2018). Testing methods for packaging materials. *Bio-based Materials for Food Packaging: Green and Sustainable Advanced Packaging Materials*, pp. 57–79.

- Koelsck, C. (2019). Testing the Integrity of Package Seals. *Food Technology Magazine.*, p. 73.
- Lllanes, J. F. (2004). Envases flexibles plásticos: Uso y aplicación en la industria alimentaria.
- Manley, D. y Clark, H. (2011). Biscuit packaging and storage. *Manley's Technology of Biscuits, Crackers and Cookies: Fourth Edition*, pp. 547–563.
- MINITAB (2021). ¿es aceptable mi sistema de medición? Accesado el 30 de noviembre de 2021.
- Minitab (2022). ¿Qué es separación completa y separación casi completa?
- Morris, B. (2016). *The Science and Technology of Flexible Packaging: Multilayer Films from Resin and Process to End Use*. Elsevier Science & Technologu.
- OHA (2014). Política sobre la Validación de Métodos. pp. 1–23.
- Organismo Argentino de Acreditación (2008). Guía para validación de métodos de ensayo. pp. 6–8.
- Pita, S. y Pértegas, S. (2010). Pruebas diagnósticas: Snesebilidad y especificidad. *Fisterra*.
- Quintana Pincay, J. L. (2008). Análisis y Diseño de Empaques Flexibles Laminados para envasar alimentos. p. 93.
- Robertson, G. L. (2011). *Packaging materials for biscuits and their influence on shelf life*. Woodhead Publishing Limited, fourth edi edición.
- Robertson, G. L. (2012). Introduction to food packaging. En Group, T. . F., editor, *Food Packaging: Principles and Practice*, número 1113, pp. 3–12. Third edit edición.
- Romain, Jeantet; Croguennec, T. S. P. y Brule, G. (2016). *Packaging : Principles and Technology*. John Wiley Sons, Incorporated.

- Romani, S., Tappi, S., Balestra, F., Rodriguez Estrada, M. T., Siracusa, V., Rocculi, P., y Dalla Rosa, M. (2015). Effect of different new packaging materials on biscuit quality during accelerated storage. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 95(8):1736–1746.
- Schlick-hasper, E., Seidler, O., Goedecke, T., y Kraume, M. (2016). Helium Leak Testing of Dangerous Goods Packagings. (February):1–10.
- Serway, Raymond A Kirkpatrick, L. D. (2008). *Physics for Scientists and Engineers with Modern Physics*. Cengage Learning, 7 edi edición.
- Stable Micro Systems Ltd, u. . h. (2016). *Tensile Grips*.
- Theodore, A. (2010). *Introduction to Engineering Statistics and Lean Sigma*. Springer, 2 edition edición.
- Ward, Ian, e. . S. (1997). *Structure and Properties of Oriented Polymers*.
- Wiley, J. (2016). CHAPTER 9 Peelability and openability. En *Handbook of Seal Integrity in the Food Industry*. John Wiley & Sons.

APÉNDICES

A. Datos experimentales

Cuadro A.1. Datos para verificación de repetibilidad para el ensayo de fuerza

Muestra	Fuerza, (F)/ N/mm
1	0.2422
2	0.2414
3	0.2535
4	0.2536
5	0.2327
6	0.2331
7	0.2515
8	0.2300
9	0.2309
10	0.2441

Cuadro A.2. Datos para repetibilidad de ancho de empaque

Muestra	Ancho de troquel, $x/$ (mm)
1	26.09
2	26.06
3	26.06
4	26.07
5	26.06
6	26.06
7	26.15
8	26.17
9	26.21
10	26.19

Cuadro A.3. Datos para linealidad del texturómetro.

mpat, i	mi, 1	mi, 2	mi, 3	mi, 4	mi, 5	mi, 6
5	4.9	4.9	5	4.9	4.9	5
50	50	49.9	50	49.9	50	49.9
100	100	99.9	100.1	99.9	100	99.9
200	200	200	200	200	199.9	200
500	500	500	500	500.1	500	500
1000	1000	1000.1	1000.2	1000.1	1000	1000.1
2000	2000.2	2000.1	2000.2	2000.1	2000.2	2000.2
3000	3000.2	3000.2	3000.4	3000.4	3000.2	3000.3

Cuadro A.4. Respuestas factorial fraccionado fuerza de sello.

Orden muestra	Orden corrida	A	B	C	D	E	Fuerza, N/mm
18	1	+	-	-	-	-	0.1472
21	2	-	-	+	+	-	0.1570
2	3	+	-	-	-	-	0.1552
10	4	+	-	-	-	-	0.1664
13	5	-	-	+	+	-	0.1701
5	6	-	-	+	+	-	0.1656
9	7	-	-	-	+	+	0.1438
17	8	-	-	-	+	+	0.1674
14	9	+	-	+	-	+	0.1873
22	10	+	-	+	-	+	0.1523
1	11	-	-	-	+	+	0.1659
6	12	+	-	+	-	+	0.1566
24	13	+	+	+	+	+	0.2144
11	14	-	+	-	-	+	0.1894
8	15	+	+	+	+	+	0.2115
16	16	+	+	+	+	+	0.2095
3	17	-	+	-	-	+	0.1704
19	18	-	+	-	-	+	0.1942
20	19	+	+	-	+	-	0.1980
23	20	-	+	+	-	-	0.1882
15	21	-	+	+	-	-	0.1988
12	22	+	+	-	+	-	0.2178
7	23	-	+	+	-	-	0.2040
4	24	+	+	-	+	-	0.2051

Cuadro A.5. Diseño completamente al azar - sello de mordaza.

Producto peso A	Producto peso B	Producto peso C
0.1790	0.1156	0.1689
0.1807	0.1178	0.1791
0.1880	0.1639	0.1851
0.2018	0.1791	0.1859
0.2149	0.1806	0.1913
0.2205	0.1851	0.1935
0.2347	0.2091	0.1944
0.2488	0.2118	0.1959
0.2517	0.2388	0.1967
0.2592	0.2487	0.2004
0.2605	0.2533	0.2041
0.2714	0.2747	0.2102
0.2722	0.2781	0.2151
0.2831	0.2814	0.2245
0.2886	0.2934	0.2271
0.2898	0.2968	0.2271
0.2943	0.3032	0.2290
0.2955	0.3042	0.2325
0.2955	0.3047	0.2329
0.3013	0.3067	0.2351
0.3054	0.3068	0.2435
0.3130	0.3103	0.2531
0.3153	0.3204	0.2641
0.3170	0.3244	0.2683
0.3206	0.3252	0.2712
0.3214	0.3288	0.3324
0.3320	0.3309	0.3418
0.3378	0.3317	0.3549
0.3471	0.3494	0.3576
0.3627	0.1120	0.3675

Cuadro A.6. Diseño completamente al azar - sello de rodillo.

Producto peso A	Producto peso B	Producto peso C
0.2569	0.2502	0.2445
0.1684	0.2560	0.2604
0.2619	0.2467	0.1680
0.2370	0.2186	0.1539
0.2565	0.2504	0.1661
0.2476	0.2191	0.1880
0.2629	0.2223	0.1617
0.1507	0.2337	0.2409
0.2647	0.1951	0.2436
0.1512	0.2534	0.2505
0.2440	0.2097	0.1699
0.2348	0.2416	0.1994
0.2033	0.2576	0.1998
0.2437	0.2279	0.1894
0.2148	0.2519	0.2269
0.2638	0.2121	0.2476
0.2538	0.2103	0.2081
0.2672	0.2626	0.2097
0.2392	0.2492	0.2095
0.2347	0.2359	0.1959
0.2527	0.1948	0.1819
0.2454	0.2379	0.2442
0.1608	0.2610	0.2578
0.1911	0.2293	0.2737
0.2820	0.2282	0.2677
0.2237	0.2037	0.1800
0.2801	0.1851	0.2631
0.2371	0.2339	0.1882
0.1650	0.2311	0.1580
0.1690	0.2820	0.2230

Cuadro A.7. Datos estudio repetibilidad y reproducibilidad de fuerza de sello.

Muestra	Operador A		Operador B		Operador C	
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 1	Réplica 2
1	0.2617	0.2741	0.2791	0.2627	0.2760	0.2804
2	0.2084	0.2015	0.2070	0.2126	0.2159	0.2286
3	0.2011	0.2150	0.2112	0.2074	0.2007	0.2106
4	0.2378	0.2318	0.2350	0.2461	0.2309	0.2493
5	0.2230	0.1725	0.2221	0.2120	0.2195	0.2224
6	0.1823	0.1805	0.1852	0.1768	0.1696	0.1845
7	0.1997	0.1966	0.1928	0.2082	0.2033	0.2088
8	0.2772	0.2536	0.2624	0.2777	0.2553	0.2548
9	0.2067	0.2232	0.2042	0.2077	0.2074	0.2193
10	0.1654	0.1511	0.1554	0.1606	0.1539	0.1577

Cuadro A.8. Reporte de masas antes de cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
1	22.311	22.31	22.312
2	22.857	22.859	22.858
3	22.384	22.385	22.387
4	22.744	22.744	22.748
5	22.453	22.45	22.452
6	22.961	22.965	22.964
7	22.165	22.166	22.166
8	22.548	22.549	22.538
9	22.615	22.618	22.618
10	22.277	22.279	22.277
11	22.760	22.760	22.762
12	21.821	21.827	21.826
13	23.048	23.048	23.049
14	23.049	23.047	23.049
15	21.839	21.839	21.837
16	23.223	23.224	23.225
17	21.894	21.891	21.892
18	22.874	22.875	22.875
19	21.863	21.863	21.863
20	22.997	22.996	22.996
21	21.598	21.596	21.597
22	22.987	22.988	22.986
23	21.608	21.608	21.609
24	23.171	23.170	23.169
25	21.983	21.981	21.982

Cuadro A.8. (Continuación) Reporte de masas antes de ingresar a cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
26	23.197	23.197	23.194
27	22.512	22.512	22.512
28	22.997	22.995	22.996
29	22.419	22.419	22.418
30	22.945	22.944	22.944
31	22.093	22.093	22.093
32	23.424	23.428	23.426
33	23.922	23.920	23.922
34	23.711	23.710	23.710
35	23.449	23.448	23.446
36	24.117	24.116	24.117
37	24.451	24.450	24.454
38	23.521	23.522	23.524
39	24.616	24.616	24.617
40	23.200	23.200	23.198
41	23.610	23.609	23.608
42	23.734	23.734	23.734
43	23.410	23.408	23.407
44	23.723	23.720	23.728
45	23.427	23.431	23.432
46	23.158	23.158	23.159
47	23.587	23.586	23.586
48	23.065	23.062	23.062
49	24.083	24.082	24.083
50	22.971	22.968	22.971
51	23.483	23.482	23.481
52	23.716	23.715	23.715
53	23.938	23.931	23.936
54	23.286	23.287	23.287
55	22.979	22.980	22.981
56	23.283	23.284	23.283
57	23.286	23.284	23.284
58	23.615	23.609	23.614
59	23.091	23.092	23.093
60	23.211	23.208	23.210
61	22.739	22.737	22.747
62	22.707	22.705	22.711
63	23.573	23.577	23.578
64	23.577	23.576	23.577
65	23.770	23.771	23.773

Cuadro A.8. (Continuación) Reporte de masas antes de ingresar a cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
66	23.558	23.561	23.560
67	23.299	23.298	23.300
68	23.778	23.773	23.771
69	23.318	23.316	23.322
70	24.257	24.261	24.260
71	23.294	23.293	23.294
72	24.137	24.139	24.143
73	23.616	23.613	23.615
74	23.119	23.121	23.117
75	23.761	23.757	23.756
76	22.717	22.722	22.721
77	24.314	24.316	24.317
78	22.636	22.637	22.639
79	22.747	22.750	22.745
80	24.085	24.090	24.089
81	22.918	22.922	22.928
82	24.061	24.063	24.065
83	23.370	23.369	23.366
84	22.836	22.840	22.833
85	23.033	23.035	23.033
86	23.352	23.351	23.354
87	23.551	23.553	23.547
88	23.499	23.497	23.500
89	23.024	23.026	23.025
90	23.083	23.086	23.085
91	23.278	23.277	23.275
92	23.365	23.359	23.363
93	22.799	22.799	22.800
94	22.406	22.406	22.407
95	22.283	22.284	22.284
96	22.499	22.499	22.500
97	22.593	22.594	22.593
98	22.096	22.097	22.096
99	23.208	23.210	23.209
100	22.441	22.442	22.442
101	22.474	22.474	22.474
102	22.428	22.428	22.428
103	22.326	22.325	22.325
104	22.910	22.910	22.911
105	22.015	22.010	22.015

Cuadro A.8. (Continuación) Reporte de masas antes de ingresar a cámara de vida útil.

Muestra	Réplica 1	Peso, g Réplica 2	Réplica 3
106	22.146	22.148	22.148
107	22.705	22.708	22.706
108	22.981	22.981	22.981
109	22.811	22.811	22.812
110	22.611	22.609	22.607
111	22.253	22.254	22.253
112	22.477	22.477	22.477
113	22.718	22.719	22.718
114	23.057	23.059	23.055
115	23.118	23.113	23.115
116	22.831	22.829	22.832
117	23.438	23.441	23.438
118	23.515	23.520	23.521
119	23.001	22.999	23.002
120	23.218	23.220	23.220
121	23.105	23.106	23.104
122	23.054	23.058	23.057
123	22.758	22.760	22.761
124	22.393	22.391	22.391
125	23.445	23.448	23.451
126	23.167	23.170	23.169
127	22.786	22.787	22.789
128	23.516	23.515	23.517
129	22.812	22.810	22.815
130	22.859	22.862	22.860
131	22.986	22.989	22.988
132	22.846	22.847	22.846
133	22.641	22.642	22.641
134	23.207	23.206	23.209
135	22.865	22.866	22.868
136	23.080	23.078	23.081
137	22.922	22.923	22.922
138	22.704	22.700	22.703
139	23.156	23.158	23.157
140	22.753	22.755	22.754
141	23.383	23.386	23.385
142	22.887	22.886	22.884
143	23.310	23.309	23.311
144	23.028	23.025	23.026
145	23.177	23.176	23.179

Cuadro A.8. (Continuación) Reporte de masas antes de ingresar a cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
146	23.022	23.019	23.112
147	23.538	23.538	23.538
148	23.760	23.761	23.759
149	23.016	23.016	23.016
150	23.184	23.184	23.185
151	23.320	23.320	23.321
152	23.137	23.137	23.136
153	22.852	22.851	22.851
154	22.879	22.881	22.880
155	23.312	22.311	23.311
156	23.197	23.198	23.197
157	23.311	23.311	23.310
158	22.916	22.916	22.917
159	23.723	23.723	23.723
160	22.868	22.868	22.867
161	23.492	23.492	23.492
162	23.190	23.190	23.190
163	23.288	23.287	23.288
164	23.208	23.209	23.206
165	22.928	22.929	22.928
166	23.280	22.282	22.280
167	23.845	23.845	23.844
168	23.417	23.415	23.416
169	23.562	23.562	23.562
170	23.213	23.213	23.214
171	22.911	22.911	22.912
172	22.983	22.982	22.982
173	23.096	23.097	23.096
174	23.099	23.099	23.100
175	22.855	22.856	22.856
176	22.977	22.977	22.978
177	23.644	23.643	23.643
178	23.964	23.967	23.965
179	23.223	23.223	23.223
180	23.837	23.836	23.837
181	23.157	23.158	23.156
182	23.886	23.885	23.885
183	23.180	23.180	23.179
184	23.662	23.662	23.661
185	23.124	23.124	23.125
186	22.744	22.743	22.746
187	23.222	23.224	23.224

Cuadro A.8. (Continuación) Reporte de masas antes de ingresar a cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
188	23.431	23.430	23.430
189	22.812	22.810	22.809
190	22.937	22.935	22.936
191	23.618	23.617	23.618
192	23.300	23.301	23.301
193	23.654	23.655	23.655
194	23.263	23.263	23.261
195	22.772	22.776	22.773
196	22.830	22.834	22.835
197	22.573	22.572	22.573
198	22.980	22.977	22.978
199	22.919	22.918	22.919
200	22.416	22.412	22.414
201	22.375	22.370	22.376
202	22.995	22.994	22.991
203	23.012	23.012	23.013
204	22.923	22.925	22.926
205	23.051	23.049	23.050
206	23.226	23.225	23.222
207	23.250	23.252	23.250
208	23.012	23.012	23.010
209	23.313	23.311	23.312
210	23.276	23.283	23.279
211	22.773	22.777	22.776
212	22.658	22.663	22.664
213	22.684	22.685	22.682
214	22.328	22.327	22.328
215	22.531	22.531	22.532
216	22.783	22.782	22.783
217	22.318	22.317	22.318
218	23.055	23.054	23.054
219	22.979	22.978	22.973
220	22.537	22.538	22.534
221	22.509	22.510	22.510
222	23.287	23.286	22.287
223	22.890	22.889	22.890
224	22.372	22.273	22.371
225	23.966	23.966	23.965

Cuadro A.8. (Continuación) Reporte de masas antes de ingresar a cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
226	23.518	23.515	23.514
227	23.402	23.405	23.404
228	23.849	23.849	23.846
229	23.764	23.763	23.764
230	22.680	22.679	22.681
231	22.696	22.695	22.695
232	22.962	22.961	22.962
233	23.188	23.186	23.188
234	22.908	22.906	22.906
235	22.233	22.231	22.233
236	22.418	22.419	22.418
237	22.886	22.887	22.887
238	22.765	22.767	22.768
239	22.984	22.984	22.984
240	23.310	23.308	23.309
241	22.991	22.993	22.992
242	23.154	23.154	23.153
243	22.893	22.893	22.894
244	22.888	22.888	22.889
245	23.506	23.504	23.503
246	23.566	23.562	23.569
247	23.458	23.452	23.458
248	23.693	23.692	23.694
249	23.383	23.381	23.386
250	22.783	22.787	22.782
251	22.307	22.310	22.305
252	22.899	22.899	22.898
253	22.578	22.579	22.575
254	23.867	22.868	22.868
255	22.813	22.814	22.813
256	23.259	23.260	23.260
257	22.709	22.711	22.710
258	22.807	22.806	22.806
259	23.091	23.092	23.091
260	22.457	22.458	22.457
261	22.353	22.355	22.354
262	22.458	22.457	22.457
263	22.909	22.911	22.910
264	22.523	22.522	22.522
265	23.019	23.022	23.021

Cuadro A.8. (Continuación) Reporte de masas antes de ingresar a cámara de vida útil.

Muestra	Réplica 1	Peso, g Réplica 2	Réplica 3
266	22.726	22.723	22.724
267	22.875	22.872	22.874
268	22.558	22.560	22.559
269	22.213	22.310	22.312
270	23.348	23.346	23.347
271	22.897	22.892	22.895
272	23.147	23.146	23.147
273	23.044	23.046	23.047
274	22.944	22.943	22.943
275	22.988	22.988	22.991
276	23.220	23.216	23.221
277	22.949	22.947	22.949
278	23.263	23.262	23.262
279	22.512	22.514	22.513
280	23.229	23.228	23.227
281	22.760	22.762	22.763
282	22.952	22.948	22.953
283	23.325	23.326	23.323
284	22.927	22.929	22.930
285	23.347	23.346	23.346
286	22.275	22.277	22.278
287	22.909	22.906	22.910
288	22.627	22.627	22.630
289	22.935	22.936	22.935
290	22.388	22.384	22.389
291	23.075	23.077	23.078
292	22.709	22.711	22.710
293	22.537	22.536	22.536
294	23.300	23.301	23.302
295	23.241	23.240	23.241
296	22.280	22.282	22.283
297	23.360	23.361	23.359
298	22.785	22.787	22.788
299	22.898	22.898	22.901
300	23.387	23.389	23.389
301	22.831	22.831	22.831
302	22.914	22.911	22.912
303	23.240	23.239	23.241
304	23.589	23.592	23.591
305	22.805	22.785	22.825

Cuadro A.8. (Continuación) Reporte de masas antes de ingresar a cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
306	23.059	23.061	23.061
307	23.088	23.085	23.086
308	23.842	23.841	23.840
309	23.296	23.296	23.296
310	23.400	23.402	23.401
311	23.118	23.117	23.118
312	23.238	23.238	23.239
313	23.237	23.239	23.239
314	23.432	23.434	23.434
315	22.819	22.821	22.820
316	23.158	23.157	23.158
317	23.714	23.694	23.734
318	23.042	23.043	23.042
319	23.230	23.230	23.230
320	23.808	23.810	23.809
321	24.101	24.101	24.101
322	23.696	23.695	23.694
323	23.462	23.461	23.462
324	23.529	23.509	23.549
325	23.330	23.329	23.330
326	23.963	23.965	23.965
327	23.146	23.126	23.166
328	23.461	23.460	23.462
329	23.338	23.337	23.338
330	23.869	23.866	23.867
331	23.998	23.997	23.998
332	22.823	22.822	22.824
333	22.948	22.948	22.948
334	22.197	22.196	22.197
335	22.702	22.701	22.700
336	22.258	22.260	22.259
337	22.516	22.518	22.518
338	22.273	22.270	22.271
339	22.476	22.475	22.476
340	22.837	22.837	22.837
341	22.288	22.288	22.288
342	22.988	22.990	22.989
343	22.468	22.467	22.469
344	22.982	22.962	23.002
345	22.858	22.855	22.856

Cuadro A.8. (Continuación) Reporte de masas antes de ingresar a cámara de vida útil.

Muestra	Réplica 1	Peso, g Réplica 2	Réplica 3
346	22.821	22.818	22.819
347	22.836	22.835	22.836
348	22.905	22.904	22.903
349	22.362	22.361	22.362
350	23.225	23.224	23.226
351	22.434	22.433	22.434
352	22.235	22.235	22.235
353	22.665	22.664	22.665
354	23.444	23.446	23.445
355	22.313	22.312	22.313
356	22.707	22.706	22.708
357	21.843	21.823	21.863
358	23.102	23.101	23.102
359	22.112	22.111	22.113
360	22.788	22.787	22.788
361	22.537	22.536	22.537
362	22.465	22.467	22.467
363	22.423	22.425	22.425
364	22.556	22.558	22.557
365	22.735	22.715	22.755
366	22.510	22.511	22.510
367	22.178	22.177	22.179
368	22.866	22.867	22.866
369	22.581	22.580	22.581
370	22.219	22.218	22.219
371	22.648	22.649	22.648
372	22.291	22.291	22.291
373	22.754	22.753	22.752
374	22.521	22.501	22.541
375	22.758	22.760	22.760
376	22.614	22.613	22.614
377	22.691	22.690	22.691
378	22.782	22.783	22.782
379	22.218	22.219	22.218
380	22.761	22.760	22.762
381	23.258	23.257	23.258
382	23.022	23.022	23.022
383	23.534	23.514	23.554
384	23.259	23.261	23.260
385	22.791	22.790	22.792

Cuadro A.8. (Continuación) Reporte de masas antes de ingresar a cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
386	23.268	23.267	23.268
387	22.796	22.797	22.796
388	23.848	23.847	23.848
389	23.766	23.765	23.766
390	23.662	23.664	23.664
391	23.655	23.657	23.656
392	22.973	22.975	22.975
393	22.733	22.734	22.733
394	23.518	23.498	23.538
395	23.220	23.222	23.222
396	23.445	23.444	23.445
397	22.690	22.690	22.690
398	23.220	23.219	23.218
399	23.474	23.473	23.474
400	23.138	23.137	23.139
401	23.512	23.511	23.513
402	23.747	23.748	23.747
403	23.027	23.026	23.025
404	23.269	23.271	23.270
405	23.086	23.085	23.086
406	23.371	23.370	23.371
407	23.244	23.243	23.244
408	23.273	23.272	23.273
409	23.604	23.606	23.606
410	23.086	23.085	23.086
411	23.333	23.335	23.334
412	23.441	23.421	23.461
413	22.649	22.648	22.649
414	22.376	22.373	22.374
415	23.574	23.575	23.574
416	22.544	22.524	22.564
417	23.138	23.137	23.138
418	23.178	23.177	23.178
419	22.911	22.913	22.912
420	23.093	23.095	23.094
421	23.087	23.087	23.087
422	23.372	23.374	23.374
423	23.374	23.376	23.376
424	23.421	23.422	23.421
425	23.664	23.661	23.662

Cuadro A.8. (Continuación) Reporte de masas antes de ingresar a cámara de vida útil.

Muestra	Réplica 1	Peso, g Réplica 2	Réplica 3
426	23.489	23.488	23.489
427	23.710	23.709	23.708
428	23.574	23.571	23.572
429	23.060	23.059	23.060
430	23.211	23.211	23.211
431	22.779	22.778	22.779
432	22.868	22.865	22.866
433	22.600	22.599	22.600
434	22.614	22.613	22.614
435	23.729	23.728	23.729
436	23.091	23.093	23.093
437	22.874	22.875	22.874
438	23.599	23.596	23.597
439	23.843	23.845	23.844
440	22.650	22.652	22.651
441	23.464	23.463	23.464
442	23.464	23.463	23.462
443	23.073	23.070	23.071
444	22.996	22.995	22.996
445	22.882	22.883	22.882
446	22.988	22.990	22.990
447	22.806	22.803	22.804
448	22.822	22.821	22.822
449	23.239	23.239	23.239
450	22.857	22.856	22.857
451	23.354	23.355	23.354
452	23.010	23.009	23.008
453	23.181	23.178	23.179
454	22.982	22.983	22.982
455	22.792	22.792	22.792
456	23.055	23.057	23.057
457	23.031	23.030	23.031
458	22.901	22.900	22.901
459	22.626	22.628	22.627
460	22.692	22.691	22.692
461	22.996	22.996	22.996
462	22.744	22.741	22.742
463	22.758	22.759	22.758
464	22.776	22.776	22.776
465	22.776	22.775	22.776

Cuadro A.8. (Continuación) Reporte de masas antes de ingresar a cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
466	22.784	22.781	22.782
467	23.073	23.076	23.075
468	22.689	22.688	22.689
469	22.647	22.649	22.648
470	22.733	22.735	22.734
471	22.743	22.746	22.745
472	22.930	22.933	22.932
473	22.948	22.947	22.948
474	22.720	22.719	22.718
475	22.382	22.383	22.382
476	22.346	22.345	22.347
477	23.140	23.139	23.140
478	22.761	22.764	22.763
479	22.680	22.679	22.680
480	22.378	22.377	22.379
481	22.324	22.325	22.324
482	22.730	22.727	22.728
483	23.275	23.272	23.273
484	22.821	22.824	22.823
485	23.662	23.663	23.662
486	22.803	22.802	22.801
487	23.718	23.717	23.719
488	22.503	22.502	22.503
489	22.651	22.650	22.652
490	23.372	23.374	23.373
491	22.902	22.905	22.904
492	22.758	22.757	22.759
493	22.762	22.761	22.762
494	23.174	23.173	23.174
495	22.822	22.821	22.822
496	23.050	23.052	23.052
497	23.080	23.082	23.082
498	22.851	22.850	22.851
499	23.229	23.229	23.230
500	22.303	22.300	22.301
501	23.254	23.253	23.254
502	22.500	22.501	22.500
503	23.095	23.098	23.097
504	22.591	22.590	22.591
505	22.654	22.653	22.654

Cuadro A.8. (Continuación) Reporte de masas antes de ingresar a cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
506	23.221	23.224	23.223
507	22.499	22.498	22.497
508	22.882	22.879	22.880
509	23.149	23.151	23.151
510	23.317	23.320	23.319
511	22.763	22.762	22.761
512	23.036	23.036	23.036
513	23.015	23.015	23.016
514	23.275	23.277	23.276
515	23.824	23.826	23.826
516	23.474	23.477	23.476
517	23.283	23.280	23.281
518	22.937	22.939	22.939
519	23.393	23.390	23.391
520	22.858	22.857	22.859
521	23.060	23.062	23.062

Cuadro A.9. Reporte de masas después de cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
1	22.578	22.577	22.578
2	23.193	23.194	23.195
3	22.661	22.661	22.661
4	23.223	23.223	23.221
5	22.749	22.750	22.750
6	23.303	23.301	23.301
7	22.463	22.463	22.462
8	23.052	23.052	23.051
9	23.434	23.433	23.432
10	22.593	22.593	22.593
11	23.544	23.543	23.543
12	22.084	22.084	22.084
13	23.817	23.815	23.816
14	23.277	23.276	23.276
15	22.082	22.082	22.080
16	23.599	23.599	23.600
17	22.486	22.485	22.486
18	23.195	23.194	23.195
19	22.193	22.193	22.194
20	23.383	23.382	23.383

Cuadro A.9. (Continuación) Reporte de masas después de cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
21	22.548	22.547	22.546
22	23.510	23.508	23.509
23	21.965	21.964	21.965
24	23.687	23.686	23.687
25	22.755	22.756	22.754
26	23.608	23.608	23.608
27	23.024	23.023	23.023
28	23.445	23.446	23.445
29	22.994	22.993	22.994
30	23.170	23.170	23.171
31	22.548	22.549	22.547
32	23.787	23.787	23.786
33	24.475	24.745	24.746
34	24.401	24.404	24.402
35	24.074	24.075	24.073
36	24.695	24.696	24.697
37	24.825	24.825	24.824
38	23.977	23.977	23.978
39	25.020	25.019	25.020
40	24.178	24.177	23.177
41	24.033	24.034	24.034
42	24.018	24.018	24.017
43	23.806	23.804	23.805
44	24.344	24.344	24.343
45	23.820	23.820	23.820
46	23.544	23.543	23.541
47	24.087	24.087	24.087
48	24.037	24.037	24.037
49	24.501	24.501	24.501
50	23.298	23.297	23.297
51	24.335	24.334	24.335
52	24.276	24.276	24.276
53	24.632	24.632	24.631
54	23.766	23.764	23.764
55	23.280	23.280	23.279
56	23.683	23.683	23.683
57	23.528	23.528	23.528
58	23.880	23.880	23.879
59	23.347	23.348	23.347
60	23.560	23.562	23.562
61	22.987	22.988	22.988
62	23.065	23.064	23.064
63	23.814	23.814	23.814

Cuadro A.9. (Continuación) Reporte de masas después de cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
64	23.811	23.812	23.81
65	23.973	23.973	23.972
66	23.89	23.891	23.89
67	23.546	23.544	23.545
68	23.969	23.971	23.97
69	24.13	24.129	24.13
70	24.535	24.534	24.535
71	23.53	23.531	23.529
72	24.625	24.624	24.625
73	23.876	23.875	23.876
74	23.398	23.398	23.398
75	24.001	23.999	23.999
76	22.913	22.913	22.913
77	24.494	24.497	24.497
78	22.979	22.981	22.981
79	22.955	22.956	22.955
80	24.280	24.281	24.279
81	23.388	23.389	23.39
82	24.271	24.272	24.271
83	23.803	23.804	23.804
84	23.593	23.592	23.591
85	23.702	23.701	23.701
86	23.636	23.635	23.635
87	23.992	23.993	23.992
88	23.865	23.866	23.867
89	23.298	23.296	23.297
90	23.426	23.428	23.426
91	23.578	23.579	23.579
92	23.956	23.957	23.957
93	23.043	23.040	23.042
94	22.755	22.754	22.754
95	22.573	22.572	22.570
96	22.776	22.777	22.775
97	22.920	22.919	22.919
98	22.667	22.667	22.669
99	23.476	23.476	23.477
100	23.388	23.388	23.389
101	22.938	22.938	22.938
102	22.785	22.784	22.786
103	22.618	22.619	22.619
104	23.791	23.789	23.790
105	22.518	22.520	22.518
106	22.481	22.479	22.480

Cuadro A.9. (Continuación) Reporte de masas después de cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
107	22.987	22.987	22.986
108	23.334	23.334	23.334
109	23.072	23.073	23.071
110	22.871	22.872	22.871
111	22.520	22.518	22.519
112	22.794	22.794	22.794
113	23.018	23.019	23.019
114	23.206	23.206	23.205
115	23.833	23.833	23.831
116	23.400	23.398	23.399
117	23.567	23.566	23.566
118	23.725	23.724	23.726
119	23.878	23.877	23.877
120	23.467	23.466	23.467
121	24.281	24.283	24.281
122	23.287	23.288	23.288
123	23.625	23.624	23.624
124	23.019	23.022	23.021
125	24.586	24.588	24.585
126	23.968	23.963	23.968
127	23.437	23.438	23.437
128	23.625	23.627	23.625
129	23.442	23.443	23.441
130	23.848	23.850	23.849
131	23.094	23.096	23.095
132	23.818	23.818	23.819
133	22.794	22.793	22.793
134	23.290	23.292	23.293
135	22.967	22.966	22.967
136	23.180	23.180	23.180
137	23.361	23.361	23.360
138	22.807	22.808	22.808
139	23.272	23.274	23.272
140	23.257	23.257	23.257
141	24.041	24.043	24.040
142	23.548	23.546	23.547
143	23.397	23.396	23.395
144	23.695	23.694	23.692
145	23.293	23.295	23.293
146	23.481	23.480	23.480
147	24.450	24.451	24.450
148	24.136	24.135	24.136
149	24.406	24.405	24.403
150	23.642	23.638	23.640

Cuadro A.9. (Continuación) Reporte de masas después de cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
151	23.942	23.943	23.942
152	23.470	23.470	23.470
153	23.521	23.510	23.519
154	23.358	23.360	23.361
155	23.728	23.728	23.728
156	24.121	24.123	24.123
157	23.859	23.859	23.859
158	23.343	23.345	23.345
159	24.227	24.227	24.228
160	23.315	23.317	23.317
161	23.937	23.937	23.936
162	23.716	23.718	23.715
163	23.654	23.655	23.653
164	23.628	23.608	23.648
165	23.297	23.297	23.296
166	23.616	23.616	23.616
167	24.138	24.135	24.136
168	23.900	23.902	23.902
169	23.886	23.886	23.887
170	23.608	23.608	23.608
171	23.249	23.249	23.250
172	23.351	23.351	23.351
173	23.745	23.744	23.746
174	23.452	23.453	23.451
175	23.740	23.739	23.738
176	24.029	24.028	24.030
177	23.980	23.979	23.981
178	24.364	24.344	24.384
179	23.735	23.734	23.736
180	24.172	24.174	24.174
181	23.648	23.647	23.649
182	24.309	24.306	24.307
183	23.688	23.687	23.689
184	23.976	23.975	23.977
185	23.490	23.490	23.490
186	23.088	23.068	23.108
187	23.607	23.805	23.808
188	23.899	23.899	23.899
189	23.173	23.173	23.174
190	23.286	23.286	23.285
191	24.158	24.158	24.159
192	23.726	23.726	23.727
193	24.028	24.028	24.029

Cuadro A.9. (Continuación) Reporte de masas después de cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
194	23.834	23.833	23.835
195	23.188	23.188	23.188
196	23.221	23.222	23.220
197	22.941	22.942	22.941
198	23.601	23.603	23.601
199	23.506	23.506	23.506
200	22.845	22.844	23.845
201	22.782	22.779	22.780
202	23.658	23.658	23.660
203	23.766	23.765	23.766
204	23.308	23.308	23.308
205	23.476	23.476	23.476
206	23.634	23.633	23.635
207	23.640	23.620	23.660
208	23.442	23.441	23.440
209	23.705	23.705	23.705
210	23.746	23.748	23.745
211	23.314	23.314	23.313
212	23.383	23.383	23.383
213	23.045	23.045	23.045
214	22.929	22.928	22.927
215	22.984	22.985	22.983
216	23.164	23.161	23.162
217	23.504	23.503	23.505
218	23.429	23.431	23.431
219	23.380	23.379	23.378
220	23.250	23.252	23.252
221	22.876	22.876	22.876
222	23.607	23.607	23.607
223	23.257	23.258	23.256
224	22.829	22.828	22.829
225	24.286	24.286	24.285
226	23.844	23.833	23.833
227	23.911	23.911	23.910
228	24.497	24.497	24.497
229	24.103	24.102	24.104
230	23.227	23.227	23.227
231	23.026	23.026	23.026
232	23.687	23.687	23.687
233	23.506	23.506	23.505
234	23.532	23.532	23.532
235	22.629	22.629	22.629
236	22.892	22.889	22.890

Cuadro A.9. (Continuación) Reporte de masas después de cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
237	23.588	23.588	23.588
238	23.085	23.085	23.085
239	23.609	23.611	23.611
240	23.585	23.585	23.584
241	23.510	23.510	23.510
242	23.506	23.504	23.506
243	23.333	23.333	23.333
244	23.199	23.198	23.199
245	23.852	23.854	23.854
246	24.155	24.155	24.155
247	23.915	23.912	23.913
248	24.563	24.562	24.564
249	23.860	23.863	23.862
250	23.278	23.276	23.280
251	23.481	23.483	23.483
252	23.238	23.235	23.236
253	23.125	23.124	23.123
254	24.295	24.295	24.295
255	23.290	23.292	23.291
256	23.889	23.888	23.889
257	23.154	23.154	23.155
258	23.145	23.147	23.147
259	23.710	23.712	23.712
260	23.095	23.097	23.096
261	23.243	23.242	23.243
262	22.903	22.901	22.905
263	23.264	23.265	23.264
264	22.907	22.907	22.907
265	23.531	23.532	23.532
266	23.252	23.252	23.252
267	23.514	23.513	23.512
268	23.009	23.008	23.009
269	22.591	22.589	22.593
270	23.952	23.951	23.952
271	23.479	23.481	23.481
272	23.751	23.749	23.753
273	23.502	23.501	23.503
274	24.109	24.108	24.109
275	23.413	23.410	23.411
276	23.687	23.686	23.687
277	23.555	23.554	23.556
278	23.681	23.681	23.681
279	22.986	22.985	22.986

Cuadro A.9. (Continuación) Reporte de masas después de cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
280	23.975	23.974	23.973
281	23.337	23.339	23.338
282	23.294	23.296	23.296
283	23.659	23.656	23.657
284	23.717	23.716	23.717
285	23.883	23.883	23.883
286	22.644	22.644	22.644
287	23.793	23.795	23.794
288	23.113	23.112	23.114
289	23.334	23.332	23.336
290	23.063	23.060	23.061
291	23.843	23.840	23.841
292	23.448	23.447	23.448
293	22.942	22.941	22.940
294	24.212	24.211	24.212
295	23.691	23.690	23.692
296	23.078	23.077	23.078
297	23.770	23.770	23.770
298	23.644	23.643	23.644
299	23.508	23.510	23.509
300	23.549	23.546	23.547
301	23.135	23.133	23.135
302	23.093	23.096	23.095
303	23.433	24.436	24.434
304	23.868	23.868	23.864
305	23.386	23.365	23.386
306	24.081	24.083	24.083
307	23.250	23.250	23.250
308	24.006	24.003	24.004
309	23.424	23.425	23.426
310	23.496	23.500	23.497
311	23.278	23.279	23.278
312	23.360	23.363	23.362
313	23.622	23.622	23.622
314	23.615	23.617	23.617
315	23.003	23.005	23.004
316	23.278	23.277	23.278
317	24.023	24.021	24.025
318	23.641	23.638	23.639
319	23.640	23.639	23.638
320	24.084	24.084	24.084
321	24.345	24.347	24.346

Cuadro A.9. (Continuación) Reporte de masas después de cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
322	23.927	23.927	23.927
323	24.068	24.070	24.065
324	23.789	23.788	23.788
325	23.595	23.598	23.597
326	24.193	24.190	24.191
327	23.459	23.460	23.458
328	23.845	23.845	23.845
329	23.681	23.683	23.683
330	24.098	24.099	24.098
331	24.187	24.189	24.189
332	22.947	22.946	22.947
333	23.586	23.586	23.586
334	22.711	22.711	22.711
335	22.854	22.856	22.855
336	22.527	22.529	22.529
337	22.709	22.711	22.710
338	22.546	22.545	22.546
339	22.901	22.899	22.903
340	23.008	23.005	23.006
341	22.442	22.445	22.444
342	23.141	23.141	23.142
343	22.597	22.597	22.597
344	23.123	23.125	23.125
345	23.025	23.026	23.025
346	23.041	23.043	23.043
347	23.116	23.115	23.116
348	22.343	22.342	22.344
349	22.499	22.498	22.499
350	23.442	23.444	24.444
351	22.725	22.723	22.726
352	22.432	22.432	22.432
353	22.895	22.894	22.895
354	23.830	23.829	23.831
355	22.461	22.460	22.461
356	23.172	23.174	23.174
357	21.994	21.996	21.995
358	23.297	23.296	23.297
359	22.645	22.643	22.647
360	22.941	22.942	22.940
361	22.680	22.682	22.682
362	22.686	22.683	22.684
363	22.803	22.800	22.802
364	23.105	23.105	23.105

Cuadro A.9. (Continuación) Reporte de masas después de cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
365	22.959	22.962	22.961
366	22.654	22.655	22.654
367	22.315	22.317	22.316
368	23.219	23.221	23.221
369	23.119	23.121	23.120
370	22.600	22.599	22.600
371	22.816	22.814	22.818
372	22.527	22.526	22.528
373	22.898	22.900	22.900
374	22.647	22.649	22.649
375	22.928	22.929	22.928
376	22.774	22.774	22.774
377	22.837	22.839	22.838
378	22.957	22.956	22.957
379	22.385	22.384	22.386
380	23.605	23.604	23.605
381	24.064	24.064	22.066
382	23.252	23.253	23.254
383	23.975	23.977	23.975
384	23.373	23.375	23.375
385	23.001	23.003	23.002
386	23.377	23.376	23.377
387	23.021	23.019	23.023
388	24.103	24.103	24.103
389	23.870	23.867	23.868
390	24.587	24.588	24.586
391	23.796	23.795	23.796
392	23.174	23.173	23.175
393	23.151	23.150	23.151
394	23.698	23.700	23.700
395	23.418	23.418	23.418
396	23.573	23.575	23.575
397	22.813	22.815	22.814
398	23.512	23.511	23.512
399	23.934	23.932	23.936
400	23.308	23.308	23.308
401	23.666	23.665	23.666
402	24.009	24.008	24.010
403	23.175	23.174	23.175
404	23.593	23.595	23.595
405	23.217	23.219	23.218
406	24.076	24.075	24.076
407	23.348	23.346	23.350

Cuadro A.9. (Continuación) Reporte de masas después de cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
408	23.476	23.475	23.475
409	24.084	24.086	24.086
410	23.785	23.787	23.787
411	23.474	23.475	23.474
412	23.715	23.715	23.715
413	23.423	23.420	23.421
414	22.681	22.683	22.683
415	24.088	24.090	24.090
416	22.794	22.793	22.794
417	23.649	23.648	23.650
418	23.693	23.692	23.693
419	23.402	23.400	23.404
420	23.372	23.373	23.374
421	24.049	24.051	24.051
422	23.696	23.699	23.698
423	24.109	24.106	24.107
424	23.833	23.832	23.833
425	24.168	24.167	24.168
426	24.254	24.253	24.255
427	24.524	24.523	24.524
428	23.844	23.846	23.846
429	23.299	23.300	23.299
430	23.737	23.739	23.739
431	23.049	23.050	23.050
432	23.340	23.339	23.340
433	23.099	23.098	23.100
434	23.292	23.291	23.292
435	24.022	24.024	24.024
436	24.135	24.137	24.137
437	23.346	23.347	23.346
438	24.036	24.034	24.035
439	24.183	23.180	23.184
440	23.420	23.417	23.418
441	23.731	23.730	23.731
442	23.883	23.882	23.882
443	23.985	23.984	23.986
444	23.593	23.591	23.591
445	23.277	23.279	23.279
446	23.427	23.424	23.425
447	23.649	23.648	23.649
448	23.513	23.512	23.513
449	23.832	23.831	23.833

Cuadro A.9. (Continuación) Reporte de masas después de cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
450	23.671	23.670	23.671
451	23.708	23.710	23.710
452	23.837	23.835	23.838
453	23.533	23.535	23.535
454	23.352	23.354	23.354
455	24.310	24.311	24.310
456	23.600	23.603	23.601
457	23.498	23.499	23.497
458	23.100	23.097	23.098
459	23.080	23.079	23.080
460	23.100	23.101	23.102
461	23.953	23.955	23.052
462	23.155	23.156	23.153
463	23.287	23.289	23.289
464	23.446	23.448	23.448
465	23.617	23.618	23.617
466	23.211	23.210	23.211
467	23.553	23.552	23.554
468	23.129	23.128	23.129
469	23.137	23.134	23.135
470	23.625	23.624	23.625
471	23.170	23.172	23.170
472	23.592	23.594	23.594
473	23.373	23.374	23.374
474	23.363	23.365	23.365
475	23.627	23.629	23.629
476	22.799	22.800	22.799
477	23.889	23.890	23.886
478	23.968	23.966	23.967
479	23.205	23.207	23.207
480	23.115	23.117	23.116
481	22.522	22.521	22.522
482	22.974	22.972	22.976
483	24.240	24.239	24.240
484	22.997	22.996	22.998
485	24.264	24.263	24.264
486	23.004	23.007	23.003
487	24.326	24.324	24.326
488	22.816	22.815	22.817
489	23.511	23.510	23.514
490	23.789	23.791	23.791
491	23.914	23.916	23.916

Cuadro A.9. (Continuación) Reporte de masas después de cámara de vida útil.

Muestra	Peso, g		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
492	23.397	23.398	23.397
493	23.450	23.452	23.452
494	23.349	23.351	23.351
495	23.310	23.312	23.311
496	23.372	23.371	23.372
497	23.469	23.467	23.471
498	23.111	23.113	23.112
499	24.123	24.120	24.121
500	22.900	22.899	22.900
501	23.670	23.669	23.668
502	22.680	22.681	22.681
503	23.534	23.536	23.536
504	22.923	22.925	22.924
505	23.140	23.142	23.142
506	23.845	23.844	23.845
507	22.629	22.628	22.630
508	23.279	23.278	23.279
509	23.357	23.355	23.355
510	23.869	23.868	23.868
511	22.985	22.987	22.987
512	23.229	23.231	23.231
513	23.426	23.427	23.426
514	23.636	23.633	23.634
515	24.019	24.018	24.019
516	23.909	23.910	23.907
517	23.700	23.702	23.702
518	23.324	23.326	23.326
519	23.844	23.846	23.845
520	23.090	23.089	23.090
521	23.315	23.313	23.317

Cuadro A.10. Pruebas de hermeticidad a 50 mbar

Muestra sin fugas	Resultado	Muestra con fugas	Resultado
128	PASA	126	NO PASA
3	PASA	127	NO PASA
7	PASA	22	PASA
5	PASA	24	NO PASA
79	PASA	107	PASA
76	PASA	91	NO PASA
75	PASA	128	NO PASA
72	PASA	170	PASA
73	PASA	171	PASA
78	PASA	156	PASA
26	PASA	135	PASA
27	PASA	127	PASA
800	PASA	660	NO PASA
778	PASA	646	NO PASA
789	PASA	649	PASA
31	PASA	597	NO PASA
37	PASA	596	PASA
39	NO PASA	595	PASA
29	PASA	591	PASA
25	PASA	592	PASA
23	PASA	578	NO PASA
214	PASA	577	PASA
215	PASA	580	NO PASA
219	PASA	565	NO PASA
85	PASA	571	NO PASA
77	PASA	564	PASA
74	PASA	585	PASA
208	PASA	589	PASA
97	PASA	590	PASA

Cuadro A.11. Pruebas de hermeticidad a 55 mbar

Muestra sin fugas	Resultado	Muestra con fugas	Resultado
576	PASA	755	PASA
707	PASA	762	PASA
725	PASA	744	PASA
720	PASA	768	PASA
723	PASA	766	NO PASA
739	PASA	765	NO PASA

Cuadro A.11. (Continuación) Pruebas de hermeticidad a 55 mbar

Muestra sin fugas	Resultado	Muestra con fugas	Resultado
701	PASA	773	NO PASA
713	PASA	698	PASA
732	NO PASA	696	PASA
724	PASA	700	PASA
702	NO PASA	746	PASA
736	PASA	758	PASA
729	PASA	690	NO PASA
712	PASA	771	NO PASA
727	PASA	769	PASA
720	PASA	682	NO PASA
718	PASA	776	PASA
714	NO PASA	709	PASA
714	PASA	745	PASA
719	PASA	693	PASA
738	NO PASA		NO PASA
728	PASA		PASA

Cuadro A.12. Pruebas de hermeticidad a 60 mbar

Muestra sin fugas	Resultado	Muestra con fugas	Resultado
133	PASA	130	NO PASA
134	PASA	132	NO PASA
10	PASA	135	NO PASA
4	PASA	111	PASA
8	PASA	35	NO PASA
2	PASA	65	PASA
15	PASA	82	NO PASA
20	PASA	141	NO PASA
9	PASA	134	PASA
11	PASA	116	NO PASA
1	PASA	144	PASA
14	PASA	145	NO PASA
250	PASA	679	NO PASA
288	PASA	680	NO PASA
255	PASA	678	NO PASA
28	PASA	610	NO PASA
22	PASA	630	NO PASA
21	NO PASA	628	NO PASA

Cuadro A.12. (Continuación) Pruebas de hermeticidad a 60 mbar

Muestra sin fugas	Resultado	Muestra con fugas	Resultado
64	PASA	626	NO PASA
63	PASA	638	NO PASA
30	PASA	637	PASA
94	PASA	621	NO PASA
89	PASA	529	NO PASA
550	PASA	525	PASA
98	PASA	530	NO PASA
87	PASA	534	NO PASA
95	PASA	524	PASA

Cuadro A.13. Pruebas de hermeticidad a 65 mbar

Muestra sin fugas	Resultado	Muestra con fugas	Resultado
178	PASA	774	NO PASA
195	PASA	726	PASA
152	NO PASA	777	PASA
182	PASA	60	NO PASA
156	PASA	6	PASA
174	PASA	19	NO PASA
154	PASA	81	NO PASA
168	PASA	153	NO PASA
167	PASA	149	PASA
165	NO PASA	120	PASA
170	PASA	150	NO PASA
163	NO PASA	613	NO PASA
171	NO PASA	614	NO PASA
258	PASA	611	NO PASA
166	PASA	603	NO PASA

Cuadro A.14. Pruebas de hermeticidad a 70 mbar

Muestra sin fugas	Resultado	Muestra con fugas	Resultado
136	PASA	2	NO PASA
138	PASA	24	PASA
139	NO PASA	21	PASA
281	PASA	60	NO PASA
225	PASA	6	PASA
223	PASA	19	NO PASA

Cuadro A.14. (Continuación) Pruebas de hermeticidad a 70 mbar

Muestra sin fugas	Resultado	Muestra con fugas	Resultado
207	PASA	81	NO PASA
180	PASA	153	NO PASA
186	PASA	149	PASA
208	NO PASA	120	PASA
182	PASA	150	NO PASA
262	NO PASA	613	NO PASA
249	NO PASA	614	NO PASA
247	PASA	611	NO PASA
69	PASA	603	NO PASA
66	PASA	619	NO PASA
71	PASA	608	PASA
83	PASA	670	NO PASA
88	PASA	672	NO PASA
86	PASA	674	PASA
99	NO PASA	553	PASA
93	PASA	552	PASA
210	NO PASA	559	PASA
218	NO PASA	711	NO PASA
624	PASA	651	NO PASA
96	NO PASA	704	PASA
80	NO PASA	740	NO PASA
90	PASA	622	NO PASA

Cuadro A.15. Pruebas de hermeticidad a diferentes presiones

Presión, mbar	Muestra sin fugas	Resultado	Muestra con fugas	Resultado
	145	PASA	141	PASA
	143	PASA	142	NO PASA
	20	PASA	144	NO PASA
	23	PASA	27	NO PASA
	28	NO PASA	29	PASA
	26	PASA	248	NO PASA
80	167	PASA	277	PASA
	219	NO PASA	296	NO PASA
	236	PASA	281	NO PASA
	158	PASA	256	PASA
	216	PASA	251	NO PASA
	160	PASA	284	PASA

Cuadro A.15. (Continuación) Pruebas de hermeticidad a diferentes presiones

Presión, mbar	Muestra sin fugas	Resultado	Muestra con fugas	Resultado
90	70	PASA	72	NO PASA
	71	PASA	51	NO PASA
	73	NO PASA	50	NO PASA
	226	PASA	53	PASA
	174	NO PASA	69	NO PASA
	67	PASA	260	PASA
	59	PASA	253	NO PASA
	68	PASA	292	NO PASA
	201	NO PASA	271	PASA
	218	NO PASA	294	NO PASA
	206	PASA	291	NO PASA
	164	PASA	259	NO PASA
	100	74	NO PASA	188
75		NO PASA	224	NO PASA
76		PASA	153	PASA
187		PASA	159	NO PASA
189		PASA	161	NO PASA
229		PASA	147	NO PASA
243		PASA	280	NO PASA
240		NO PASA	285	NO PASA
171		PASA	266	PASA
242		NO PASA	290	PASA
152		PASA	299	NO PASA
197		PASA	267	NO PASA
110	77	PASA	194	PASA
	78	PASA	210	NO PASA
	80	PASA	203	NO PASA
	37	NO PASA	212	PASA
	38	PASA	199	NO PASA
	46	PASA	198	NO PASA
	190	PASA	202	NO PASA
	195	PASA	298	NO PASA
	169	PASA	274	NO PASA
	148	PASA	270	NO PASA
	244	PASA	261	NO PASA
	200	NO PASA	246	NO PASA
120	82	NO PASA	84	PASA
	83	PASA	85	NO PASA
	30	PASA	33	NO PASA
	31	PASA	34	NO PASA

Cuadro A.15. (Continuación) Pruebas de hermeticidad a diferentes presiones

Presión, mbar	Muestra sin fugas	Resultado	Muestra con fugas	Resultado
120	32	PASA	191	PASA
	185	NO PASA	211	NO PASA
	196	NO PASA	214	NO PASA
	204	NO PASA	181	NO PASA
	193	PASA	183	PASA
	184	PASA	179	NO PASA
	192	PASA	175	NO PASA
	146	PASA	220	NO PASA
130	64	PASA	9	NO PASA
	65	PASA	151	NO PASA
	66	NO PASA	154	NO PASA
	4	NO PASA	155	NO PASA
	110	PASA	173	NO PASA
	111	PASA	162	PASA
	112	PASA	157	NO PASA
	113	PASA	176	NO PASA
	150	NO PASA	217	NO PASA
	213	NO PASA	156	NO PASA
	233	NO PASA	168	NO PASA
165	NO PASA	239	NO PASA	

B. Resultados intermedios

Cuadro B.1. Resultados intermedios para calibración interna del texturómetro y verificación de linealidad del equipo.

mpat, i	\bar{m}, i	s(mi)	Sesgo prom
5	4.93	0.053	-0.07
50	49.95	0.053	-0.05
100	99.97	0.076	-0.03
200	199.98	0.038	-0.02
500	500.02	0.038	0.02
1000	1000.08	0.076	0.08
2000	2000.17	0.079	0.17
3000	3000.28	0.14	0.28

Cuadro B.2. Parámetros para evaluación de tablas de contingencia.

Presión, mbar	<i>A'</i>	<i>B'</i>	<i>C'</i>	<i>D'</i>
50	12	1	20	31
55	18	2	12	29
60	22	4	10	28
65	21	4	11	28
70	19	12	13	20

Cuadro B.3. Valores predictivos para ensayo de hermeticidad por emisión de burbujas.

Presión, mbar	Valor predictivo positivo, VPP	Valor predictivo negativo, VPN	Exactitud
50	92	61	67
55	90	71	77
60	85	74	78
65	84	72	77
70	61	61	61

C. Procedimientos elaborados

C.1. Fuerza de sello

1. Ensamblar las mordazas para fuerza de sello al equipo.
2. Conectar el equipo a la computadora y encenderlo por medio del interruptor ON/OFF.
3. Ingresar al software a la prueba "Measurement of seal strength of ribbed heat-sealed foil packaging"
4. Calibrar la altura de la mordaza a 75 mm y especificar 5 mm/s en el apartado de velocidad.
5. Cortar las muestras de empaque con ayuda del accesorio indicado para este fin y un cutter.
6. Ingresar a la calibración de masa, colocar la pesa patrón sobre el plato de calibración y verificar que la lectura de la pantalla de 200.0 g.
7. Colocar la muestra en las mordazas del equipo de tensión.
8. Iniciar la prueba mediante el botón run a test".
9. Al finalizar, desprender las dos secciones de material de las mordazas.
10. Reportar el dato de fuerza de sello en N/mm.
11. Para realizar otro ensayo, repetir pasos del 7 al 10.
12. Para apagar el equipo, apagar el interruptor ON/OFF, desconectar el equipo y desprender las mordazas de la base del texturómetro.

C.2. Hermeticidad

1. Llenar con agua de grifo la cámara de hermeticidad hasta la marca de 22.
2. Conectar el equipo a la corriente y encenderlo mediante el interruptor ON/OFF.
3. Ingresar a la opción usuario - prueba de fuga.

4. Colocar entre 1 y 3 muestras en el fluido de inmersión.
5. Cerrar la tapa del equipo y verificar que el fluido no aumente la marca de 22. En caso de que el volumen de líquido haya aumentado considerablemente, vaciar el equipo mediante la válvula lateral.
6. Mantener la tapa presionada con la mano y presionar la opción "START" en la pantalla.
7. Observar e identificar flujos de burbujas de aire salir de distintos puntos del empaque.
8. Abrir la tapa de la cámara y sacar los empaques del fluido.
9. Reportar la condición de las muestras.
10. Para realizar otro ensayo, repetir pasos del 4 al 9.
11. Para apagar el equipo, apagar el interruptor ON/OFF.

D. Muestra de cálculo

D.1. Error en prueba de exactitud para calibración del texturómetro

Para el cálculo del error en la prueba de exactitud se utilizó la siguiente expresión:

$$e = m_{aj} - m_p \quad (C.4)$$

Donde;

e = Error, g.

m_p = Masa patrón, g.

m_{aj} = Masa inicial, g.

Utilizando los datos del Cuadro 2.2, columna 1 y 2 fila 2-6 se obtiene:

$$e = 200,0g - 199,9g = 0,1g$$

Dato que se encuentra tabulado en el Cuadro 2.2 columna 3.

D.2. Humedad final de muestras de empaque

Para el cálculo de la humedad final de los empaques utilizados en las pruebas de detección de fugas se utilizó la siguiente expresión:

$$H_f = \frac{\Delta m + m_i \cdot H_i}{m_f} \quad (29)$$

Donde;

m = Masa de la muestra, g.

H = Humedad de la muestra, %.

Utilizando los datos del Cuadro A.9, columna 2-4 y Cuadro A.8, columna 2-4 se obtiene:

$$H_f = \frac{0,267g + 22,311g \cdot 0,0280}{22,578g} = 2,94\%$$

Resultado que se encuentra tabulado en el Cuadro A.15, columna 2 y 4.

D.3. Relación de exactitudes para calibración del texturómetro

Para el cálculo de la relación de exactitudes (TAR) se utilizó la siguiente expresión:

$$TAR = \frac{S}{TA} \quad (C.5)$$

Donde;

TAR = Relación de exactitudes, *adim.*

S = Desviación estándar, g.

TA = Tolerancia absoluta, g.

Utilizando los datos del Cuadro 2.1, columna 2 y 4 se obtiene:

$$TAR = \frac{0,0837}{1} = 8,4\%$$

D.4. Selectividad

Para el cálculo de la selectividad se utilizó la siguiente expresión:

$$SE = \frac{A'}{A' + C'} \quad (30)$$

Donde;

A' : Verdaderos positivos, *adim.*

C' : Falsos negativos, *adim.*

N : Tamaño de muestra, *adim.*

Utilizando los datos del Cuadro B.2, columna 2 y 4 se obtiene:

$$SE = \frac{12}{12 + 20} = 38 \%$$

Los resultados se encuentran tabulados en el Cuadro 3.2 columna 2.

D.5. Especificidad

Para el cálculo de la especificidad se utilizó la siguiente expresión:

$$E = \frac{D'}{B' + D'} \quad (31)$$

Donde;

D' : Verdaderos negativos, *adim.*

B' : Falsos positivos, *adim.*

Utilizando los datos del Cuadro B.2 columna 3 y 5 se obtiene:

$$E = \frac{31}{1 + 31} = 97 \%$$

Los resultados se encuentran tabulados en el Cuadro 3.2 columna 3.

D.6. Valor predictivo positivo

Para el cálculo del valor predictivo positivo se utilizó la siguiente expresión:

$$VPP = \frac{A'}{B' + A'} \quad (32)$$

Utilizando los datos del Cuadro B.2 columna 2 y 3 se obtiene :

$$VPP = \frac{12}{1 + 12} = 92 \%$$

Los resultados se encuentran tabulados en el Cuadro B.3 columna 2, filas 2-6.

D.7. Valor predictivo negativo

Para el cálculo del valor predictivo negativo se utilizó la siguiente expresión:

$$VPN = \frac{C'}{C' + D'} \quad (33)$$

Utilizando los datos del Cuadro B.2 columna 4 y 5 se obtiene:

$$VPN = \frac{31}{20 + 31} = 61\%$$

Los resultados se encuentran tabulados en el Cuadro B.3 columna 3, filas 2-6.

D.8. Exactitud

Para el cálculo de la exactitud se utilizó la siguiente expresión:

$$Exactitud = \frac{A' + D'}{A' + B' + C' + D'} \quad (34)$$

Utilizando los datos del Cuadro B.2 columna 2-5 se obtiene:

$$Exactitud = \frac{12 + 31}{12 + 1 + 20 + 31} = 67\%$$

Los resultados se encuentran tabulados en el Cuadro B.3 columna 4, fila 2-6.

ANEXOS

TABLA A7. Factores para el cálculo de límites naturales de tolerancia bilaterales

n	Confianza de 90% (γ) de que el porcentaje de la población entre los límites sea de:			Confianza de 95% (γ) de que el porcentaje de la población entre los límites sea de:			Confianza de 99% (γ) de que el porcentaje de la población entre los límites sea de:		
	90%	95%	99%	90%	95%	99%	90%	95%	99%
2	15.98	18.80	24.17	32.02	37.67	48.43	160.2	188.5	242.3
3	5.847	6.919	8.974	8.380	9.916	12.86	14.93	22.40	29.06
4	4.166	4.943	6.440	5.369	6.370	8.299	9.368	11.15	14.53
5	3.494	4.152	5.423	4.275	5.079	6.631	6.612	7.855	10.26
6	3.131	3.723	4.870	3.712	4.414	5.775	5.337	6.345	8.301
7	2.902	3.452	4.521	3.369	4.007	5.248	4.613	5.448	7.187
8	2.743	3.264	4.278	3.136	3.732	4.891	4.147	4.936	6.468
9	2.626	3.125	4.098	2.967	2.532	4.631	3.822	4.550	5.966
10	2.535	3.018	3.959	2.829	3.379	4.433	3.582	4.265	5.594
11	2.463	2.933	3.849	2.737	3.259	4.277	3.397	4.045	5.308
12	2.404	2.863	3.758	2.655	3.162	4.150	3.250	3.870	5.079
13	2.355	2.805	3.682	2.587	3.081	4.044	3.130	3.727	4.893
14	2.314	2.756	3.618	2.529	3.012	3.955	3.029	3.608	4.737
15	2.278	2.713	3.562	2.480	2.954	3.878	2.945	3.507	4.605
16	2.246	2.676	3.514	2.437	2.903	3.812	2.872	3.421	4.492
17	2.219	2.643	3.471	2.400	2.858	3.754	2.808	3.345	4.393
18	2.194	2.614	3.433	2.366	2.819	3.702	2.753	3.279	4.307
19	2.172	2.588	3.399	2.337	2.784	3.656	2.703	3.221	4.230
20	2.152	2.564	3.368	2.310	2.752	3.615	2.656	3.168	4.161
21	2.135	2.543	3.340	2.286	2.723	3.577	2.620	3.121	4.100
22	2.118	2.524	3.315	2.264	2.697	3.543	2.584	3.078	4.044
23	2.103	2.506	3.292	2.244	2.673	3.512	2.551	3.040	3.993
24	2.089	2.489	3.270	2.225	2.651	3.483	2.522	3.004	3.947
25	2.077	2.474	3.251	2.208	2.631	3.457	2.494	2.972	3.904
26	2.065	2.460	3.232	2.193	2.612	3.432	2.469	2.941	3.865
27	2.054	2.447	3.215	2.178	2.595	3.409	2.446	2.914	3.828
28	2.044	2.435	3.199	2.164	2.579	3.388	2.424	2.888	3.794
29	2.034	2.424	3.184	2.152	2.554	3.368	2.404	2.864	3.763
30	2.025	2.143	3.170	2.140	2.549	3.350	2.385	2.841	3.733
35	1.988	2.368	3.112	2.090	2.490	3.272	2.306	2.748	3.611
40	1.959	2.334	3.066	2.052	2.445	3.213	2.247	2.677	3.518
50	1.916	2.284	3.001	1.996	2.379	3.126	2.162	2.576	3.385
60	1.887	2.248	2.955	1.958	2.333	3.066	2.103	2.506	3.293
80	1.848	2.202	2.894	1.907	2.272	2.986	2.026	2.414	3.173
100	1.822	2.172	2.854	1.874	2.233	2.934	1.977	2.355	3.096
200	1.764	2.102	2.764	1.798	2.143	2.816	1.865	2.222	2.921
500	1.717	2.046	2.689	1.737	2.070	2.721	1.777	2.117	2.783
1 000	1.695	2.019	2.654	1.709	2.036	2.676	1.736	2.068	2.718
∞	1.645	1.960	2.576	1.645	1.960	2.576	1.645	1.960	2.576

Figura 8.1. Factores para el cálculo de límites naturales de tolerancia bilaterales (Äüöü, 2003)