



Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C.

Posgrado en Materiales Poliméricos

**“ESTUDIO DE LA IMPREGNACIÓN DE FIBRAS
CONTINUAS UTILIZANDO UN LECHO
FLUIDIZADO CONTINUO”**

Tesis que presenta

GILBERTO ADRIAN MOGUEL CAMPOS

En opción al título de

MAESTRO EN MATERIALES POLIMÉRICOS

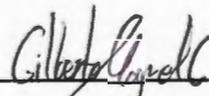
Mérida, Yucatán, Noviembre de 2008



DECLARACIÓN DE PROPIEDAD

Declaro que la información contenida en la sección de materiales y métodos experimentales, los resultados y discusión de este documento proviene de las actividades de experimentación realizadas durante el período que se me asignó, para desarrollar mi trabajo de tesis, en las Unidades y Laboratorios del Centro de Investigación Científica de Yucatán, A. C., y que dicha información le pertenece en términos de la Ley de la Propiedad Industrial, por lo que no me reservo ningún derecho sobre ello.

Mérida, Yucatán 20/11/2008



Gilberto Adrián Moguel Campos

DEDICO ESTE TRABAJO A:

Las personas que me dieron la vida, educación, amor y la oportunidad de estudiar.

A mis padres
Eric Moguel Carrillo y Concepción Campos Bermúdez.

AGRADECIMIENTOS

Al centro de Investigación Científica de Yucatán AC:

Por permitirme realizar este trabajo en los laboratorios de la Unidad de Materiales.

A mi director de tesis Dr. Pedro Iván González Chi:

A quien agradezco su confianza, tiempo, orientación y amistad. Gracias por enseñarme a hacer ciencia.

Al Ing. Cesar Martín Barrera:

A quien agradezco el soporte técnico, conocimientos y amistad.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT):

Por el apoyo económico recibido durante mis estudios.

A los miembros de la Unidad de Materiales:

Por compartir conmigo sus conocimientos, experiencias y amistad.

ÍNDICE

LISTA DE FIGURAS.....	v
LISTA DE TABLAS.....	vii
RESUMEN.....	1
ABSTRACT.....	2
INTRODUCCIÓN.....	3
OBJETIVOS.....	5
Capítulo 1 Marco Teórico.....	6
1.1 Materiales compuestos poliméricos.....	6
1.1.1 Interfase fibra-matriz.....	8
1.1.2 Materiales compuestos termoplásticos.....	8
1.1.3 Materiales compuestos estructurales.....	9
1.2 Poliamidas aromáticas.....	10
1.2.1 Twaron.	11
1.3 Partículas sólidas.....	12
1.3.1 Análisis por tamizado.....	12
1.4 Lechos fluidizados.....	13
1.4.1 Lechos fluidizados electrostáticos.....	14
1.4.1.1 Electrización por inducción.....	15
1.4.1.2 Polarización eléctrica.....	15
1.5 El estudio del proceso de impregnación mediante lechos fluidizados.....	16
1.5.1 Fabricación de preimpregnados poliméricos utilizando lechos fluidizados.....	18
1.6 Diseño experimental.....	19
1.6.1 El diseño robusto (Taguchi).....	19
1.6.1.1 Tipos de factores en el diseño robusto.....	20
1.6.1.2 Arreglos ortogonales.....	21
1.6.1.3 El cociente Señal/Ruido.....	24
1.6.2 El diseño factorial.....	25
1.6.2.1 Variable de respuesta.	26

1.6.2.2 Factores controlables.....	26
1.6.2.3 Factores no controlables o de ruido.....	26
1.6.2.4 Factores estudiados.....	26
1.6.2.5 Niveles y tratamientos.....	26
1.6.2.6 Error aleatorio y error experimental.....	26
1.6.2.7 El diseño factorial general.....	27
1.7 Análisis de regresión y modelos de regresión lineal.....	27
1.8 Factores para el análisis estadístico.....	28
1.8.1 Análisis de varianza (ANOVA).....	28
1.8.2 Coeficientes de determinación R^2 y R^2_{aj}	29
1.8.3 Valor estadístico F.....	29
1.8.4 Valor estadístico P.....	29
1.8.5 Error residual.....	30
1.8.6 Prueba de falta de ajuste.....	30
1.8.7 Residuales.....	30
1.9 Herramientas gráficas del diseño de experimentos.....	31
1.9.1 Histograma de residuales.....	31
1.9.2 Gráfica normal de residuos.....	31
1.9.3 Gráfica de residuales vs valores ajustados.....	31
1.9.4 Gráfica de residuales vs el orden de las observaciones.....	32
Capítulo 2 Metodología.....	33
2.1 Materiales y equipos.....	33
2.2 Sistema de impregnación.....	33
2.3 Análisis del tamaño de partículas.....	33
2.3.1. Molienda.....	33
2.3.2. Tamizado.....	34
2.3.3 Tamaño de partícula.....	34
2.3.4 Tamaño de las partículas depositadas sobre las fibras.....	34
2.4 Diseño experimental robusto – Taguchi.....	35
2.4.1 Pruebas preliminares.....	35
2.4.2 Diseño experimental Taguchi.....	36

2.5 Diseño experimental factorial.....	40
2.5.1 Pruebas preliminares para el diseño experimental factorial.....	40
2.5.2 Diseño experimental factorial para el sistema no-electrostático.....	40
2.5.3 Diseño experimental factorial para el lecho fluidizado electrostático...	43
Capítulo 3 Resultados y discusión.....	47
3.1 Rediseño del lecho fluidizado.....	47
3.1.1 Adaptaciones del sistema electrostático.....	48
3.2 Análisis del tamaño de partículas.....	50
3.2.1 Análisis del tamaño de partículas para el polvo tamizado del Polipropileno Valtec® de Indelpro.....	50
3.2.2 Análisis de las partículas que se adhirieron a las fibras.....	51
3.3 Diseño experimental robusto Taguchi.....	56
3.3.1 Pruebas preliminares del diseño experimental Taguchi.....	56
3.3.2 Resultados del diseño experimental robusto Taguchi.....	56
3.3.3 Limitaciones del método Taguchi.....	61
3.3.3.1 Crítica a los diseños experimentales de Taguchi.....	62
3.3.3.2 Crítica del análisis de datos mediante la metodología Taguchi.....	64
3.4 Diseño experimental factorial.....	65
3.4.1 Pruebas preliminares del diseño experimental factorial.....	65
3.4.2 Diseño experimental factorial utilizando el polvo del tamiz malla 60...	65
3.4.3 Diseño experimental factorial utilizando el polvo de la malla 60/140...	70
3.5 Diseño experimental factorial con lecho fluidizado electrostático	75
3.5.1 Pruebas preliminares del lecho fluidizado electrostático.....	75
3.5.2 Diseño experimental para el polvo del tamiz malla 60.....	75
3.5.3 Diseño experimental para el polvo del tamiz malla 60/140.....	82
3.5.4 Comparación entre los lechos fluidizados electrostático y no electrostático.....	88
CONCLUSIONES.....	90
RECOMENDACIONES.....	93
BIBLIOGRAFÍA.....	94

ANEXO 1.....97
ANEXO 2.....98
ANEXO 3.....105

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Diagrama esquemático de material compuesto de capas, para ilustrar la importancia de resistencia de la unión de la interfase	7
Figura 2. Panel tipo sándwich con núcleo en forma de panal.....	10
Figura 3. Estructura química del Twaron.....	11
Figura 4. Lecho fluidizado convencional.....	14
Figura 5. Polarización eléctrica.....	16
Figura 6. Diagrama de los diferentes tipos de factores de un diseño robusto..	21
Figura 7. Arreglo Taguchi ortogonal L_8	23
Figura 8. Diseño Taguchi con arreglo interno (L_8) y arreglo externo (L_9).....	24
Figura 9. Diagrama del lecho fluidizado.....	49
Figura 10. Sistema completo de impregnación por polvos.....	49
Figura 11. Distribución del tamaño de partícula de las fracciones de polvo del PP	50
Figura 12. Distribución del tamaño de partículas para el polvo retirado de las fibras después de la impregnación	52
Figura 13. Distribución del tamaño de partícula malla 100/140: polvo adherido a las fibras, polvo en el lecho antes y después de la impregnación.....	53
Figura 14. Distribución del tamaño de partículas malla 60: polvo adherido a las fibras y polvo en el lecho antes y después de la impregnación	54
Figura 15. Distribución del tamaño de partículas malla 60: polvo adherido a las fibras y polvo en el lecho antes y después de la impregnación (sistema electrostático).....	54
Figura 16. Distribución del tamaño de partículas malla 60/140: polvo adherido a las fibras y polvo en el lecho antes y después de la impregnación	55
Figura 17. a) Gráfica de los efectos de las medias del porcentaje de impregnación. b) Gráfica de los efectos de S/R	59
Figura 18. Gráficas de residuales para el porcentaje de impregnación. Partículas de la malla 60, lecho fluidizado no electrostático	69
Figura 19. Gráfica de contornos. Partículas de la malla 60, lecho fluidizado no electrostático	70

Figura 20. Superficie de respuesta. Partículas de la malla 60, lecho fluidizado no electrostático70

Figura 21. Gráfica de residuales para el porcentaje de impregnación. Partículas de la malla 60/140, lecho fluidizado no electrostático73

Figura 22. Gráfica de contornos. Partículas de la malla 60/140, lecho fluidizado no electrostático74

Figura 23. Superficie de respuesta. Partículas de la mala 60/140, lecho fluidizado no electrostático74

Figura 24. Gráficas de residuales para el porcentaje de impregnación. Partículas de la malla 60, lecho fluidizado electrostático79

Figura 25. Gráficas de contornos. Partículas de la malla 60, lecho fluidizado electrostático80

Figura 26. Superficies de respuesta. Partículas de la malla 60, lecho fluidizado electrostático81

Figura 27. Gráficas de residuales para el porcentaje de impregnación. Partículas de la malla 60/140 Lecho fluidizado electrostático ...84

Figura 28. Gráficas de contornos. Partículas de la malla 60/140, lecho fluidizado electrostático86

Figura 29. Superficies de respuesta. Partículas de la mala 60/140, lecho fluidizado electrostático87

Figura 30. Superficies de respuesta obtenidas con los lechos fluidizados electrostático y no electrostático, partículas de la malla 6088

Figura 31. Superficies de respuesta obtenidas con los lechos fluidizados electrostático y no electrostático, partículas de la malla 60/140 ..89

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Tipos de razones señal/ruido para los diferentes tipos de respuesta en un diseño experimental Taguchi	25
Tabla 2. Diseño con arreglos internos y externos de un diseño experimental robusto Taguchi	38
Tabla 3. Diseño factorial completo con dos replicas, dos factores con dos niveles y un factor con tres niveles	42
Tabla 4. Codificación de los niveles de los factores.....	43
Tabla 5. Diseño factorial completo con dos replicas, dos factores con dos niveles y un factor con tres niveles, para el sistema electrostático	45
Tabla 6. Codificación de niveles de los factores del diseño experimental para el sistema electrostático	46
Tabla 7. Valores estadísticos de la distribución de tamaños de partícula para las diversas fracciones de polvo obtenidas por tamizado	51
Tabla 8. Valores estadísticos de la distribución de tamaños de partícula del polvo adherido a las fibras	51
Tabla 9. Diseño experimental robusto con arreglos internos y externos.....	57
Tabla 10. Efectos para las medias y efectos para los cocientes S/R.....	58
Tabla 11. Diseño factorial completo y porcentajes de impregnación cuando se emplean partículas de la malla 60	66
Tabla 12. Análisis de regresión y análisis de varianza del modelo experimental empleando partículas de la malla 60	67
Tabla 13. Diseño factorial completo y porcentajes de impregnación para partículas de la malla 60/140	71
Tabla 14. Análisis de regresión y análisis de varianza del modelo experimental empleando partículas de la malla 60/140	72
Tabla 15. Diseño factorial completo y porcentajes de impregnación cuando se emplean partículas de la malla 60. Lecho fluidizado electrostático	76
Tabla 16. Análisis de regresión y análisis de varianza del modelo experimental empleando partículas de la malla 60. Lecho fluidizado electrostático ..	77

Tabla 17. Diseño factorial completo y porcentajes de impregnación cuando se emplean partículas de la malla 60/140. Lecho fluidizado electrostático82

Tabla 18. Análisis de regresión y análisis de varianza del modelo experimental empleando partículas de la malla 60/140. Lecho fluidizado electrostático .83

RESUMEN

Fibras de aramida (Twaron) fueron impregnadas con polvo de polipropileno en un lecho fluidizado continuo y electrostático. El polipropileno en polvo fue dividido en fracciones que poseían una distribución de tamaños de partículas diferentes.

Los parámetros de proceso estudiados fueron: tamaño de partícula, altura de impregnación de las fibras, velocidad de flujo de aire alimentado al lecho fluidizado, tiempo de residencia de las fibras en el lecho fluidizado y voltaje del sistema electrostático; ya que ellos presentan una fuerte influencia sobre el grado de impregnación de la fibra con el polvo. Para este estudio, se utilizó la metodología Taguchi y de factorial completo para el diseño experimental.

Los diseños experimentales generaron modelos estadísticos que relacionan el porcentaje de impregnación con la altura de impregnación y el tiempo de residencia de las fibras dentro del lecho fluidizado. Con estos modelos se construyeron gráficas de contornos y gráficas de superficies de respuesta.

Los porcentajes de impregnación disminuyeron al incrementar la altura de impregnación de las fibras, desde 3 hasta 7 cm, y aumentaron al incrementar el tiempo de residencia desde 13 hasta 28 s. Las partículas de un tamaño promedio de 617 μm produjeron una respuesta cuadrática al variar la altura de impregnación y una respuesta lineal al variar el tiempo de residencia, mientras que las partículas de tamaño promedio de 302 μm produjeron una respuesta lineal al variar la altura de impregnación y/o el tiempo de residencia.

El porcentaje de impregnación mostró un incremento de 60 a 80 %, cuando se utilizó el sistema electrostático en el lecho fluidizado con las partículas de tamaño promedio 617 μm , la altura de impregnación de las fibras de 5 cm y un voltaje de 20 kV. Cuando se utilizaron partículas de 302 μm de tamaño promedio, una altura de 5 cm. y un voltaje de 10 kV, el porcentaje de impregnación disminuyó ligeramente respecto a la impregnación hecha en el lecho fluidizado no electrostático; sin embargo, a una altura de impregnación entre 5.5 y 7 cm, los porcentajes de impregnación fueron similares tanto con el sistema electrostático como sin él.

ABSTRACT

Aramid fibers (Twaron) were impregnated with polypropylene powder in a continuous and electrostatic fluidized bed. The powder was divided in fractions with different particle size distributions.

The impregnation parameters; particle size, fiber impregnation height, velocity of the air flux fed to the fluidized bed, fiber residence time and voltage of the electrostatic system, controlled the amount of powder impregnated on the surface of the fiber, and for this reason. They were studied using the Taguchi and full factorial methodologies for experimental design.

The analysis of these experimental designs, led to statistical models for the fiber impregnation percentage as a function of the fiber impregnation height and the fiber residence time. These statistical models were used to construct contour graphs and surface response graphs.

The fiber impregnation percentage decreased as the fiber impregnation height was increased; and increased as the fiber residence time increased.

When the average particle size was 617 μm and the impregnation height was among 3 and 7 cm, the process produced a quadratic response on the impregnation degree. When the fiber residence time was among 12 and 18 s, the process produced a linear response on the impregnation degree.

The powder particles with an average size of 302 μm showed an impregnation model with a lineal response when the fiber impregnation height and/or the fiber residence were changed.

The impregnation content increased from 60 to 80 % when the electrostatic fluidized bed was used and the process parameters were set at: average particle size of 617 μm , fiber impregnation height of 5 cm, voltage of 20 kV.

When the process parameters were set at: average particle size of 302 μm fiber impregnation height of 5 cm and applied voltage of 10 kV, the impregnation content had a slight decrease compared to the non electrostatic fluidized bed. Nevertheless, when the fluidized bed was set at fiber impregnation height between 5.5 and 7 cm, the impregnation percentage did not significantly change with and without the electrostatic system.

INTRODUCCIÓN

Los materiales poliméricos que han sido reforzados con fibras, son conocidos como materiales compuestos fibro-reforzados o materiales compuestos estructurales y consisten, es su forma más básica, de una matriz polimérica reforzada con fibras metálicas, cerámicas o poliméricas.

Existe un creciente interés por el uso de materiales con matrices termoplásticas para aplicaciones estructurales, ya que se caracterizan por una vida de anaquel infinita, ciclos de procesamiento cortos, alta resistencia al impacto, alta resistencia a la corrosión, alta resistencia a la fatiga y facilidad para el reciclaje. Sin embargo, la propagación de estos materiales ha sido frenada por la falta de técnicas de manufactura que faciliten su producción a nivel industrial de una manera cómoda y económica.

Muchas de las técnicas tradicionales para impregnar fibras con matrices termofijas no son aplicables en la producción de materiales fibro-reforzados termoplásticos, principalmente porque las matrices termoplásticas son más viscosas que las termofijas. Existen diferentes métodos para producir materiales fibro-reforzados utilizando matrices termoplásticas, los métodos más comunes son: mezcla en fundido, disolución con solventes, suspensión de partículas e impregnación con polvos secos. De estas técnicas, la impregnación por polvos ofrece las mejores ventajas como: 1) menores costos de procesamiento al no utilizar solventes ni necesitar etapas de eliminación y recuperación de los mismos, 2) la emisión de compuestos orgánicos volátiles (VOC) es nula, 3) existe un contacto íntimo entre la resina y las fibras sin introducir residuos al sistema, que pudieran causar imperfecciones en el producto final.

Para el presente trabajo, se modificó un lecho fluidizado que pertenece a un sistema continuo de impregnación por el método de polvos y se estudió el efecto de los parámetros de control sobre el porcentaje de impregnación.

Las modificaciones al lecho fluidizado permitieron: cambiar el polvo y limpiar el lecho con facilidad, variar la altura de impregnación de las fibras y aplicar un

voltaje al lecho fluidizado para aumentar la atracción electrostática entre las partículas de polvo y las fibras.

Los porcentajes de impregnación fueron estudiados utilizando diseños experimentales factoriales, que generaron modelos estadísticos del comportamiento del proceso de impregnación, en función de los diversos parámetros que lo controlan. Estos modelos fueron graficados como superficies de respuesta del proceso de impregnación.

OBJETIVOS

Objetivo general.

Estudiar y controlar la atracción fibra-partícula dentro de un lecho fluidizado continuo para un sistema PP/Twaron®.

Objetivos particulares.

Determinar la distribución del tamaño de partícula que son atrapadas por las fibras.

Construir un lecho fluidizado electrostático continuo para atraer a las partículas de PP hacia la fibra Twaron®.

Estudiar la atracción fibra-partícula utilizando el lecho fluidizado electrostático.

Estudiar los porcentajes de impregnación, a lo largo de las fibras, controlando: la altura de impregnación, tiempo de residencia, el tamaño de partícula y la cantidad de polvo dentro de lecho.

CAPÍTULO 1

Marco Teórico.

1.1 Materiales compuestos poliméricos.

Los materiales compuestos están formados de dos o más componentes con propiedades físicas o químicas diferentes, unidos entre ellos, por una interfase. Las propiedades mecánicas de los materiales compuestos son superiores a la simple suma de las propiedades de sus componentes.

El material compuesto más antiguo del que se tiene registro es una mezcla de paja y barro utilizada para hacer ladrillos para la construcción, mientras que uno de los más avanzados, es la resina epóxica reforzada con fibras de carbón y que es utilizado en la fabricación de naves espaciales.

En general, en un material compuesto se pueden distinguir dos fases: la matriz y el refuerzo. La matriz rodea y soporta al material de refuerzo manteniendo la forma del material compuesto. El refuerzo imparte sus propiedades físicas y mecánicas para mejorar las propiedades de la matriz.

La estructura y las propiedades de la interfase fibra matriz juegan un papel importante en las propiedades físicas y mecánicas de los materiales compuestos. En particular, las grandes diferencias entre las propiedades elásticas de la matriz y de las fibras deben estar comunicadas a través de la interfase o, en otras palabras, los esfuerzos que actúan sobre la matriz se transmiten a las fibras a través de la interfase. La figura 1a muestra un ejemplo en donde el material compuesto está representado por hojas alternadas de material con diferentes propiedades elásticas. En ausencia de una unión química, física o mecánica entre las capas, el material compuesto no tiene resistencia a tracción en la dirección AA' normal a los planos de las caras. La resistencia y módulo elástico en la dirección BB' paralela a las caras, dependerá de la forma en que esté sujeta la muestra. Si no existe unión y se hace una sujeción adhesiva sencilla con las caras exteriores (figura 1b) la resistencia estará limitada a la resistencia de las capas exteriores puesto que la carga aplicada es íntegramente soportada por estas capas. Por otra parte, si

las capas se amordazan todas (figura 1c), todas ellas soportan la carga y el material compuesto será mas fuerte y rígido. De este ejemplo se sigue que si se quiere aprovechar la gran resistencia de las fibras, estas deberán estar unidas fuertemente a la matriz. [1]

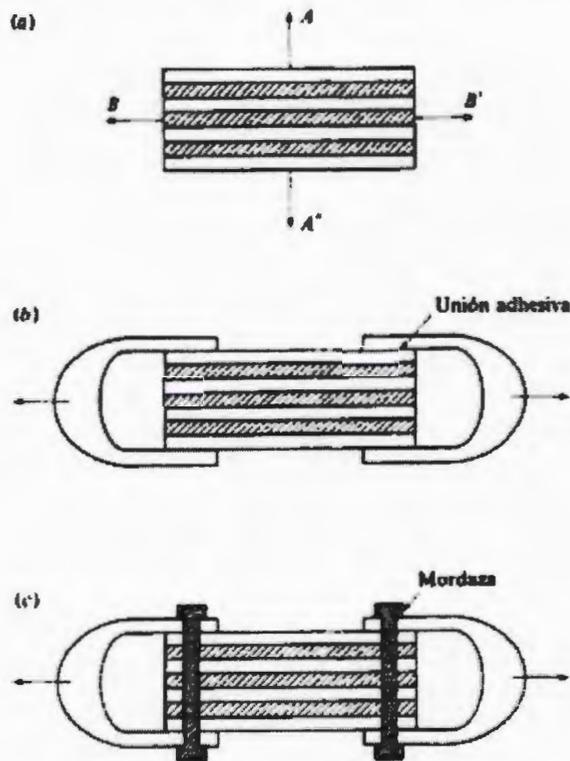


Figura 1. Diagrama esquemático de material compuesto de capas, para ilustrar la importancia de resistencia de la unión de la interfase.

Los materiales compuestos pueden ser divididos en tres grandes grupos:

a) *Materiales compuestos poliméricos reforzados con partículas.* Los cuales están formados por partículas de un material duro y frágil dispersas discretamente y uniformemente rodeadas por una matriz más blanda y dúctil.

b) *Materiales compuestos poliméricos reforzados con fibras.* Los polímeros fibro-reforzados particularmente, son materiales cuya matriz polimérica está rellena con fibras, que sirven para soportar esfuerzos mecánicos o para controlar la deformación provocada por la aplicación de una fuerza, mientras

que la matriz polimérica actúa como un medio de transferencia de esfuerzos y proporciona continuidad e integridad estructural.

Las fibras más comunes para reforzar matrices poliméricas son: vidrio, carbono y aramida, aunque, también pueden ser metálicas, poliméricas, naturales o cerámicas.

Las matrices poliméricas pueden clasificarse en termofijas y termoplásticas; las primeras son una mezcla de compuestos químicos (por ejemplo, una resina epoxi o poliéster), que reaccionan después de ser agregados al refuerzo para formar una matriz sólida que únicamente puede moldearse antes de que las reacciones de entrecruzamiento ocurran. En el caso de las matrices termoplásticas, estas pueden ser suavizadas, moldeadas o reprocesadas mediante la aplicación de calor.

Las propiedades de los materiales fibro-reforzados dependen no sólo de las propiedades de los constituyentes, de la cantidad de éstos, de su distribución o de la forma en que son procesados, sino principalmente de la interfase.

1.1.1 Interfase fibra-matriz.

La interfase fibra-matriz proporciona la integridad estructural a un material compuesto fibro-reforzado y normalmente se encuentra en la región intermedia de unión entre la fibra y la matriz.

En la interfase pueden existir al menos tres tipos de uniones: química, eléctrica y mecánica. La unión química ocurre cuando moléculas de la matriz reaccionan con moléculas de las fibras dentro de la interfase. La unión eléctrica es originada por fuerzas electrostáticas entre las moléculas de la fibra y la matriz. La unión mecánica ocurre cuando las moléculas de la fibra y la matriz dentro de la interfase se enredan o enganchan unas con otras sin reaccionar químicamente.

1.1.2 Materiales compuestos termoplásticos.

Los materiales compuestos termoplásticos evolucionaron a partir de los materiales compuestos estructurales (resinas epoxi o poliéster reforzadas con fibras continuas, por ejemplo) y aunque tienen buenas propiedades mecánicas,

baja densidad, proporcionan aislamiento térmico y resistencia al medio ambiente, estos materiales carecen de estabilidad química, es decir, un preimpregnado (forma normal de comercialización que consiste de fibras mojadas con el monómero) tiene una vida de anaquel limitada y no puede ser reprocesado.

Los materiales compuestos termoplásticos adolecen de este problema ya que, utilizan una matriz termoplástica; cuando un material compuesto termoplástico es calentado, este se reblandece y puede ser moldeado sin degradarse; y cuando el material se enfría, adquiere su forma final. El ciclo de calentamiento/enfriamiento puede repetirse muchas veces, proporcionando al material compuesto una vida de anaquel casi indefinida.

1.1.3 Materiales compuestos estructurales.

Los materiales compuestos estructurados pueden ser simples o complejos, sus propiedades dependen fundamentalmente de su geometría y de su diseño. Los más abundantes son los laminares y los llamados paneles tipo sándwich.

Los materiales compuestos laminares están formados por paneles unidos entre ellos por algún tipo de adhesivo u otra unión. Lo más usual es que cada lámina esté reforzada con fibras y que éstas tengan una dirección preferente, en la que es más resistente. De esta manera obtenemos un material pseudo-isotrópico, ya que mantiene unidas varias capas marcadamente anisotrópicas. Por ejemplo, en el caso de la madera contrachapada, las direcciones de máxima resistencia forman entre sí ángulos rectos.

Los paneles tipo sándwich consisten de dos láminas exteriores de elevada dureza y resistencia, (normalmente plásticos reforzados o titanio), separadas por un material menos denso y menos resistente (polímeros espumosos, cauchos sintéticos, madera balsa o cementos inorgánicos). Estos materiales se utilizan con frecuencia en construcción, en la industria aeroespacial y en la fabricación de condensadores eléctricos multicapas. La figura 2 muestra el diagrama de un panel tipo sándwich.

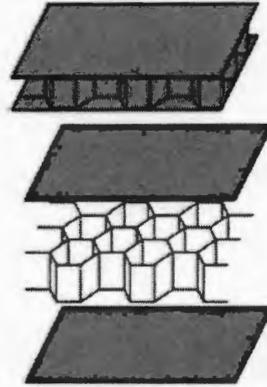


Figura 2. Panel tipo sándwich con núcleo en forma de panal.

1.2 Poliamidas aromáticas.

Las poliamidas aromáticas se forman mediante reacciones químicas entre diaminas aromáticas y cloruros aromáticos diácidos en un solvente amida. Estas reacciones conducen a la formación de enlaces amida entre grupos aromáticos. Las poliamidas aromáticas son usadas en la producción de fibras con una excepcional resistencia al calor, a la flama y con un alto módulo elástico y una gran resistencia a la tensión.

Las fibras de poliamidas aromáticas exhiben propiedades físicas inusuales por esta razón, en 1974 la comisión federal de comercio de los Estados Unidos adoptó el término *aramida* para designar a las fibras de este tipo. La definición de aramida es: fibra en cuya conformación molecular posee una cadena larga en la que por lo menos el 85 % de los enlaces amida (- CO - NH -) están unidos a dos anillos aromáticos. Las aramidas de uso comercial tienen el 100 % de sus enlaces amida unidos a dos anillos aromáticos.

Las fibras de aramida no funden en el sentido convencional porque la descomposición generalmente ocurre simultáneamente. Un termograma de análisis térmico diferencial de una fibra de aramida, normalmente muestra un pico endotérmico en un intervalo de 400 a 550 °C. La T_g se encuentra dentro del intervalo de 250 a 400 °C. La pérdida de peso, determinada por un análisis termogravimétrico con atmósfera inerte, comienza alrededor de los 425 °C.

Las fibras de aramida se caracterizan por una resistencia a la tensión, módulo elástico y deformación a la fractura de media a ultra alta. La mayoría de estas fibras son altamente cristalinas o cristalizables con densidades entre 1.35 y 1.45 g/cm³ [5].

1.2.1 Twaron.

El Twaron es una poliamida, en la cual todos los grupos amida están separados por grupos *para*-fenileno, es decir, las uniones amida se encuentran en el anillo fenilo en posiciones opuestas; en los carbonos 1 y 4. La estructura química del Twaron se muestra en la figura 3.

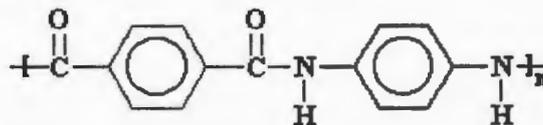


Figura 3. Estructura química del Twaron

Las fibras de Twaron son fibras sintéticas muy fuertes y resistentes al calor, son utilizadas en aplicaciones náuticas, militares, aeroespaciales, para la fabricación de ropa balística, materiales compuestos, etc.

La nomenclatura química del Twaron es: *para*-fenileno tereftalamida (PpPTA). Su forma más simple es resultado de la combinación de *p*-fenileno diamina (PPD) con dicloruro tereftaloilo (TDC); esta mezcla utiliza como solvente la *N*-metil pirrolidona (NMP) y un componente iónico (CaCl₂) para bloquear los enlaces de hidrógeno de los grupos amida [6].

Antes de la invención de este proceso por Leo Vollbracht, quien trabajaba para la compañía química holandesa AKZO, no se conocían medios prácticos para disolver al Twaron. Este método fue utilizado por DuPont, que inicialmente utilizaba un solvente cancerígeno: Hexametilfosfoamarida (HMPT); debido a esto, AKZO inició una guerra de patentes con DuPont. A pesar de las intensas investigaciones de DuPont, actualmente utiliza la patente de AKZO, que emplea al NMP, para la producción del *Kevlar* (otra fibra de aramida).

La fabricación de las fibras de Twaron se realiza por el método de hilado en húmedo, que consiste en disolver el polímero en una mezcla química para

después formar fibras sólidas jalando y enrollando la disolución pseudo-líquida. Para disolver al Twaron se utiliza ácido sulfúrico al 99.98 %. El polímero en forma de polvo se mezcla con ácido sulfúrico congelado en polvo y la mezcla se calienta ligeramente. El proceso para elaborar fibras fue inventado por Henri Lammers y patentado por AKZO [6].

1.3 Partículas sólidas.

Las partículas individuales sólidas se caracterizan por su tamaño, forma y densidad. Las partículas de sólidos homogéneos tienen la misma densidad que el material original. Las partículas que se obtienen por el rompimiento de un sólido compuesto, tal como una mena metálica, tienen varias densidades, por lo general diferentes de la densidad del material original. El tamaño y la forma se especifican fácilmente para partículas regulares, tales como esferas y cubos, pero en el caso de partículas irregulares (granos de arena o láminas de mica) los términos tamaño y forma no resultan tan claros y es preciso definirlos de manera arbitraria [7].

1.3.1 Análisis por tamizado.

Para medir el tamaño (y la distribución de tamaños) de las partículas en el intervalo comprendido entre 76 mm y 38×10^{-3} mm se utilizan tamices estándar. Estos tamices se construyen con telas de alambre, cuyas dimensiones están cuidadosamente estandarizadas. Las aberturas son cuadradas y cada tamiz se identifica por el número de mallas por pulgada. Sin embargo, las aberturas reales son menores que las correspondientes al número de mallas, debido al espesor de los alambres. Las series de tamices se basa en la abertura del tamiz de 200 mallas, que es de 0.074 mm de longitud. El área de las aberturas de un tamiz cualquiera de la serie es exactamente el doble de la abertura del tamiz próximo más pequeño.

Para realizar un análisis de tamaños de partículas, se coloca un conjunto de tamices estandarizados, acoplados en serie, con el tamiz más pequeño en el fondo y el más grande en la parte superior. La muestra se coloca en el tamiz

superior y el conjunto se somete a sacudidas mecánicas durante un tiempo determinado (20 minutos). Las partículas retenidas sobre cada tamiz se retiran y se pesan, y las masas de los incrementos individuales sobre cada tamiz se convierten en fracciones o porcentajes de masa de la muestra total [7].

1.4 Lechos fluidizados.

Cuando un líquido o un gas pasan a baja velocidad a través de un lecho de partículas sólidas, las partículas no se mueven pero, si la velocidad del fluido es incrementada de manera progresiva, aumenta la caída de presión y el rozamiento sobre las partículas individuales, y eventualmente, las partículas comienzan a moverse y quedan suspendidas en el fluido.

Las expresiones fluidización y lecho fluidizado se utilizan para describir la condición de las partículas suspendidas, toda vez que la suspensión se comporte como un fluido denso [7].

Un lecho fluidizado convencional es un tubo vertical parcialmente lleno con un fino material granular (figura 4). El tubo está abierto por la parte superior y tiene una placa porosa en el fondo para soportar el lecho y para distribuir uniformemente el flujo de aire en toda la sección transversal. El aire entra por debajo de la placa distribuidora con una baja velocidad de flujo y asciende a través del lecho sin dar lugar a ningún movimiento de las partículas. A medida que aumenta la velocidad, aumenta la caída de presión, pero las partículas no se mueven y la altura del lecho permanece invariable. Para una cierta velocidad, la caída de presión a través del lecho es equilibrada ya sea a la fuerza de gravedad sobre las partículas o bien al peso del lecho; un posterior aumento de la velocidad provoca el movimiento de las partículas. Al aumentar aun más la velocidad, las partículas están suficientemente separadas entre sí como para poder moverse en el lecho y entonces comienza la verdadera fluidización [7].

Una vez que el lecho está fluidizado, la caída de presión a través del lecho permanece constante, pero la altura del lecho continúa aumentando al aumentar el flujo. El lecho puede operar con grandes velocidades y con muy

poca o ninguna pérdida de sólidos, toda vez que la velocidad superficial que se requiere para soportar el lecho de partículas es mucho menor que la velocidad terminal (velocidad máxima alcanzada por una partícula bajo las condiciones de fluidización) para partículas individuales [7].



Figura 4. Lecho fluidizado convencional

1.4.1 Lechos fluidizados electrostáticos.

Un lecho fluidizado electrostático, a diferencia de uno no-electrostático, genera un alto voltaje sobre el plato agujerado para cargar las partículas del lecho. Las partículas cargadas son repelidas por el plato y por ellas mismas, formando una nube de polvo cargada eléctricamente. Estas partículas cargadas electrostáticamente pueden ser utilizadas para recubrir un objeto conectado a tierra física.

Las ventajas de un lecho fluidizado electrostático son: las partes a impregnar no necesitan ser precalentadas y productos pequeños como componentes eléctricos pueden impregnarse rápido y uniformemente. Sus desventajas son: el tamaño de las piezas a impregnar es limitado y los bordes interiores de las piezas tienen espesores de cobertura pequeños debido al efecto de la jaula de Faraday [8].

1.4.1.1 Electrización por inducción.

Un cuerpo cargado eléctricamente puede atraer a otro cuerpo que está neutro. Cuando se acerca un cuerpo electrizado a un cuerpo neutro, se establece una interacción eléctrica entre las cargas del primero y las del cuerpo neutro. Como resultado de esta interacción, la distribución inicial de cargas se altera: el cuerpo electrizado provoca el desplazamiento de los electrones libres del cuerpo neutro. En este proceso de redistribución de cargas, la carga neta inicial no ha variado en el cuerpo neutro, pero en algunas zonas se carga positivamente y en otras negativamente. Se dice que aparecen cargas eléctricas inducidas. Entonces el cuerpo electrizado, denominado inductor, induce una carga con signo contrario en el cuerpo neutro y por lo tanto, lo atrae. La aparición de cargas inducidas se produce tanto en conductores como en dieléctricos, aunque el mecanismo por el que se produce esta aparición en unos y en otros es distinto. Para el caso de conductores, los responsables son los electrones libres capaces de moverse en el seno del conductor cuando son influidos por la presencia del inductor. Los dieléctricos carecen de electrones libres y las cargas inducidas se hacen presentes debido al fenómeno de polarización eléctrica [9].

1.4.1.2 Polarización eléctrica.

Algunas sustancias, como el agua, presentan moléculas denominadas *moléculas polares*. En ellas, el centro de las cargas positivas no coincide con el de las negativas, y por tanto hay una asimetría en la distribución de cargas en la molécula, como se ilustra en la figura 5. Las sustancias cuyas moléculas poseen cargas eléctricas distribuidas en forma simétrica se denominan *apolares*. Considérese un dieléctrico puro, no electrizado, cuyas moléculas son polares y que está lejos de influencias eléctricas externas. En estas condiciones, las moléculas de esta sustancia están distribuidas al azar, como se representa en la figura 5a. Al acercarse a este dieléctrico un cuerpo electrizado (por ejemplo, con carga positiva), la carga de este último actuará sobre las moléculas del aislante, haciendo que se orienten y alineen en la forma indicada en la figura 5b. Cuando esto sucede, se dice que el dieléctrico está *polarizado*.

La figura 5c muestra que el efecto final de esta polarización que consiste en la aparición de cargas negativas y positivas distribuidas tal como se ve en la figura; obsérvese que aún cuando la carga total del dieléctrico es nula, la polarización hace que se manifiesten cargas eléctricas de signos opuestos de manera similar a lo que sucede cuando se carga un conductor por inducción. Si el dieléctrico estuviera constituido por moléculas apolares, se observaría el mismo efecto final, ya que con la aproximación del cuerpo electrizado, las moléculas se volverían polares y, por consiguiente, se alinearían como se muestra en la figura 5b [9].

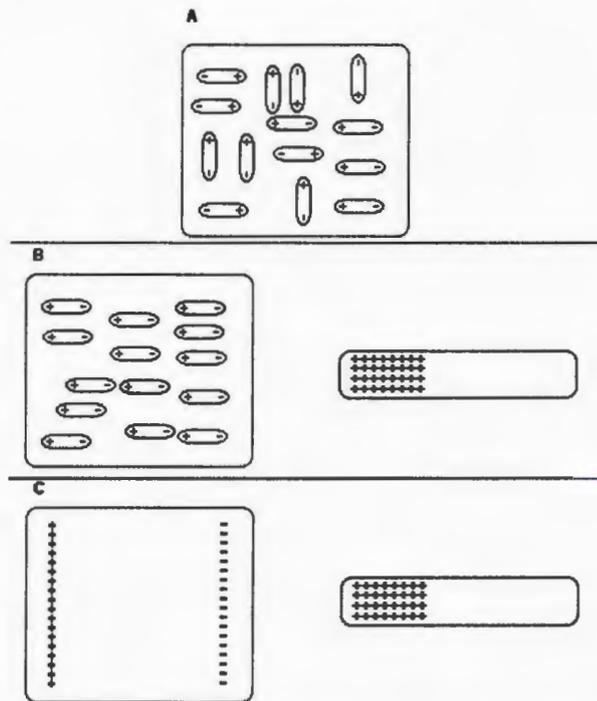


Figura 5. Polarización eléctrica. A) Moléculas polares, de un material dieléctrico, sin influencias eléctricas externas. b) Orientación de las moléculas del dieléctrico debido a la proximidad de un cuerpo cargado eléctricamente, c) Efecto final de la polarización eléctrica

1.5 El estudio del proceso de impregnación mediante lechos fluidizados.

Los primeros artículos sobre el proceso de impregnación utilizando lechos fluidizados convencionales se escribieron hace más de 40 años. En 1962

Richart et al [10] y después en 1966 Pettigrew [11] et al desarrollaron una investigación experimental detallada que cubrió las características más atractivas de la tecnología así como, la influencia de las variables de control de los lechos fluidizados, pretratamiento de los objetos a impregnar, métodos de precalentamiento, inmersión dentro del lecho fluidizado (en función del tiempo, uniformidad del espesor, etc), postcalentamiento de la pieza a impregnar y la impregnación de formas geométricas complejas y como el recubrimiento se comporta al impregnar estas formas [12].

A partir de los años 70 los lechos fluidizados fueron estudiados detalladamente, demostrando que son una alternativa, de bajo costo y amigable con el ambiente, para los procesos de recubrimientos y pinturas. M. Elmas *et al* [13] en 1970, con base en la teoría de la fluidización, predijo la velocidad de impregnación con polvo polimérico utilizando un lecho fluidizado. Este estudio concluyó que la velocidad de crecimiento del espesor del recubrimiento estaba en función de las propiedades físicas de este material y del material a recubrir, la temperatura del lecho fluidizado, el tiempo de inmersión del objeto a impregnar y el coeficiente de transferencia de calor entre la superficie a impregnar y el lecho fluidizado.

En un principio, los lechos fluidizados fueron utilizados en recubrir piezas metálicas grandes como tanques o tuberías y muebles para exteriores. Después, los lechos fluidizados se emplearon para recubrir piezas de formas complejas como rotores y piezas construidas con alambres. En la actualidad, la aplicación de los lechos fluidizados se ha extendido al recubrimiento con películas delgadas para propósitos de protección o aislamiento [14].

M. Barletta y V. Tagliaferri (2004) [8] realizaron el análisis de un proceso de impregnación con un lecho fluidizado electrostático. En el proceso de impregnación utilizaron una mezcla de polvo de resinas epoxi-poliéster para recubrir láminas de acero al carbón y se analizó la influencia de las variables de proceso en el recubrimiento de las láminas. Para el análisis de estas variables se utilizó un modelo experimental Taguchi y después se construyeron mapas de proceso para identificar las mejores condiciones del proceso de recubrimiento.

M. Barletta y V. Tagliaferri (2005) [15] estudiaron la impregnación de vigas de acero con un polímero comercial, Plastcoat utilizando un lecho fluidizado electrostático. En este trabajo utilizaron un diseño factorial completo y mapas de proceso para estudiar la influencia de las variables operativas sobre la efectividad del proceso de recubrimiento, su espesor y uniformidad.

1.5.1 Fabricación de preimpregnados poliméricos utilizando lechos fluidizados.

El uso de materiales compuestos poliméricos termoplásticos ha estado limitado por la falta de técnicas confiables para fabricar preimpregnados flexibles con calidad uniforme. La impregnación de fibras utilizando polvos secos ofrece una solución a bajo costo para este problema.

Un proceso ideal de impregnación con polvos deberá tener las siguientes características para utilizarse en la fabricación de materiales compuestos:

- El proceso deberá ser independiente de la viscosidad de la matriz. La mayoría de las matrices termoplásticas de alto desempeño son muy viscosas (104 a 105 Poise) arriba de su punto de reblandecimiento (amorfos) o de su temperatura de fundido (semi cristalino). El proceso de impregnación con polvos evade el problema de la alta viscosidad de las matrices al recubrir las fibras con partículas finas de manera que cuando la matriz se consolide térmicamente, las partículas fluyan distancias muy cortas del orden de micras.
- El proceso deberá evitar el uso de fijadores ni solventes que pudieran interferir con la matriz o la interfase del material compuesto. Cuando solventes no son evaporados pueden producir vacíos dentro del material compuesto que deterioran las propiedades mecánicas.
- Para obtener una impregnación óptima, el tamaño promedio de las partículas de la matriz deberá ser aproximadamente igual o menor a las dimensiones de las fibra.
- La concentración de las partículas de polvo dentro de la cámara de impregnación donde las partículas están en contacto con las fibras debe ser constante y controlable en todo momento.

- El mecanismo de adhesión de las partículas hacia las fibras deberá ser controlado y comprendido.
- Los preimpregnados deberán ser flexibles para que los pasos posteriores como el embobinado o tejido se realicen con facilidad [16].

A. Ramasamy y Y. Wang (1996) [17] fabricaron preimpregnados termoplásticos utilizando un lecho fluidizado y los caracterizaron mecánicamente.

1.6 Diseño experimental.

El diseño de experimentos es una metodología utilizada para determinar el tipo y la forma en la que ciertas pruebas deben realizarse, para obtener datos que al analizarlos estadísticamente, se obtengan decisiones y conclusiones que deriven en la mejora del desempeño de un proceso. El diseño experimental consiste de un conjunto de técnicas estadísticas y de ingeniería que permiten alcanzar la máxima eficacia de los procesos de producción al menor costo [18].

1.6.1 El diseño robusto (Taguchi).

El diseño de experimentos Taguchi tiene su origen en las ideas del ingeniero japonés Genichi Taguchi, quien desarrolló su propia filosofía y métodos de ingeniería de calidad desde la década de los años cincuenta. Una de sus aportaciones más importantes, es la introducción de lo que él llamó diseño de parámetros, y que ahora se conoce como diseño robusto. Este diseño determina los niveles de los parámetros de un proceso, de tal forma que cada característica del producto se desempeñe con una variación mínima alrededor de su valor objetivo.

El término parámetro se refiere a los factores o variables del proceso. El concepto de robustez se refiere a hacer un producto o proceso insensible o resistente a factores de ruido que no son controlables. La metodología Taguchi establece tres metas:

1. Diseños robustos (insensibles) ante el medio ambiente para productos y procesos;

2. Diseño y desarrollo de productos de modo que sean robustos a la variación de los componentes;
3. Minimización de las variaciones respecto a un valor objetivo.

Algunas ventajas del diseño robusto respecto al diseño clásico son:

1. El diseño clásico no considera la posibilidad de minimizar el efecto de un factor de ruido, sin tener que controlarlo directamente;
2. El diseño clásico centra su atención en mejorar el desempeño de la media del proceso, muchas veces ignorando el comportamiento de la varianza. Con el diseño robusto es típico enfocar el análisis al revés: primero se minimiza la varianza y después se lleva la media a su valor objetivo;
3. El reconocer que durante las etapas de diseño de un nuevo producto y en el diseño del proceso, es cuando el diseño de experimentos puede tener el mayor impacto;
4. El diseño con arreglo interno y externo permite introducir el efecto de los factores de ruido en cada combinación de los factores controlables [18].

1.6.1.1 Tipos de factores en el diseño robusto.

En un proceso existen básicamente dos tipos de factores: controlables y no controlables (o de ruido). Por lo regular, los factores de estudio son controlables. Sin embargo, en un diseño robusto es conveniente tener una clasificación detallada del tipo de factores controlables que pueden influenciar la media y la variabilidad de la respuesta de interés de un proceso. Se pueden distinguir cuatro tipos de factores (controlables o no controlables):

1. Afecta la media y la variabilidad.
2. Afecta solo a la variabilidad.
3. Afecta solo a la media.
4. No afecta a la media y a la variabilidad.

Entre los factores no controlables encontramos a los factores de ruido, que pueden dividirse en: internos y externos.

El ruido externo es causado por el ambiente en el que el proceso o el producto se desempeñan y a la carga de trabajo a la que son sometidos.

El ruido interno en un proceso es causado por la falta de uniformidad de operación, del proceso de producción, como resultado de la variabilidad entre los diferentes equipos que lo conforman.

El factor señal, es un factor que puede ser modificado por el usuario; ya que permite cambiar la operación de un proceso de acuerdo con la respuesta deseada por el usuario. La figura 6 muestra un diagrama de los diferentes factores [11]. Los valores que se asignan a los factores se conocen como niveles por ejemplo: el factor temperatura y nivel 1 20 °C, nivel 2 35 °C, nivel 3 50° C, etc.

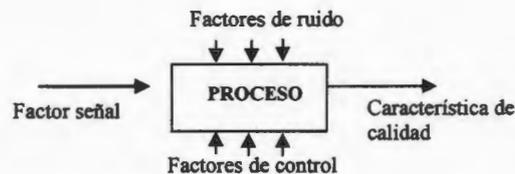


Figura. 6. Diagrama de los diferentes tipos de factores de un diseño robusto.

1.6.1.2 Arreglos ortogonales.

Los arreglos ortogonales son diseños propuestos por Taguchi que, como su nombre lo indica, tienen la propiedad de ortogonalidad (tal y como ocurre con los diseños factoriales clásicos). Una matriz de un diseño experimental consiste de una serie de columnas en donde se relacionan los niveles de los factores con el número de corridas experimentales; por lo tanto, una matriz de este tipo se dice que es ortogonal, si sus columnas son linealmente independientes, es decir. Una matriz ortogonal es un conjunto de números ordenados en filas y columnas de tal forma que cada par de columnas es ortogonal entre sí [19]; cuando se utiliza en un experimento, cada fila representa la combinación de los niveles de los factores en una condición dada. Cada columna representa un factor específico que puede cambiar de nivel de un experimento a otro.

Dependiendo del número de factores a estudiar en un arreglo ortogonal particular se pueden presentar tres casos: un diseño factorial completo, que es el conjunto de tratamientos o corridas experimentales que pueden formarse considerando todas las posibles combinaciones de los niveles de los factores.

Un diseño factorial fraccionado, en donde se elige adecuadamente una parte o fracción de los tratamientos de un diseño factorial completo, con la intención de poder estudiar el efecto de los factores utilizando menos corridas experimentales. Y un diseño factorial mixto, donde se estudian algunos o todos los factores en el experimento, en distinta cantidad de niveles, por ejemplo, tres factores con dos niveles cada uno y dos factores con tres niveles cada uno, en este factorial mixto se estudiaría un conjunto de factores con ciertos niveles pero no se estudiarían todas las posibles combinaciones de los factores con sus respectivos niveles.

La figura 7 presenta un arreglo ortogonal L_8 , que equivale a un diseño factorial completo, fraccionado, o mixto, dependiendo del número de factores a estudiar, y esta conformado por ocho diferentes combinaciones de niveles, también conocidas como corridas experimentales (el subíndice en la notación L_i representa el número de corridas de un arreglo). Un arreglo L_8 es normalmente usado para estudiar de dos a siete factores con dos niveles cada uno; la lista en la parte inferior de la figura 7, corresponde a la forma en la que las columnas son asignadas a los factores, cada columna equivale a un factor, los números uno y dos en cada fila, representan el nivel asignado a cada uno de los factores en cada una de las 8 corridas experimentales. En las columnas del arreglo de la figura 7 son ortogonales porque los niveles de los factores aparecen en igual proporción en cada columna (cada columna tiene cuatro veces el nivel 1 y cuatro veces el nivel 2).

Si experimentalmente se requiere estudiar un mayor número de niveles para cada factor, es necesario cambiar de arreglo, por ejemplo los arreglos L_9 y L_{18} permiten estudiar factores con tres niveles.

Arreglo L_8 (fracción 2^{7-4})							
Num. de corrida	Número de columna						
	1	2	3	4	5	6	7
1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2	2
3	1	2	2	1	1	2	2
4	1	2	2	2	2	1	1
5	2	1	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1	2	1
7	2	2	1	1	2	2	1
8	2	2	1	2	1	1	2

2 factores: columnas 1,2.
3 factores: columnas 1,2,4.
4 factores: columnas 1,2,4,7.
5 factores: columnas 1,2,4,7,8.
6 factores: columnas 1,2,4,7,8,5.
7 factores: las siete columnas.

Figura 7. Arreglo Taguchi ortogonal L_8

Taguchi acomoda las columnas de los arreglos ortogonales en un orden diferente a los de Yates en los diseños factoriales tradicionales [11]. Un diseño experimental propuesto por Taguchi para determinar las condiciones de operación robustas a uno o varios factores de ruido, es el diseño de arreglo interno y externo: Una vez identificados los factores de control y los factores de ruido con los que se quiere experimentar, se construyen dos arreglos ortogonales, uno para cada tipo de factores: Un arreglo interno, L_i , para los factores de control y un arreglo externo, L_j , para los factores de ruido. Estos arreglos son propuestos por Taguchi y son seleccionados de acuerdo al número de factores y al número de niveles de cada factor. El diseño consiste en sobreponer ambos arreglos de manera que en cada combinación de factores se prueben todas las combinaciones de los factores de ruido [18]. Cada corrida experimental del diseño robusto, es una combinación de los niveles de los factores de control y los factores de ruido. La figura 8 muestra un diseño con arreglo interno y externo, con siete factores de control y cuatro de ruido, este diseño consta de 72 corridas experimentales.

		Arreglo externo										Media	Razón señal ruido					
		N	1	2	3	3	1	2	2	3	1							
Factores de ruido	M	1	2	3	2	3	1	3	1	2								
	L	1	2	3	1	2	3	1	2	3								
	K	1	1	1	2	2	2	2	3	3	3							

		Factores controlables															Media	Razón señal ruido		
		A	B	C	D	E	F	G												
Arreglo interno	1	1	1	1	1	1	1	1	y ₁₁	y ₂₂	*	*	*					y ₁₉	Y ₁	S/R ₁
	1	1	1	2	2	2	2	2	y ₂₁	y ₂₂	*	*	*					y ₂₉	Y ₂	S/R ₂
	1	2	2	1	1	2	2	2	*	*								*	Y ₃	S/R ₃
	1	2	2	2	2	1	1	1	*	*								*	Y ₄	S/R ₄
	2	1	2	1	2	1	2	2	*	*								*	Y ₅	S/R ₅
	2	1	2	2	1	2	1	1											Y ₆	S/R ₆
	2	2	1	1	2	2	1	1											Y ₇	S/R ₇
	2	2	1	2	1	1	2	2	y ₈₁	y ₈₂	*	*	*					y ₈₉	Y ₈	S/R ₈

Figura 8. Diseño Taguchi con arreglo interno (L₈) y arreglo externo (L₉).

El concepto de ortogonalidad es similar al empleado en algebra lineal y la teoría matricial. Una matriz ortogonal es una matriz cuadrada Q que al hacerla transpuesta QT, se obtiene su matriz inversa I: Q^TQ = QQ^T = I. El determinante de una matriz ortogonal es 1.

1.6.1.3 El cociente Señal/Ruido.

Para el análisis del diseño con arreglo interno y externo, Taguchi propone una estrategia de dos pasos basada en un valor estadístico de desempeño que le llama cociente o razón señal/ruido (*signal to noise ratio*). Un valor estadístico es cualquier función de los datos de una muestra, que no contiene parámetros con valores desconocidos. La forma de calcular este valor estadístico varía dependiendo de que si se busca maximizar, minimizar o lograr cierto valor objetivo. Para el caso de la razón señal/ruido, la tabla 1 muestra las diferentes opciones para calcular este valor estadístico.

Después de transformar los datos obtenidos en el diseño (Y_{ij}) se realiza un análisis para la media y para el valor estadístico señal/ruido (S/R) para así determinar las condiciones óptimas del proceso (ver anexo 2).

Tabla 1. Tipos de razones señal/ruido para los diferentes tipos de respuesta en un diseño experimental Taguchi.

Tipo de característica	Razón señal/ruido
Mientras más pequeña es mejor (<i>smaller the better</i>)	$-10 \log [1/n \sum_{i=1}^n Y_i^2]$
Mientras más grande es mejor (<i>Larger the better</i>)	$-10 \log [1/n \sum_{i=1}^n 1/Y_i^2]$
Su valor nominal es lo mejor Tipo I	$10 \log (\frac{\bar{Y}^2}{S^2})$
Su valor nominal es lo mejor Tipo II (<i>nominal the best</i>)	$-10 \log (S^2)$
Proporción de defectuosos	$-10 \log (\frac{p}{1-p})$

La razón SN_T (*nominal the best*) es utilizada para reducir la variabilidad de la respuesta alrededor de un valor objetivo; SN_L (*larger the better*) se utiliza cuando se optimiza la respuesta de un sistema a valores mayores a un valor objetivo, y SN_S (*smaller the better*) es empleado cuando el sistema se optimiza a una respuesta con valores menores a un valor objetivo. Los niveles óptimos de los factores son los que maximizan la razón S/N.

1.6.2 El diseño factorial.

Investigadores de prácticamente todos los campos del conocimiento llevan a cabo experimentos para descubrir alguna característica de un proceso o sistema en particular. Un experimento puede definirse como una prueba o serie de pruebas en las que se hacen cambios deliberados en las variables de entrada de un proceso o sistema para observar e identificar las razones de los cambios que pudieran observarse en la respuesta de salida [19].

El diseño estadístico de experimentos es una forma eficaz de hacer pruebas de un proceso, y proporciona la técnica y la estrategia necesaria para llevar al proceso a mejores condiciones de operación [18].

1.6.2.1 Variable de respuesta.

Una variable de respuesta es la característica, variable de salida o propiedad de un producto, cuyo valor interesa mejorar. Por lo general el valor de dicha característica determina algún aspecto de calidad de un producto.

1.6.2.2 Factores controlables.

Los factores controlables son variables de proceso que pueden ser fijados en un punto o nivel de operación, también se les llama variables de entrada, condiciones de proceso, parámetros de proceso o simplemente factores.

1.6.2.3 Factores no controlables o de ruido.

Estos factores son variables que no pueden ser controlados durante la operación normal de un proceso, por ejemplo, las variables ambientales como la humedad relativa, la luz, las partículas de polvo, etc.

1.6.2.4 Factores estudiados.

Estos son los factores que corresponden a las variables que se investigan en un experimento, y de las que se pretende averiguar como influyen sobre las variables de respuesta.

1.6.2.5 Niveles y tratamientos.

Los diferentes valores que se asignan a cada factor estudiado en un diseño experimental se llaman niveles. Una combinación de niveles de todos los factores se llama tratamiento.

1.6.2.6 Error aleatorio y error experimental.

Siempre que se realice un estudio experimental, parte de la variabilidad observada no se podrá explicar por los factores estudiados. Esto es, siempre habrá un remanente de variabilidad que se debe a causas comunes o aleatorias, que generan la variabilidad natural del proceso. Esta variabilidad

constituye el llamado error aleatorio, que no es error en el sentido de equivocación, sino más bien variabilidad no explicada. El error experimental refleja los errores del experimentador en la planeación y ejecución de un experimento y es un componente del error aleatorio.

El enfoque correcto para trabajar con varios factores (variables) es conducir un experimento factorial. Se trata de una estrategia experimental en la que los factores se hacen variar en conjunto, en lugar de uno a la vez. El diseño factorial es un arreglo experimental que sirve para estudiar el efecto individual y de interacción de varios factores sobre una o varias respuestas [19].

1.6.2.7 El diseño factorial general.

En muchos experimentos interviene el estudio de dos o más factores; en general, los diseños factoriales son los más eficientes para este tipo de experimentos. Por diseño factorial se entiende que en cada ensayo, réplica completa del experimento, se investigan todas las combinaciones posibles de los niveles de los factores.

El efecto de un factor se define como el cambio en la respuesta producido por un cambio en el nivel del factor. Con frecuencia se le llama efecto principal cuando se refiere a los factores de interés primario en el experimento.

En el diseño factorial general hay a niveles del factor A , b niveles del factor B , c niveles del factor C , etc., dispuestos en un experimento factorial. En general habrá, a, b, c, \dots, n observaciones totales si se hacen n réplicas del experimento completo. Es necesario un mínimo de dos réplicas para determinar una suma de cuadrados debida al error, si todas las interacciones posibles están incluidas en el modelo (ver ejemplo anexo 3) [19].

1.7 Análisis de regresión y modelos de regresión lineal.

El análisis de regresión es una herramienta del análisis estadístico de datos y tiene como objetivo modelar en forma matemática el comportamiento de una variable de respuesta en función de una o más variables independientes (factores). Por ejemplo, suponga que el rendimiento de un proceso químico

está relacionado con la temperatura de operación. Si mediante un modelo matemático se puede describir tal relación, entonces este modelo puede ser usado para propósitos de predicción, optimización o control.

El análisis de regresión puede usarse para explicar la relación entre las variables de un proceso. Para ello son necesarios los datos, que se obtienen de experimentos planeados, de observaciones de fenómenos no controlados o de registros históricos.

En muchos experimentos hay dos o más variables relacionadas, y el interés se centra en modelar y explorar esta relación. En general hay una sola variable dependiente o de respuesta y , que depende de k variables independientes o regresores, por ejemplo, $x_1, x_2, x_3, \dots, x_k$. La relación que existe entre estas variables se caracteriza por un modelo matemático llamado modelo de regresión; dicho modelo se ajusta a un conjunto de datos muestrales. En ocasiones el experimentador conoce la forma exacta de la verdadera relación funcional entre y y $x_1, x_2, x_3, \dots, x_k$, por ejemplo $y = \varphi(x_1, x_2, \dots, x_k)$. Sin embargo, en la mayoría de los casos no se conoce la verdadera relación funcional, y el experimentador elige una función apropiada para aproximar φ . Los modelos polinomiales de orden inferior son de uso generalizado como funciones de aproximación.

Existe una relación recíproca entre el diseño de experimentos y el análisis de regresión, ya que los modelos de regresión constituyen la base para expresar cuantitativamente los resultados de un experimento que se encuentran en términos de un modelo empírico, de esta forma se facilita su comprensión, interpretación e implementación [19].

1.8 Factores para el análisis estadístico.

1.8.1 Análisis de varianza (ANOVA).

La varianza es la dispersión que existe en una muestra de datos experimentales. En el planteamiento más simple del análisis de la varianza tenemos una variable numérica cuantitativa (resultado), y queremos determinar

en qué medida se puede atribuir la variabilidad de ésta a otra variable cualitativa nominal que vamos a denominar factor. Estamos hablando por tanto, de un análisis de la varianza para un solo factor, que puede tener 2 o más categorías o niveles.

El nombre de análisis de varianza viene del hecho de que se utilizan cocientes de varianza para probar la hipótesis de igualdad de medias. La idea general de esta técnica, es separar la variación total en las partes que contribuyen a cada fuente de variación en el experimento [19].

1.8.2 Coeficientes de determinación R^2 y R^2_{aj} .

Dos de los parámetros estadísticos más útiles para medir la calidad global del modelo de regresión múltiple son, el coeficiente de determinación R^2 y el coeficiente de determinación ajustada R^2_{aj} . Estos coeficientes representan el grado de variabilidad de los datos de un experimento, explicado por el análisis de varianza. Para interpretar adecuadamente estos coeficientes se debe cumplir que $0.0 \leq R^2_{aj} \leq R^2 \leq 100$ y además los valores de R^2 y deben ser cercanos a 100. En general, para fines de predicción se recomienda un coeficiente de determinación ajustado de al menos 70 % [19].

1.8.3 Valor estadístico F.

El valor estadístico F sirve para determinar si los efectos de los factores pertenecientes a un modelo estadístico son significativos. Si el valor F_0 de un efecto en la tabla de ANOVA es mayor al valor F_{α, v_1, v_2} (donde α es la tolerancia del error, v_1 son los grados de libertad del factor o del modelo estadístico y v_2 son los grados de libertad del error) de la tabla de distribución de probabilidades F (anexo1), entonces el efecto es significativo [19].

1.8.4 Valor estadístico P.

En el análisis estadístico el valor P sirve para determinar cual de los efectos de un modelo de regresión es estadísticamente significativo.

Para utilizar el valor P, hay que compararlo con su nivel α que es un indicador del nivel de tolerancia del error del modelo; generalmente se utiliza el valor $\alpha =$

0.05. Si P es igual o menor a α , el efecto es significativo y si P es mayor a α , el efecto no es significativo [19].

El análisis de los datos de un diseño factorial requiere un análisis de regresión y ANOVA. Antes de evaluar el valor P y los efectos individuales en una tabla de análisis de regresión, es necesario observar en la tabla de análisis de varianza los valores del estadístico F de los efectos lineales, cuadráticos y de interacción para conocer cuales de estos términos dominan la respuesta del experimento. Es importante conocer si la tabla de análisis de varianza sugiere efectos cuadráticos o de interacción ya que, ellos influenciarán la interpretación de los efectos lineales.

Por ejemplo, si al evaluar el estadístico F en el análisis de varianza resulta que los efectos cuadráticos son significativos, entonces al realizar el análisis de regresión y creación de un modelo estadístico habrá que considerar los efectos cuadráticos aunque el estadístico P sugiera que sean no significativos.

1.8.5 Error residual.

El error residual mide el nivel de variación en la respuesta que no puede ser explicada por el modelo.

1.8.6 Prueba de falta de ajuste.

Esta prueba verifica la calidad del ajuste de un modelo de regresión, en particular ayuda a evaluar si el orden del modelo es el correcto.

1.8.7 Residuales.

Los residuales son generados por la diferencia entre la respuesta observada y la respuesta predicha por un modelo de regresión en cada prueba experimental.

1.9 Herramientas gráficas del diseño de experimentos.

1.9.1 Histograma de residuales.

El histograma de residuales muestra la distribución de residuos de todas las observaciones. Es utilizado para conocer valores típicos, la variación y forma de los residuales y valores inusuales en los datos. Estos residuales o residuos son la diferencia entre los valores observados y los valores estimados o predichos de un experimento y sirven para analizar el error de ajuste de un modelo de regresión.

El histograma tiene forma de campana cuando los residuales están distribuidos al azar. Si las observaciones son menores a 50, la gráfica mostrará un sesgo en su cola aunque los residuales estén distribuidos aleatoriamente [19].

1.9.2 Gráfica de probabilidad normal de residuales.

Esta gráfica es construida con los residuales vs sus probabilidades de aparición, y sirve para verificar visualmente si los datos siguen o no una distribución específica [19]. Por ejemplo, en diseño de experimentos se debe verificar que los residuales tengan una distribución normal.

1.9.3 Gráfica de residuales vs valores ajustados.

Los puntos de la gráfica de residuales vs los valores ajustados (las medias de los tratamientos o corridas experimentales) deben estar distribuidos al azar alrededor de cero. Esto garantiza que los errores están distribuidos aleatoriamente y que la varianza es constante [19].

1.9.4 Gráfica de residuales vs el orden de las observaciones.

Graficar los residuales de los datos vs el orden en que se realizaron las corridas experimentales, es útil para detectar correlaciones entre los residuales. Si la gráfica de residuales vs el orden de las observaciones presenta residuales con valores positivos y negativos significa que existe una correlación entre el orden de realización de los experimentos y el error experimental. Esta

correlación, viola el principio de independencia de los errores. Para evitar esta situación es necesario que el orden de las corridas experimentales sea adecuadamente aleatorio.

En ocasiones, las habilidades del experimentador pueden cambiar conforme el experimento avanza, o el proceso bajo el estudio puede "vagar sin rumbo" o volverse más errático. Esto producirá con frecuencia un cambio en la varianza del error con el tiempo. Esta condición suele llevar a una gráfica de los residuales vs el orden de las observaciones (o secuencia en el tiempo) que muestra una dispersión mayor en uno de sus extremos que en el otro.

Esta gráfica es útil cuando el orden de las observaciones puede afectar la respuesta del modelo. También es útil cuando las corridas no están estandarizadas. Los residuales de la gráfica deben fluctuar aleatoriamente alrededor de la línea central para no violar el principio de independencia de los errores [19].

CAPÍTULO 2

Metodología.

2.1 Materiales y equipos.

Molino de cuchillas marca Brabender.

Tamices estándar tipo Tyler, malla 60, 100 y 140.

Equipo analizador de partículas Coulter LS100.

Matriz termoplástica de polipropileno (PP) Valtec® de Indelpro.

Fibras continuas de aramida Twaron® 2200 de Akzo Nobel.

2.2 Sistema de impregnación.

Un lecho fluidizado forma parte de una línea de impregnación que separa las mechas de fibra mediante una corriente de aire, luego, las fibras entran a la cámara de impregnación del lecho fluidizado y atraviesan una nube de polvo de polipropileno. Después, el material preimpregnado entra a un túnel de calentamiento para consolidar térmicamente la matriz y finalmente la preforma es enrollada. Las variables para controlar el lecho fluidizado son: altura de impregnación, tiempo de residencia, el tamaño de partícula y el voltaje aplicado.

2.3 Análisis del tamaño de partículas.

2.3.1. Molienda.

El PP fue pulverizado en un molino de cuchillas Brabender empleando un retén de 1 mm. El PP en forma de *pellets* fue introducido a la tolva del molino y el polvo recuperado en la parte inferior. Cada 90 minutos el molino se dejaba enfriar durante 15 minutos para evitar un sobrecalentamiento del motor y del material. El polvo obtenido de la molienda con el reten de 1 mm, fue molido una

vez mas utilizando un retén de 0.78 mm. Con ambos retenes el molino fue alimentado con 50 g de material cada 5 minutos.

2.3.2. Tamizado.

El polvo de PP fue tamizado con ayuda de tamices tipo Tyler con números de malla 60, 100 y 140. Los tamices se estibarón de mayor a menor número de malla con el colector en la parte inferior y la malla 60 en la parte superior. La duración del ciclo de tamizado fue 20 minutos colocando el polvo sobre la malla 60 hasta cubrir $\frac{3}{4}$ partes del tamiz. El polvo fue de esta forma separado en cuatro fracciones: malla 60, 60/100, 100/140 y colector.

2.3.3 Tamaño de partícula.

Las fracciones de polvo fueron analizadas en un equipo Coulter LS100 para determinar el tamaño promedio y la distribución de tamaños de las partículas en cada fracción. Tres muestras de cada fracción de polvo, de aproximadamente 5 g cada una fueron utilizadas; el equipo analizó cada una tres veces y por cada fracción se obtuvo un total de nueve resultados que fueron promediados. A cada muestra de polvo se agregó 50 ml de agua destilada para formar una dispersión y facilitar la introducción del polvo al equipo.

2.3.4 Tamaño de las partículas depositadas sobre las fibras.

Las fibras fueron impregnadas con las diferentes fracciones de polvo para determinar cuales tamaños de partícula eran preferentemente adheridos a las fibras. Se procedió de la siguiente forma: una vez que el sistema de impregnación funcionaba de manera estable y continua, las partículas de PP fueron retiradas de la superficie de las fibras, al salir de la cámara de impregnación y antes de que entren al túnel de calentamiento, para esta operación se usó una brocha. Posteriormente, estas partículas separadas de las fibras fueron analizadas en el equipo Coulter LS100, con el procedimiento de la sección 2.3.3.

Las condiciones de impregnación fueron diferentes para cada fracción de polvo y se escogieron en base a la formación de una nube de polvo homogénea. Estas condiciones de operación fueron: La altura de impregnación, 3 cm y el tiempo de residencia, 27 s, para todos los experimentos y velocidad del aire de 5 m/s para las mallas 60/100, 100/140, colector y de 8.5 m s⁻¹ para la malla 60.

2.4 Diseño experimental robusto – Taguchi.

2.4.1 Pruebas preliminares.

Las pruebas preliminares fueron usadas para determinar que niveles de impregnación se obtienen al variar los diferentes parámetros de este proceso de impregnación. Estos resultados fueron usados para determinar las variables necesarias para el diseño experimental y el intervalo de prueba para estas variables. Los parámetros de impregnación que se tomaron en cuenta fueron:

1. Tamaño de partícula (malla 60, 60/100, 100/140, colector y polvo sin tamizar).
2. Altura de impregnación (3 y 5 cm).
3. Velocidad del aire (5, 6.3, 7.5 y 8.5 m s⁻¹).
4. Tiempo de residencia de la fibra (27 y 9 s).
5. Cantidad inicial de polvo en el lecho (30, 60 y 80 g).

El porcentaje de impregnación se calculó de acuerdo a la siguiente formula

$$\% \text{ Impregnación} = (F_2 - F_1)/F_2$$

donde:

F₁: Peso de la fibra sin impregnar.

F₂: Peso de la fibra impregnada.

El peso de la fibra sin impregnar se calculó en base a su densidad lineal (1.69 mg/cm) multiplicándola por la longitud de muestra usada, que en el presente caso fue de 30 cm.

Las pruebas preliminares del diseño experimental Taguchi consistieron de once corridas experimentales que se realizaron combinando diferentes condiciones de proceso. En cada experimento se tomaron 3 segmentos de fibra impregnada de 30 cm de largo cada uno; se calculó el porcentaje de impregnación a cada uno de ellos y se obtuvo el promedio de cada experimento.

2.4.2 Diseño experimental Taguchi.

En base a los resultados obtenidos de las pruebas preliminares del diseño experimental robusto Taguchi (sección 2.4.1), los factores de control elegidos para el diseño experimental fueron: tamaño de partícula, altura de impregnación, velocidad del aire alimentado al lecho fluidizado y tiempo de residencia de la fibra, ya que estos factores afectaron directamente el grado de impregnación de las fibras. Cada factor fue probado a tres niveles, escogidos de tal forma que permitiera el estudio de los porcentajes de impregnación en función de las capacidades del equipo. Los niveles para los cuatro factores de control fueron:

Tamaño de partícula, tamiz de mallas 60, 60/100, 100/140.

Altura de impregnación, 3, 5 y 7 cm.

Velocidad de flujo de aire, 5, 6.3, 8.5 m s⁻¹.

Tiempo de residencia de la fibra 27, 19 y 12 s.

La velocidad del aire se determinó utilizando un anemómetro digital, que fue colocado en la salida de aire del soplador del lecho fluidizado.

El tiempo de residencia es el número de segundos que tarda en atravesar el lecho fluidizado un punto sobre la fibra.

Los factores de ruido seleccionados fueron: humedad ambiental y la presencia de enredos en las fibras durante la apertura de las mechas.

Taguchi recomienda como arreglo interno de cuatro factores con tres niveles cada uno, a un arreglo ortogonal L₉ que consiste en una matriz de nueve filas y cuatro columnas. Para dos factores de ruido con dos niveles cada uno, Taguchi recomienda un arreglo externo de L₄, que es una matriz de dos filas y 4 columnas. En el arreglo interno, cada columna corresponde a un factor y los números 1, 2 y 3 representan respectivamente los niveles bajo, medio y alto

para cada factor. En el arreglo externo, cada fila representa a un factor y los números 1 y 2 representan los niveles bajo y alto.

El diseño cuenta con 9 corridas experimentales, sin embargo, los arreglos externo e interno están superpuestos de tal manera que cada corrida, con su combinación de factores de control, esta cruzada con la combinación de los factores de ruido. La superposición de los arreglos interno y externo genera cuatro porcentajes de impregnación por cada corrida experimental. La Tabla 2 muestra el diseño experimental completo, en el que por cada corrida experimental se calculan 4 porcentajes de impregnación. Cada uno de estos porcentajes son el promedio de tres muestras de fibras impregnadas tomadas al azar en cada experimento.

Para los 4 porcentajes de impregnación obtenidos en cada corrida experimental, se calculó la media y desviación estándar, así como el cociente señal/razón (S/R) (estos cálculos se realizaron para cada fila de la tabla 2). S/R es un valor estadístico que mide la robustez en cada combinación de los factores de control, los valores máximos de este cociente señalan los niveles de los factores de control que minimizan la variabilidad introducida por los factores de ruido. Para este diseño fue seleccionada la razón S/R "mientras mas grande es mejor" (*the larger the better*) porque se desean porcentajes de impregnación por encima del 80 %; estudios previos muestran que para fabricar una lámina de calidad y con buenas propiedades mecánicas utilizando fibras impregnadas, es necesario que éstas tengan un porcentaje de impregnación de por lo menos 50 %.

datos de cada una de estas dos columnas. El promedio de la columna de las medias es la media global del proceso y el promedio de los cocientes S/R es la media global de S/R.

Para analizar los datos se empleó la gráfica de efectos para las medias de los porcentajes de impregnación y la gráfica de efectos para el cociente S/R.

Para realizar la gráfica de efectos de las medias de los porcentajes de impregnación es necesario seleccionar un factor y sus niveles, después, se calcula un promedio de los porcentajes de impregnación obtenidos con cada nivel del factor. Estos promedios se conocen como efectos. Por ejemplo: el efecto del factor A cuando se encuentra en el nivel 1, será el promedio de todos los porcentajes de impregnación obtenidos cuando el factor A permaneció en el nivel 1. Después de seleccionar un factor y calcular sus efectos, estos se grafican contra los niveles del factor (ver anexo 2).

La gráfica de efectos para el cociente S/R se construye con los niveles de un factor determinado vs los efectos de S/R. Los efectos de S/R se calculan promediando todos los S/R que se obtuvieron al evaluar cada nivel de un factor determinado. Por ejemplo: El efecto de S/R cuando el factor A se encuentra en el nivel 1 será el promedio de todos los S/R obtenidos cuando el factor A se encontraba en el nivel 1. Las gráficas de efectos para las medias de los porcentajes de impregnación se construyen para cada factor y todas deben contener la línea de la media global del proceso (ver anexo 2).

El análisis de los efectos de las medias de los porcentajes de impregnación sirve para determinar si un factor afecta significativamente al proceso de impregnación; en la gráfica de estos efectos, los puntos que están muy próximos a la media global del proceso o alejados del valor objetivo indican que el nivel del factor no tiene un efecto significativo sobre la media global del proceso. Los puntos más cercanos al valor objetivo son los niveles de los factores que tienen un efecto significativo sobre la media global del proceso. Las gráficas de cada factor deben compararse entre ellas para encontrar los factores que tienen mayor influencia en la respuesta del proceso.

La condición óptima del proceso se obtiene de las gráficas de los efectos para la razón S/R. Los puntos de las gráficas que se aproximen al valor objetivo

serán las condiciones de proceso recomendadas que minimizarán el efecto de los factores de ruido.

Para encontrar la condición óptima del proceso, de cada factor, se selecciona el nivel que corresponde al mayor valor de S/R; esta combinación de los niveles de los diferentes factores de control produce los mayores porcentajes de impregnación y es insensible a los efectos de los factores de ruido (ver anexo 2).

2.5 Diseño experimental factorial.

2.5.1 Pruebas preliminares para el diseño experimental factorial.

Antes de realizar el diseño experimental factorial, fue necesario reducir el número de factores y/o niveles para que la cantidad de corridas experimentales no fuera grande y que el análisis estadístico no fuera complejo. Para lograr esto, se impregnaron fibras usando diferentes condiciones del proceso como altura de impregnación, tiempo de residencia y tamaño de partícula.

Cuando el sistema electrostático fue instalado en el lecho fluidizado, se realizaron también pruebas de impregnación utilizando diferentes voltajes para determinar el intervalo de operación del sistema electrostático dentro del diseño experimental factorial.

2.5.2 Diseño experimental factorial para el sistema no-electrostático.

El diseño experimental factorial seleccionado fue utilizado para los tamaños de partícula obtenidos de los tamices tipo Tyler con malla 60 y 60/140. El polvo empleado para impregnar las fibras fue de un mismo lote de molienda.

El porcentaje de impregnación obtenido en cada corrida experimental fue el promedio de los porcentajes de dos muestras tomadas al azar. Los porcentajes de impregnación fueron calculados como se menciona en la sección 2.4.1.

El análisis de los datos obtenidos en los diseños experimentales fue hecho con el programa estadístico Minitab 14. Este programa de computadora puede realizar los cálculos matemáticos de muchas herramientas estadísticas

diferentes como: diseños experimentales, análisis de regresión, gráficas basadas en modelos estadísticos en dos y tres dimensiones, etc.

El diseño experimental fue un diseño factorial completo de tres factores con dos replicas: un factor con tres niveles y los otros con dos niveles. Los factores y sus niveles fueron:

- Tiempo de residencia de la fibra dentro del lecho fluidizado, 13 y 21 s.
- Humedad relativa, >70 y <70 %
- Altura de impregnación de la fibra con respecto a la cama de polvo sin fluidizar, 3, 5 y 7 cm.

La metodología del diseño factorial completo se aplicó a dos tipos de partícula diferentes: la primera correspondió a partículas provenientes de la malla 60 con una cantidad inicial de polvo de 100 g y una velocidad de aire de 8.5 m s^{-1} , la segunda fue para el polvo de la malla 60/140 y con una cantidad inicial de 50 g y una velocidad de aire de 5 m s^{-1} . Estas condiciones de impregnación fueron seleccionadas en base a los resultados de las pruebas preliminares ya que generaron nubes de impregnación estables, homogéneas y con pocas fugas de material. En ambos diseños experimentales se empleó la misma metodología para impregnar las fibras y para el análisis de datos experimentales.

Para cada corrida, primero se estabilizó el transporte de la fibra a lo largo del sistema de impregnación, a continuación se aplicó un flujo de aire al lecho para fluidizar el polvo. Las fibras se impregnaron durante aproximadamente cinco minutos, y entonces era necesario agregar polvo al lecho para que la nube no pierda su forma y tamaño. El material impregnado fue dividido en segmentos de 30 cm, que es la longitud del lecho fluidizado. A tres de estos segmentos se les calculó el porcentaje de impregnación y el promedio fue reportado en cada corrida experimental. El diseño factorial completo, con sus veinticuatro corridas aleatorias, se muestra en la Tabla 3.

Tabla 3. Diseño factorial completo con dos réplicas, dos factores con dos niveles y un factor con tres niveles

Orden de corrida aleatorizado	Tiempo de residencia de la fibra (s)	Humedad relativa (%)	Altura de impregnación (cm)
5	13	>70	5
1	13	<70	3
22	21	>70	3
19	21	<70	3
8	21	<70	5
14	13	<70	5
23	21	>70	5
10	21	>70	3
7	21	<70	3
18	13	>70	7
15	13	<70	7
20	21	<70	5
16	13	>70	3
3	13	<70	7
4	13	>70	3
11	21	>70	5
6	13	>70	7
12	21	>70	7
2	13	<70	5
21	21	<70	7
13	13	<70	3
9	21	<70	7
24	21	>70	7
17	13	>70	5

El orden aleatorio de las corridas y el diseño factorial completo fue determinado con el programa Minitab 14. Este programa de cómputo también realizó los cálculos del análisis de datos utilizando unidades codificadas, es decir, asignó códigos numéricos a los niveles de los factores de control para facilitar los cálculos. En el caso de un factor de dos niveles, se asigna el número 1 al nivel inferior y 2 al superior, para un factor de tres niveles, se asigna el valor 1 para el nivel inferior, 2 para el nivel intermedio y 3 para el nivel superior (Tabla 4).

Tabla 4 Codificación de los niveles de los factores.

Factores	Niveles sin codificar			Niveles codificados		
	Nivel inferior	Nivel Intermedio	Nivel superior	Nivel inferior	Nivel Intermedio	Nivel superior
Altura de impregnación	3 cm	5 cm	7 cm	1	2	3
Tiempo de residencia	12 s	-	19 s	1	-	2
Humedad relativa	<70 %	-	>70 %	1	-	2

El modelo estadístico más adecuado para describir el proceso de impregnación, se encontró después de realizar el análisis de regresión y ANOVA a diferentes modelos estadísticos propuestos, con los que se estudió el efecto en el porcentaje de impregnación debido a los términos lineales, cuadráticos y de interacción. Para validar un modelo estadístico se emplearon las siguientes pruebas: estadísticos F y P , la calificación del modelo R^2 , la prueba de falta de ajuste del modelo y también, el conocimiento empírico sobre el proceso.

2.5.3 Diseño experimental factorial para el lecho fluidizado electrostático.

El diseño experimental fue un diseño factorial completo de dos replicas, y tres factores, uno de tres niveles y los otros de dos; los factores y sus niveles fueron:

- Altura de impregnación de la fibra con respecto a la cama de polvo sin fluidizar, 5 y 7 cm.
- Voltaje aplicado al electrodo, 10, 20 y 30 kV
- Tiempo de residencia de la fibra dentro del lecho fluidizado, 12 y 19 s.

La altura de impregnación de tres centímetros no fue utilizada porque a esta altura, sin el sistema electrostático, se obtienen porcentajes de impregnación mayores a 80 %.

El factor de humedad relativa no fue considerado en este diseño porque en el análisis de regresión del diseño factorial no-electrostático demostró no ser significativa.

El polvo empleado para impregnar las fibras fue del mismo lote de molienda. El porcentaje de impregnación de cada corrida experimental fue el promedio de

los porcentajes de dos muestras tomadas al azar. Los porcentajes de impregnación fueron calculados como se mencionó en la Sección 2.3.1. El análisis de los datos obtenidos de los diseños experimentales fue también realizado con el programa estadístico Minitab 14.

La metodología del diseño factorial completo se aplicó a dos tamaños de partículas, el primero correspondió a la malla 60 con una cantidad inicial de polvo de 100 g y una velocidad de aire de 8.5 m s^{-1} , y el segundo al polvo de la malla 60/140 con una cantidad inicial de polvo de 50 g y una velocidad de aire de 5 m s^{-1} ; en ambos se empleó la misma metodología para impregnar las fibras y para el análisis de datos experimentales.

Para realizar cada impregnación, primero se estabilizó el transporte de la fibra a lo largo del sistema de impregnación, a continuación se aplicó el voltaje al electrodo. Una vez estabilizado el voltaje, el flujo de aire se enciende para iniciar la fluidización del polvo. Las fibras se impregnaron durante aproximadamente 3.5 minutos, ya que después de este tiempo, fue necesario agregar polvo al lecho para que la nube no perdiera su forma y tamaño. La fibra impregnada fue dividida en segmentos de 30 cm, que es la longitud del lecho fluidizado. A tres de estos segmentos se les calculó el porcentaje de impregnación y el promedio fue reportado en cada corrida experimental. El diseño factorial completo con sus veinticuatro corridas aleatorias, se muestra en la Tabla 5.

Tabla 5. Diseño factorial completo con dos réplicas, dos factores con dos niveles y un factor con tres niveles, para el sistema electrostático.

Orden de corrida aleatorizado.	Tiempo de residencia de la fibra (s)	Voltaje (kV)	Altura de impregnación (cm)
17	12	30	5
2	19	10	5
12	19	30	7
21	12	20	7
14	19	10	5
24	19	30	7
9	12	20	7
11	12	30	7
1	12	10	5
16	19	20	5
18	19	30	5
13	12	10	5
5	12	30	5
15	12	20	5
7	12	10	7
8	19	10	7
6	19	30	5
19	12	10	7
10	19	20	7
3	12	20	5
4	19	20	5
22	19	20	7
23	12	30	7
20	19	10	7

El orden aleatorio de las corridas y el diseño factorial completo fue determinado con el programa Minitab 14. Este programa de computadora realizó los cálculos del análisis de datos utilizando unidades codificadas, es decir, asignó códigos numéricos a los niveles de los factores de control para facilitar los cálculos, tal y como se muestra en la Tabla 6.

Tabla 6. Codificación de niveles de los factores del diseño experimental para el sistema electrostático.

Factores	Niveles sin codificar			Niveles codificados		
	Nivel inferior	Nivel Intermedio	Nivel superior	Nivel inferior	Nivel Intermedio	Nivel superior
Altura de impregnación	5cm	-	7cm	1	-	2
Tiempo de residencia	12s	-	19s	1	-	2
Voltaje	10 kV	20 kV	30 Kv	1	2	3

El modelo estadístico más adecuado para describir el proceso de impregnación, se encontró después de realizar el ANOVA y el análisis de regresión a diferentes modelos estadísticos propuestos que contenían combinaciones de los efectos lineales y cuadráticos de los factores. En todos estos modelos se estudió el efecto en el porcentaje de impregnación debido, a los términos lineales, cuadráticos y de interacción. Para validar un modelo estadístico se emplearon las siguientes pruebas: estadísticos F y P , la calificación del modelo R^2 , la prueba de falta de ajuste del modelo y también, el conocimiento empírico sobre el proceso.

CAPÍTULO 3

Resultados y Discusión

3.1 Rediseño del lecho fluidizado.

Cambiar de polvo en la cámara de impregnación del lecho fluidizado original no era fácil ya que su diseño estaba basado en uniones con tuercas y tornillos. Al intentar cambiar el polvo había que destornillar la unión entre la cámara de aire, la cámara de impregnación y la placa distribuidora, lo que resultaba ser un proceso tedioso y lento.

El nuevo diseño para la cámara de impregnación se basa en un sistema en donde la placa distribuidora es soportada por unos topes colocados en las paredes frontal y posterior de la cámara de aire. La cámara de impregnación es simplemente ensamblada sobre la placa perforada y la cámara de aire.

Una nueva placa distribuidora fue fabricada para utilizarla en este diseño. El diámetro y la separación entre los agujeros de distribución fueron iguales a los de la placa anterior, pero las dimensiones totales se modificaron para que la placa sea compatible con el nuevo diseño.

La cámara de impregnación original no era capaz de modificar la altura de impregnación, que es la altura dentro de la cámara de impregnación de la fibra a la placa distribuidora. Para variar la altura de impregnación, fue necesario construir un soporte metálico con pequeñas plataformas en los costados que sostienen la cámara de impregnación. El soporte cuenta con perforaciones para sujetar las plataformas a alturas específicas y consecuentemente controlar la altura del lecho y por lo tanto la altura de impregnación.

Algunos accesorios extra fueron desarrollados para el equipo de impregnación. Por ejemplo, los colectores de polvo que se encuentran en la parte baja de las trampas de polvo a la entrada y salida de la cámara de impregnación, los cuales consisten de embudos conectados a mangueras flexibles que desembocan en pequeños contenedores. El polvo recolectado puede ser realimentado al proceso.

Otros accesorios fueron las tapas para cubrir la parte superior de las zonas de entrada y salida de la cámara de impregnación. Las tapas evitan las fugas de polvo.

3.1.1 Adaptaciones del sistema electrostático.

Una fuente de poder de alto voltaje fue instalada al lecho fluidizado para incrementar la carga electrostática entre las partículas de polvo y la fibra, y así promover un alto porcentaje de impregnación; para ello, el flujo de aire carga negativamente al polvo y las fibras son aterrizadas.

El electrodo de la fuente de poder tiene forma de malla y esta colocado debajo de de la placa distribuidora. El flujo de aire inicia por debajo del lecho, atravesando el electrodo, cuando llega a la placa distribuidora transfiere la carga eléctrica a las partículas de polvo. El electrodo conectado a tierra tiene forma cilíndrica y las fibras hacen contacto con este antes de entrar al lecho fluidizado.

Una vez instalado el sistema electrostático, el soporte metálico fue cambiado por uno similar, pero fabricado de madera, que permite ajustar la altura de impregnación, intercambiando bases de madera que tienen diferentes tamaños, y que están situadas por debajo del lecho fluidizado. Un soporte de madera fue necesario para evitar arcos eléctricos entre el electrodo y alguna superficie metálica cercana, lo que podría causar una descarga eléctrica al operador.

Una vez que las operaciones del sistema de impregnación electrostático se iniciaron, el soporte fue modificado nuevamente. El nuevo soporte fue construido con tubería de PVC, y consiste de cuatro columnas rodeadas por resortes y unidas entre ellas; estas columnas se unen al lecho mediante unas bases cuadradas colocadas alrededor de cada columna y sobre cada resorte. Para modificar la altura de impregnación de las fibras, el lecho fluidizado es empujado hacia abajo, comprimiendo los resortes, y con unos pasadores situados entre las columnas y las bases se ajusta la altura de impregnación de las fibras.

El diseño final del lecho fluidizado se muestra en la figura 9. El lecho fluidizado está sostenido por soportes con resortes y el sistema electrostático está conectado a un electrodo ubicado dentro de la cámara de aire por debajo de la placa agujerada. El sistema completo de impregnación por polvos se muestra en la figura 10.

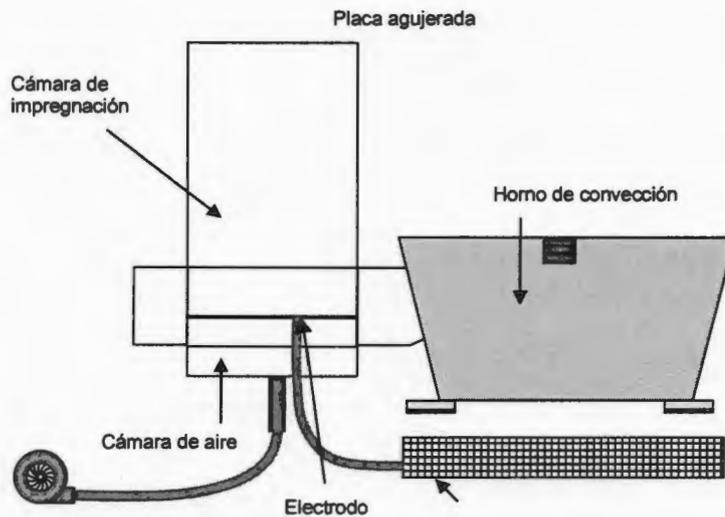


Figura 9. Diagrama del lecho fluidizado.

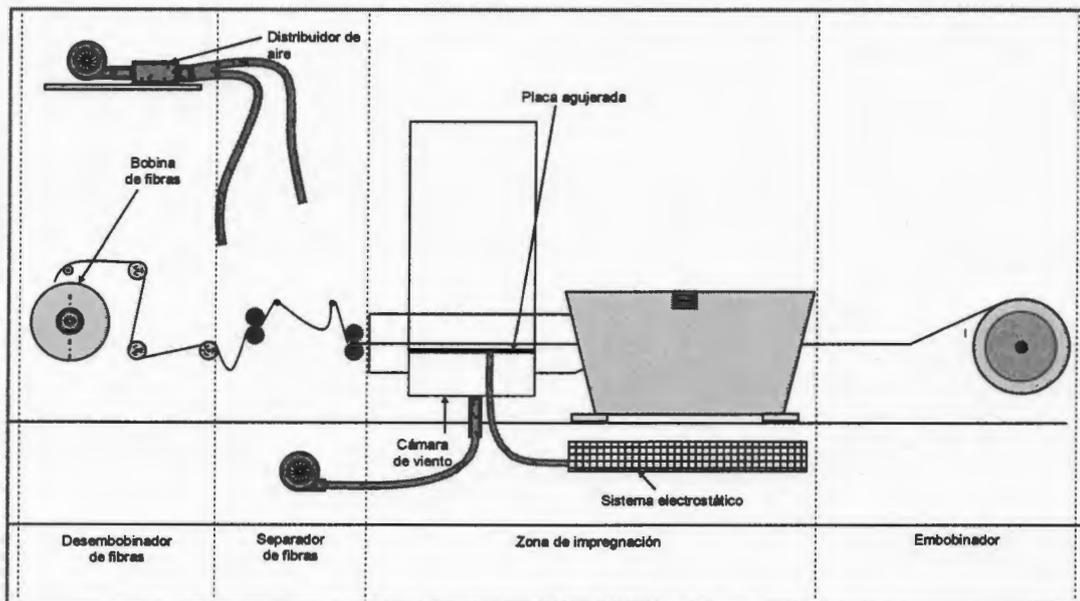


Figura 10. Sistema completo de impregnación por polvos

3.2 Análisis del tamaño de partículas.

3.2.1 Análisis del tamaño de partículas para el polvo tamizado del Polipropileno Valtec® de Indelpro.

Las distribuciones de los tamaños de partícula correspondientes a las diferentes fracciones de polvo tamizado de PP se muestran en la figura 11.

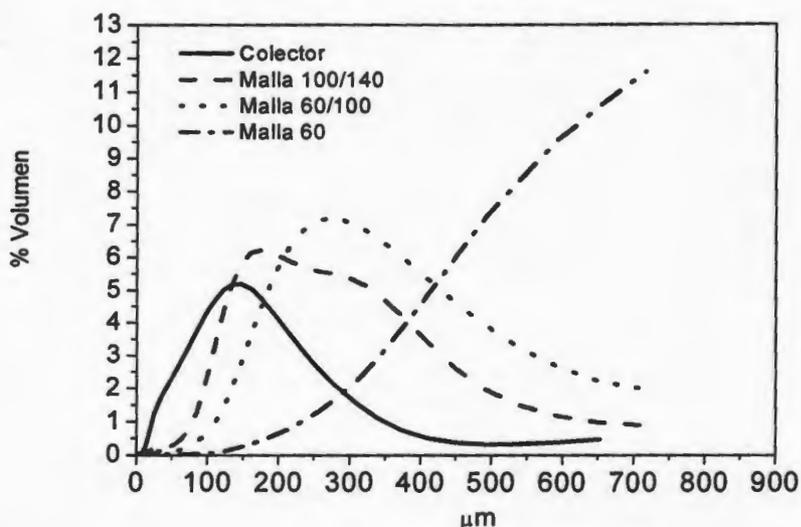


Figura 11. Distribución del tamaño de partícula de las fracciones de polvo de PP.

Los tamaños de partícula para el tamiz 100/140 y colector presentaron una distribución bimodal y los puntos máximos de sus curvas están cerca entre ellas, 140 y 170 μm respectivamente. También, la mayor parte de la distribución de tamaños de partícula del colector (100 μm – 210 μm) coincide con la curva del tamiz 100/140, por esta razón el comportamiento de estos dos tamaños de partículas dentro del lecho fluidizado son muy parecidos. La distribución de los tamaños de partícula del tamiz 60/100 es casi unimodal y la mayoría de los tamaños de partícula se encuentran entre 157 y 530 μm. El tamiz 60 presentó una distribución incompleta ya que contenía partículas con tamaños mayores a 900 μm que quedan fuera del intervalo de detección del equipo. La tabla 7 presenta los valores estadísticos de la media, desviación estándar y mediana, correspondientes a las distribuciones de tamaños de partícula mostrados en la figura 10. Estos valores son aproximaciones

calculadas por el equipo de análisis de partículas Coulter LS100; y fueron el promedio de las nueve lecturas del equipo para cada fracción de polvo.

Tabla 7. Valores estadísticos de la distribución de tamaños de partícula para las diversas fracciones de polvo obtenidas por tamizado.

Tamiz (malla)	Media (μm)	Desviación estándar (μm)	Mediana (μm)
60	± 617.4	± 202.9	± 634.2
60/100	± 341.4	± 184.3	± 299.2
100/140	± 262.4	± 165.7	± 219.4
Colector	± 148.4	± 135.9	± 118.1

3.2.2 Análisis de las partículas que se adhirieron a las fibras.

La tabla 8 presenta los valores estadísticos de la media, desviación estándar y mediana del análisis del tamaño de partículas del polvo que se adhirió a las fibras. La gráfica de la distribución de los tamaños de partícula se muestra en la figura 13.

Tabla 8. Valores estadísticos de la distribución de tamaños de partícula del polvo adherido a las fibras.

Tamiz (malla)	Media (μm)	Desviación estándar (μm)	Mediana (μm)
60	± 592.2	± 203.2	± 598.0
60/100	± 357.7	± 187.5	± 315.5
100/140	± 247.7	± 155	± 208.5
Colector	± 194.3	± 169.3	± 152.1

No se observó una gran diferencia entre las distribuciones de tamaños de partícula de las figuras 11 y 12. Las tablas 7 y 8 muestran que las medias de los tamaños de partícula de las fracciones de polvo obtenidas en el tamizado se traslapan con las medias de los tamaños de partícula del polvo adherido a las fibras durante el proceso de impregnación (poseen altas desviaciones estándar). En base a estos resultados se puede decir que no hay un tamaño de partícula que predominantemente se adhiera a las fibras y por tanto la

distribución de tamaños de partícula que se colocó en la cama de polvo es semejante al depositado sobre las fibras durante el proceso de impregnación. Sin embargo, durante este proceso, se observó que las partículas con tamaños menores a los de las partículas del tamiz 60, se adherían con mayor velocidad a las fibras.

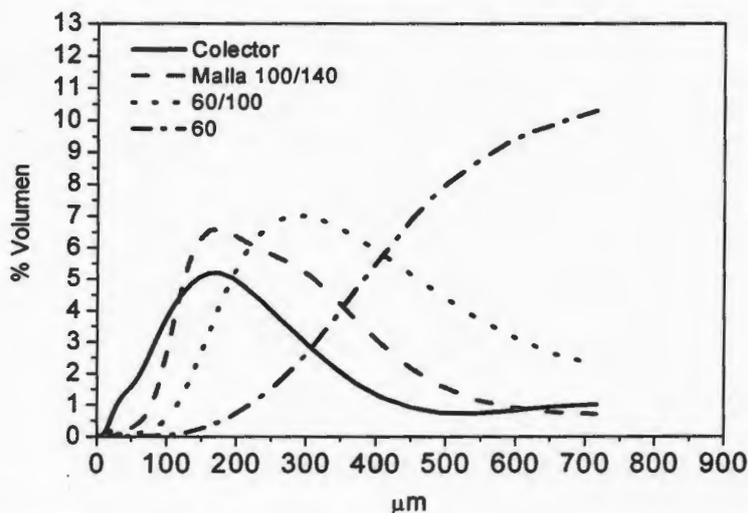


Figura 12. Distribución del tamaño de partícula para el polvo retirado de las fibras después de la impregnación

La figura 13 muestra la distribución de los tamaños de partícula provenientes del polvo adherido a las fibras, del polvo en el lecho después de la impregnación y del polvo en el lecho antes de la impregnación; estos datos corresponden a la corrida 8 del diseño experimental Taguchi con polvo del tamiz 100/140, una altura de impregnación de 5 cm, una velocidad del aire de 5 m/s y un tiempo de residencia de 13 s. Las tres gráficas tienen un comportamiento semejante pero las distribuciones de tamaños de partículas del polvo remanente en el lecho y las depositadas sobre las fibras, mostraron un incremento en la cantidad de partículas con tamaños entre 150 y 230 µm y disminuyeron las partículas con tamaños entre 280 y 700 µm.

La figura 14 muestra la distribución de los tamaños de partícula del polvo adherido a las fibras, del polvo en el lecho después de la impregnación y del polvo en el lecho antes de la impregnación; estos datos corresponden a la

corrida 1 del diseño experimental Taguchi con polvo del tamiz 60, altura de impregnación de 3 cm, y velocidad de aire de 5 m s^{-1} . La curva del polvo depositado en las fibras, comparado con las curvas de los polvos antes y después de la impregnación, presentó un mayor contenido de los tamaños de partícula entre 130 y $470 \mu\text{m}$ y un menor porcentaje de las partículas con tamaños entre 500 y $900 \mu\text{m}$. Esto indica que para la corrida 1 del diseño experimental Taguchi, las partículas entre 130 y $470 \mu\text{m}$ se adhieren preferentemente a la fibra mientras que las partículas de mayor tamaño tienden a quedarse en el lecho. La diferencia entre las partículas adheridas a las fibras y las partículas en el lecho se debió a que en las partículas mayores a $470 \mu\text{m}$ son más difíciles de impregnar. Esta corrida experimental empleó una velocidad de aire de 5 m s^{-1} , sin embargo, un adecuado flujo de aire para fluidizar el polvo del tamiz 60 es de 8.5 m s^{-1} ya que, esta velocidad genera una nube de polvo más homogénea y logra fluidizar una mayor distribución de tamaños de partícula.

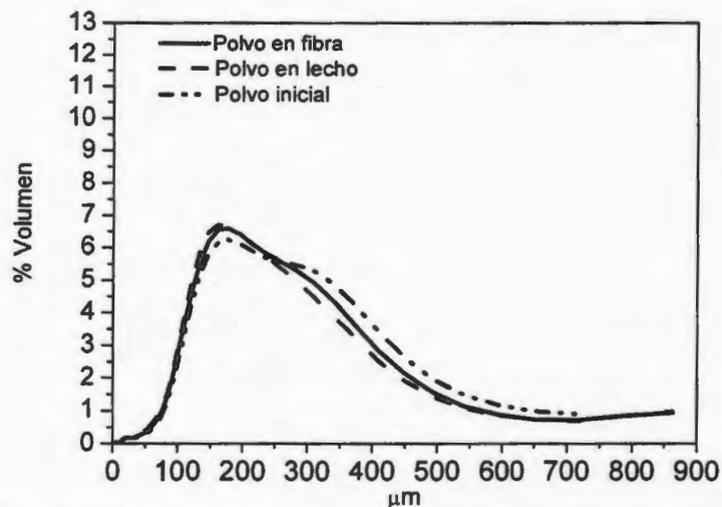


Figura 13. Distribución del tamaño de partícula malla 100/140: polvo adherido a las fibras y polvo en el lecho antes y después de la impregnación.

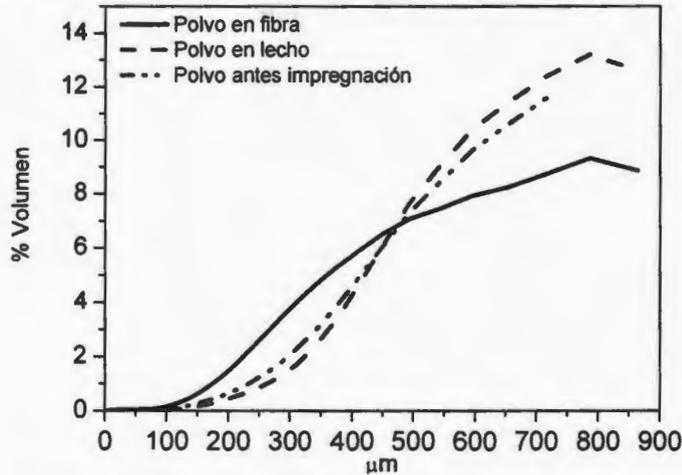


Figura 14. Distribución del tamaño de partícula malla 60: Polvo adherido a la fibra y polvo en el lecho antes y después de la impregnación.

La figura 15 muestra las distribuciones del tamaño de partícula, utilizando el sistema electrostático, del polvo de tamiz 60 depositado sobre las fibras y sobre el lecho antes y después de la impregnación. Las condiciones del proceso fueron: altura de impregnación 5 cm., voltaje 20 kV, velocidad de aire 8 m s^{-1} y tiempo de residencia 19 s. El polvo depositado sobre la fibra tuvo una disminución de los tamaños de partícula entre 490 y $900 \mu\text{m}$ y un incremento entre los tamaños de 100 y $440 \mu\text{m}$. Esta disminución fue debido a que la altura de impregnación fue de 5 cm y las partículas mas pesadas del tamiz 60 no lograban alcanzar las fibras con la misma frecuencia que las partículas menos pesadas.

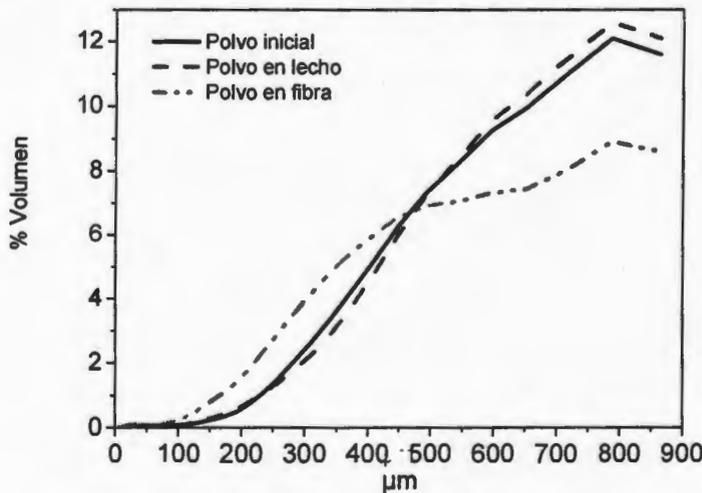


Figura 15. Distribución del tamaño de partícula malla 60: polvo adherido a las fibras y polvo en el lecho antes y después de la impregnación (sistema electrostático).

La figura 16 muestra las distribuciones del tamaño de partícula, utilizando el sistema electrostático, del polvo de tamiz 60/140 depositado sobre las fibras y en el lecho antes y después de la impregnación. Las condiciones del proceso fueron: altura de impregnación 5 cm, voltaje 20 kV, velocidad de aire 5 m s^{-1} y tiempo de residencia 19 s. Las distribuciones de tamaños de partícula son semejantes: en el polvo depositado sobre las fibras hay un pequeño incremento de las partículas entre 100 y 200 μm y un ligero aumento entre las partículas de 300 a 700 μm comparado con las partículas del polvo inicial; por otra parte el polvo en el lecho después de la impregnación presentó un ligero incremento en las partículas entre 350 y 900 μm , una disminución en el tamaño de las partículas entre 100 y 200 μm comparado con los tamaños de partícula antes de la impregnación.

La figura 16 muestra las distribuciones de tamaños de partícula, para el polvo del tamiz 60/140, depositadas sobre las fibras y en el lecho antes y después de la impregnación son semejantes, sin embargo, hay un tendencia de las partículas más pesadas (500 a 900 μm) a permanecer en el lecho y un tendencia de las partículas pequeñas (100 a 200 μm) a depositarse sobre las fibras.

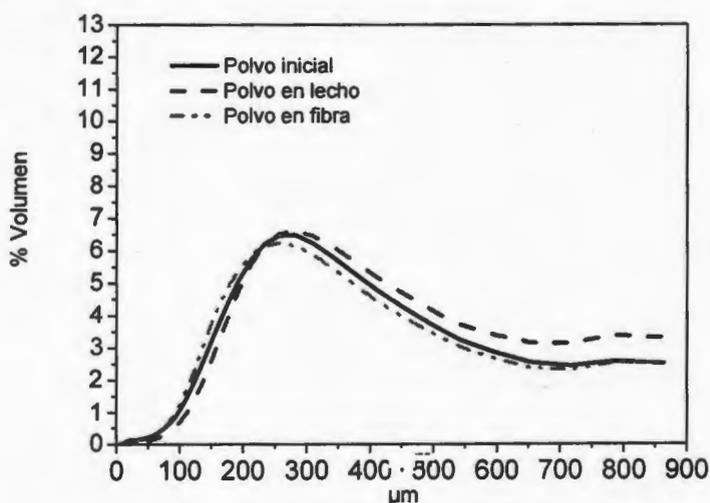


Figura 16. Distribución del tamaño de partícula malla 60/140: Polvo adherido a las fibras y en el lecho antes y después de la impregnación.

3.3 Diseño experimental robusto Taguchi.

3.3.1 Pruebas preliminares del diseño experimental Taguchi.

En base a las pruebas preliminares del diseño experimental Taguchi, se determinó que para las partículas de la malla 60, una velocidad de aire de 8.5 m s^{-1} y 100 g de polvo inicial dentro del lecho, generan una nube de impregnación estable y homogénea. Así mismo, para las partículas de la malla 60/100 y 100/140, fue necesario emplear una velocidad de flujo de aire de 5 m s^{-1} y 50 g de polvo inicial dentro del lecho para también generar una nube estable y homogénea,

En cuanto al tiempo de residencia, 13 s fue seleccionado como el tiempo mas corto ya que a tiempos menores el porcentaje de impregnación caía por debajo del 50 %; por otra parte, 28 s fue seleccionado como el tiempo mas alto ya que tiempos mayores, el porcentaje de impregnación se incrementa muy poco.

3.3.2 Resultados del diseño experimental robusto Taguchi.

La tabla 9 presenta el diseño experimental completo, así como los diferentes niveles de cada factor. Los promedios de los porcentajes de impregnación se calcularon para las diferentes combinaciones de factores, después se calcularon las medias, la desviación estándar y el valor estadístico S/R (signal to noise ratio) de las corridas experimentales (cada fila de la tabla 9).

La altura de impregnación mínima fue de 3 cm, ya que a esta altura, la nube de polvo envuelve a la fibra, sin que esta interfiera con la fluidización de la nube. Y la máxima fue de 7 cm ya que alturas mayores no permitían un contacto adecuado de las fibras con la nube de polvo.

El flujo de aire de 8.5 m s^{-1} favoreció la fluidización de las partículas de la malla 60. Sin embargo, una velocidad de aire de 5 m s^{-1} fue necesaria para lograr la fluidización de las partículas de la malla 60/100 y 100/140.

Los tiempos de residencia menores a 13 s provocaron dificultades en la operación del equipo de impregnación; después del desembobinado, las fibras se enredaban entre ellas y con los rodillos tractores, también, provocaba una

reducción considerable de la impregnación de las partículas provenientes de la malla 60. Un tiempo de residencia mayor a 27 s ocasionó que las partículas, menores en tamaño a las de la malla 60, se acumulen en exceso sobre las fibras provocando que polvo caiga a lo largo de la línea de impregnación y dentro del horno.

La cantidad inicial de polvo fue escogida como constante, 100 g, con el fin de eliminar una variable y simplificar el diseño experimental. La razón para escoger este peso fue que esta es la cantidad mínima necesaria para obtener una nube de polvo homogénea, además de que, esta nube dura impregnando más de cuatro minutos sin necesidad de ser alimentada con más polvo.

La humedad ambiental se monitoreó durante varios días y se observó que durante las mañanas (9 a 13 h), la humedad relativa era >70 % y durante las tardes (14 a 18 h) era <70 %. El enredo de las fibras se evaluó cualitativamente: corridas experimentales con enredos de fibras y sin ellos.

Tabla 9. Diseño experimental robusto con arreglos internos y externos

					F	1	2	1	2				
					E	1	1	2	2				
# corrida	A	B	C	D	% impregnación				Media	S.D.	S/R		
1	1	1	1	1	27.6	17.8	41.8	41.2	32.10	13.69	28.52		
2	1	2	2	2	17.4	15.7	13.2	8.2	13.63	4.01	21.55		
3	1	3	3	3	4.8	3.0	22.1	25.4	13.83	11.56	14.03		
4	2	1	2	3	87.5	90.9	89.7	79.4	86.88	5.18	38.74		
5	2	2	3	1	90.2	88.2	87.8	89.6	88.95	1.14	38.98		
6	2	3	1	2	70.6	77.3	79.9	81.9	77.43	4.92	37.74		
7	3	1	3	2	75.4	77.9	83.4	83.5	80.05	4.06	38.04		
8	3	2	1	3	85.3	91.0	88.2	89.7	88.55	2.45	38.94		
9	3	3	2	1	78.1	80.9	78.2	78.3	78.86	1.36	37.93		
Media global									62.25		32.71		

A: Tamaño de partícula	1: Malla 60 2: Malla 60/100 3: Malla 100/140	B: Altura de impregnación	1: 3 cm 2: 5 cm 3: 7 cm
C: Velocidad del aire	1: 5 m s ⁻¹ 2: 6.3 m s ⁻¹ 3: 8.5 m s ⁻¹	D: Tiempo de residencia	1: 28 s 2: 21 s 3: 13 s
E: Humedad ambiental	1: < 70 % 2: >70 %	F: Enredos de la fibra	1: NO 2: SI

Con base en los resultados obtenidos del diseño experimental, se generaron la gráfica de efectos para las medias de los porcentajes de impregnación y la gráfica de efectos para el cociente S/R (figura 17). Los efectos para las medias de los porcentajes de impregnación y los efectos de los cocientes S/R se presentan en la tabla 10. Los datos de esta tabla fueron utilizados para construir las graficas de la figura 17.

Tabla 10. Efectos para las medias de los porcentajes de impregnación y efectos de los cocientes S/R.

Factor A			Factor B		
Nivel	Efectos de las Medias	Efectos de S/R	Nivel	Efectos de Media	Efectos de S/R
1	19.85	21.37	1	66.34	35.10
2	84.42	38.49	2	63.71	33.16
3	82.49	38.30	3	56.70	29.90
Factor C			Factor D		
Nivel	Efectos de las Medias	Efectos de S/R	Nivel	Efectos de las Medias	Efectos de S/R
1	66.03	35.06	1	66.64	35.14
2	59.79	32.74	2	57.03	32.44
3	60.94	30.35	3	63.08	30.57

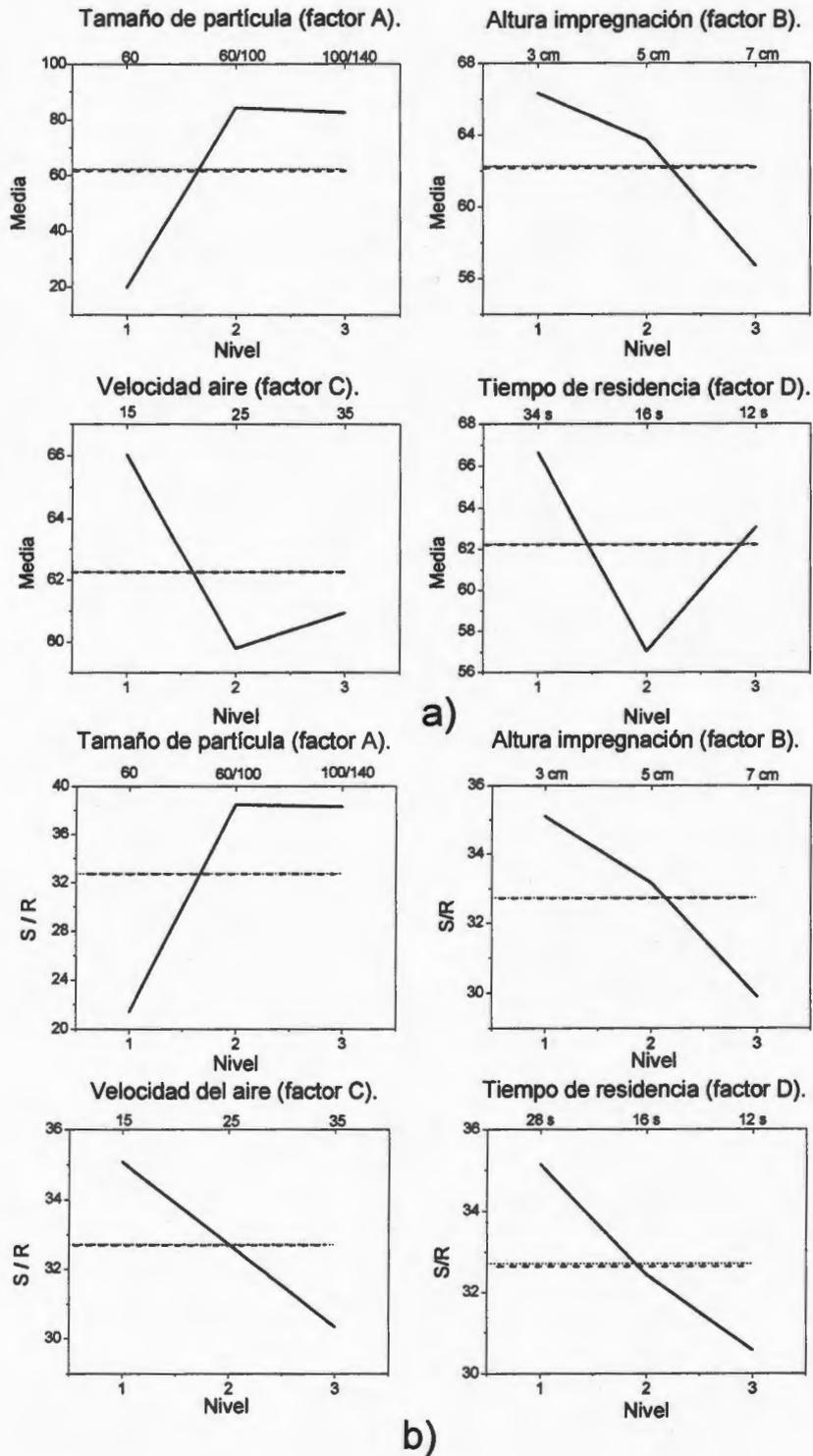


Figura 17. a) Gráficas de los efectos de las medias del porcentaje de impregnación b) Gráfica de los efectos de S/R.

La figura 17a muestra que los cuatro factores, A (tamaño de partícula), B (altura de impregnación), C (velocidad de aire) y D (tiempo de residencia), tienen un efecto significativo sobre la media global del proceso, que se representa en la gráfica con la línea punteada, ya que un cambio en el nivel del factor genera un movimiento del valor promedio de la media del nivel, de un valor inferior a un valor superior con respecto a la media global del proceso. El factor A de la figura 17a muestra que una disminución en el tamaño de partícula, conduce a un aumento en el porcentaje de impregnación mientras que un incremento en la altura de impregnación, factor B de la figura 17a, hace que el porcentaje de impregnación disminuya. Esto resulta sencillo de entender porque las partículas más pequeñas se adhieren con mayor facilidad a la fibra que las partículas grandes. Al aumentar la altura de impregnación, las partículas tienen que recorrer una distancia mayor para depositarse en las fibras, sin embargo, los porcentajes de impregnación obtenidos con tamaños de partícula de la malla 60/100 y 100/140 son poco afectados por el aumento en la altura de impregnación de la fibra, en comparación con las partículas de la malla 60 que si son afectadas de una manera importante. Por esta razón, no se observa una disminución lineal del porcentaje de impregnación al incrementar la altura de impregnación (figura 17a, factor B). El factor C de la figura 18a muestra el efecto que tiene el incremento del flujo de aire sobre el porcentaje de impregnación; cuando se incrementa el flujo de aire al nivel 2 observamos una disminución en el porcentaje de impregnación, pero al incrementar el flujo al nivel 3 el porcentaje de impregnación aumenta con respecto al nivel 2. Este comportamiento se debe a que un incremento en el flujo de aire del nivel 1 al 3, favorece la fluidización de las partículas de la malla 60, pero no la fluidización de las partículas de la malla 60/100 y 100/140 ya que estas últimas fluidizan en exceso, causando turbulencia en la nube de polvo y fugas de polvo en el sistema de impregnación. La gráfica del factor D de la figura 18a presenta una tendencia similar a la del factor C, ya que al disminuir el tiempo de residencia, los porcentajes de impregnación, correspondientes a la malla 60 disminuyen ya que las partículas no tienen el tiempo suficiente para depositarse sobre las fibras, sin embargo, los porcentajes de impregnación

obtenidos con las partículas de las mallas 60/100 y 100/140, prácticamente no son afectados al disminuir el tiempo de residencia de 34 a 12 s.

La figura 17b muestra el análisis de los efectos de S/R; la línea punteada representa el promedio total de los cocientes S/R: a valores más altos de S/R menores son los efectos de ruido.

La condición óptima, según la metodología Taguchi, encontrada fue A2, B1, C1 y D1. Esta combinación de condiciones de operación son los valores más altos de las gráficas de efectos de S/R y hacen más robusto al proceso, es decir, menos sensible a los efectos de los factores de ruido (humedad relativa del medio ambiente y la forma en que la fibra se desenreda). También proporcionan porcentajes de impregnación altos debido a que el criterio para obtener el cociente S/R fue mientras mas grande mejor (*the larger the better*). Los resultados obtenidos en este diseño experimental coinciden con las observaciones de las pruebas preliminares que sugieren, utilizar un tamaño de partícula que tiene una buena capacidad para impregnar (Tamiz 100/140), una altura de impregnación baja que proporcione una mayor cantidad de polvo en contacto con la fibra, y velocidades de aire bajas para este tamaño de partícula. Respecto al factor D, el presente estudio sugiere utilizar tiempos de residencia largos debido a que usamos un valor estadístico de prueba que busca maximizar el porcentaje de impregnación. Sin embargo, en la práctica podemos utilizar tiempos de residencia menores para lograr una mayor producción sin sacrificar el porcentaje de impregnación. Además al utilizar tiempos de residencia menores (factor D3) reducimos la variación y nos acercamos al promedio de las medias de los porcentajes de impregnación, como se muestra en la figura 17a.

3.3.3 Limitaciones del método Taguchi.

El propósito inicial del diseño experimental Taguchi fue determinar las condiciones óptimas de operación del lecho fluidizado. A pesar de que este propósito fue alcanzado, el diseño Taguchi mostró un efecto parcial de *alias* en la interacción de los factores y los efectos principales. El que un efecto sea *alias* de otro significa que en realidad son el mismo efecto con nombres

diferentes, y al estimar a uno de ellos, se estima al mismo tiempo el otro, no se pueden separar.

La mayor debilidad del diseño Taguchi es que no trata una manera adecuada las potenciales interacciones entre los diferentes factores de control de un proceso ya que, sólo estudia los efectos de los factores por separado (ver anexo 2).

Con el diseño de Taguchi, sólo se logró estudiar los efectos de los factores principales pero no su interacción entre ellos. Por lo que fue necesario seleccionar un diseño factorial general para estudiar de forma más completa los efectos principales de los factores y sus interacciones en el comportamiento del equipo de impregnación de fibras.

Mientras que la controversia Taguchi no estuvo en auge, muchas compañías reportaron éxitos con el uso del método de diseño de parámetros Taguchi. Si esta metodología tiene defectos, ¿porque se producen resultados exitosos? Los partidarios de Taguchi a menudo debaten las críticas argumentando que la metodología funciona. Hay que recordar que los métodos de la mejor suposición y un factor a la vez también funcionan y producen buenos resultados ocasionalmente. Esto no es razón para afirmar que son buenos métodos. La mayoría de los éxitos de la metodología Taguchi han sido en industrias en donde no había un buen historial de prácticas de diseños experimentales. En estas compañías los diseñadores se habían utilizado los métodos de la mejor suposición y un factor a la vez (u otros métodos sin estructura), y ya que la metodología Taguchi esta basada en el concepto del diseño factorial, con frecuencia producía mejores resultados que los métodos que reemplazaba. En otras palabras, el diseño factorial es una herramienta estadística tan poderosa, que aunque se utilice ineficientemente, con frecuencia funcionará.

3.3.3.1 Crítica a los diseños experimentales de Taguchi

El enfoque de Taguchi para el diseño de parámetros utiliza diseños de arreglos ortogonales, dos de estos, (L_8 y L_9) fueron usados en el ejemplo del anexo 2, sin embargo, existen otros arreglos ortogonales: L_4 , L_{12} , L_{16} , L_{18} y L_{27} . Estos

diseños no fueron desarrollados por Taguchi; por ejemplo, el arreglo L_8 es igual al diseño factorial fraccionario 2_{III}^{7-4} , El diseño L_9 es igual al diseño factorial fraccional 3_{III}^{4-2} . Box, Bisgard, y Fung (1998) rastrearon el origen de estos diseños. Algunos de estos diseños poseen un efecto complejo de alias o enmascaramiento donde no se puede obtener efectos de interacción entre diferentes factores. El diseño L_{12} y todos los diseños que usan factores con tres niveles involucran un efecto parcial de alias entre la interacción de dos factores y los efectos principales. Si cualquier interacción entre dos factores es grande, puede generarse una situación en donde el experimentador no obtiene la respuesta correcta.

Taguchi señala que no es necesario considerar explícitamente las interacciones entre dos factores y afirma que es posible eliminar estas interacciones ya sea, especificando correctamente la respuesta y los factores del diseño experimental, o utilizando el enfoque de evaluar diferentes combinaciones de los parámetros hasta encontrar los niveles de los factores.

Como ejemplo, si se consideran los factores presión y temperatura del ejercicio del anexo 2; al hacerlos variar independientemente probablemente producirán una interacción. Sin embargo, si los niveles de temperatura son escogidos dependiendo de la presión, entonces, el efecto de interacción se minimizaría. En la práctica, estos dos enfoques son difíciles de aplicar a menos, que se tenga un amplio conocimiento del proceso. La mayor debilidad del enfoque Taguchi, es la falta de un adecuado manejo de las posibles interacciones entre los factores controlables de un proceso.

Para estudiar el comportamiento en la respuesta de un proceso, Taguchi utiliza un factor de tres niveles en lugar de diseñar un experimento que investigue las potenciales interacciones. Por ejemplo, en el diseño de arreglos interno y externo, utilizado por Byrne y Taguchi [20], los cuatro factores controlables tuvieron tres niveles. Supongamos que x_1, x_2, x_3 y x_4 representan los cuatro factores controlables y $z_1, z_2,$ y z_3 representan los tres factores de ruido. Estos últimos tuvieron dos niveles en un diseño factorial completo. El diseño generó el siguiente modelo:

$$Y = \beta_0 + \sum_{j=1}^4 \beta_j x_j + \sum_{j=1}^4 \beta_{jj} x_j^2 + \sum_{j=1}^3 \gamma_j z_j + \sum_{i < j}^3 \sum_{j=2}^4 \gamma_{ij} z_i z_j + \sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^4 \delta_{ij} z_i x_j + \varepsilon$$

En este modelo es posible ajustar los efectos lineales y cuadráticos de los factores controlables pero no las interacciones entre dos factores (las interacciones están enmascaradas por los efectos principales). También es posible ajustar al modelo los efectos lineales de los factores de ruido y todas las interacciones entre dos diferentes factores de ruido. Finalmente, podemos ajustar al modelo las interacciones entre dos factores, un factor de ruido y un factor controlable. Ignorar las posibles interacciones entre los factores controlables sería poco aconsejable.

Esta es una estrategia un poco rara, ya que, la interacción es una forma de curvatura. Una estrategia más segura es identificar los potenciales efectos e interacciones que pudieran ser importantes y considerar una curvatura solo en las variables más importantes si hay evidencia de que la curvatura es importante. Generalmente, esta estrategia conduce a menos experimentos, una interpretación simple de la información y una mejor comprensión de todo el proceso.

Otra crítica a la metodología Taguchi es que la estructura de arreglos cruzados generalmente conduce a experimentos muy grandes. Por ejemplo, en el ejercicio anterior, los autores utilizaron 72 corridas experimentales para investigar solo 7 factores, y aun no pudieron estimar ninguna interacción entre dos factores de los cuatro factores controlables investigados.

Otro posible problema con el diseño de arreglos internos y externos esta relacionado con el orden de las corridas experimentales. Para una validación experimental, las corridas en un diseño experimental deben ser realizadas en orden aleatorio. Sin embargo, en muchos experimentos con arreglos cruzados, es posible que el orden de las corridas experimentales no sea aleatorio.

3.3.3.2 Crítica del análisis de datos mediante la metodología Taguchi

Varios métodos de análisis de datos establecidos por Taguchi son cuestionables. Por ejemplo, Taguchi recomienda algunas variaciones al análisis de varianza que se sabe que producen resultados espurios. Taguchi también propone algunos métodos únicos para el análisis de atributos (anexo 2). Para

una discusión y crítica de estos métodos referirse a Box, Bisgaard y Fung (1998), Mers y Montgomery (1995), y a las referencias dentro de estos textos.

3.4 Diseño experimental factorial.

3.4.1 Pruebas preliminares del diseño experimental factorial.

En base a los resultados del Taguchi y al análisis de tamaño de partícula, las partículas de la malla 60 y de la malla 60/140 fueron seleccionadas para el diseño factorial. La malla 60/140 posee una distribución de tamaños de partícula que abarca los tamaños tanto de la malla 60/100, como los presentes en la malla 100/140.

Las pruebas preliminares para el diseño factorial consistieron en realizar impregnaciones utilizando las partículas de la malla 60 y 60/140 variando la velocidad de aire y la cantidad inicial de polvo en el lecho, hasta encontrar la combinación de condiciones que produjeron una nube homogénea en forma y tamaño. Las condiciones obtenidas fueron:

Partículas de la malla 60, velocidad de aire de 8.5 m/s y 100 g de polvo inicial.

Partículas de la malla 60/140, velocidad de aire de 5 m/s y 50 g de polvo inicial

3.4.2 Diseño experimental factorial utilizando el polvo de la malla 60.

El diseño experimental y los porcentajes de impregnación obtenidos con polipropileno proveniente de la malla 60 se muestran en la tabla 11.

Durante los experimentos se observó que al incrementar la altura de impregnación de 3 cm a 5 cm y 7 cm los porcentajes de impregnación disminuyen aumentando su variabilidad (corrida 2, 14 y 3, 15).

La humedad relativa aparentemente influye en el proceso de impregnación como se observa en las corridas 5, 12 y 8, 23, sin embargo, se comprobó que no es así, ya que al incluir la humedad relativa como un término dentro del análisis de regresión y el ANOVA, el modelo estadístico obtiene una calificación baja con $R^2 < 70 \%$, además, este modelo no cumple con la prueba de falta de ajuste.

Tabla 11. Diseño factorial completo y porcentajes de impregnación cuando se emplean partículas de la malla 60.

Orden de corrida aleatorizado	Tiempo de residencia (s)	Humedad relativa (%)	Altura de impregnación (cm)	Porcentaje de impregnación (%)
5	12	>70	5	42,3
1	12	<70	3	85,0
22	19	>70	3	90,9
19	19	<70	3	89,3
8	19	<70	5	76,0
14	12	<70	5	69,0
23	19	>70	5	81,9
10	19	>70	3	86,4
7	19	<70	3	90,3
18	12	>70	7	2,1
15	12	<70	7	13,7
20	19	<70	5	78,2
16	12	>70	3	84,8
3	12	<70	7	17,3
4	12	>70	3	87,2
11	19	>70	5	85,6
6	12	>70	7	1,7
12	19	>70	7	5,5
2	12	<70	5	60,9
21	19	<70	7	42,2
13	12	<70	3	85,3
9	19	<70	7	47,4
24	19	>70	7	6,6
17	12	>70	5	38,0

La tabla 12 muestra el análisis de varianza, el análisis de regresión y los coeficientes del modelo de regresión para el diseño experimental que empleó los tamaños de partícula de la malla 60. El análisis de varianza muestra los resultados de los grados de libertad, las sumas de cuadrados, suma de cuadrados medios, el estadístico F y el estadístico P que corresponden a los diferentes efectos del experimento. En base a los valores obtenidos de la distribución F con $\alpha = 0.05$ (anexo 1), se observa que en el efecto de la regresión con valor $F_0 = 28.99 > F_{0.05,4,19} = 2.90$, los términos del modelo afectan la respuesta, es decir, que por lo menos un término del modelo tiene un impacto significativo en la respuesta media del proceso. A pesar de que los términos lineal, cuadrático y de interacción aparentemente no tienen un efecto significativo sobre la respuesta, como lo muestran los valores del estadístico F. En el análisis de regresión lineal (partículas malla 60) no se incluyó el término "humedad relativa" esta decisión fue tomada después de realizar diferentes modelos de regresión. Cada uno de estos modelos, tenía una determinada

combinación de términos lineales, cuadráticos y de interacción. Todos los modelos estadísticos que incluyeron el término "humedad relativa" generaban un valor de $R^2 < 50\%$ indicando que el modelo es inadecuado. El modelo de regresión seleccionado fue el que tuvo una calificación $R^2 > 80\%$ y que además, cumplió con la prueba de falta de ajuste con un valor estadístico $P > \alpha = 0.05$. El análisis de regresión muestra los términos del modelo (efectos de los factores y sus interacciones), los coeficientes del análisis de regresión, los coeficientes del error y los estadísticos F y P.

Tabla 12. Análisis de regresión y análisis de varianza del modelo experimental empleando partículas de la malla 60.

El análisis utilizó datos codificados.						
Análisis de regresión.						
Coeficientes de regresión calculados para las partículas de la malla 60						
Términos	Coeficientes	Error std. Coeficientes	Estadístico T	Estadístico P		
Constante	92.538	30.560	3.028	0.007		
Altura de impregnación	-7.450	26.021	-0.286	0.778		
Tiempo de residencia	1.258	14.762	0.085	0.933		
Altura de impregnación *	-9.381	5.918	-1585	0.129		
Altura de impregnación * Tiempo de residencia	6.537	6.833	0.957	0.351		
	R^2 ajustada = 83.0%	R^2 = 85.9%				
Análisis de varianza.						
Fuente	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Suma de cuadrados ajustados	Cuadrados medios ajustados	Estadístico F	Estadístico P
Regresión	4	21662.5	2662.45	5415.61	28.99	0.000
Lineal	2	21022.1	23.06	11.53	0.06	0.940
Cuadrático	1	469.4	469.38	469.38	2.51	0.129
Interacción	1	171.0	170.96	170.96	0.92	0.351
Error residual	19	3548.8	3548.79	186.78		
Falta de ajuste	1	206.3	206.26	206.26	1.11	0.306
Error puro	18	3342.5	3342.53	185.70		
Total	23	25211.2				
Coeficientes de regresión calculados para las partículas de la malla 60, empleando datos sin codificar						
Términos	Coeficientes					
Constante	105.362					
Altura de impregnación	10.4325					
Tiempo de residencia	-23.6333					
Altura de impregnación * Altura de impregnación	-9.38125					
Altura de impregnación * Tiempo de residencia	13.0750					

El modelo de regresión que describe la impregnación con partículas de la malla 60 es:

$$105.362 + 10.4325 (\text{Altura de impregnación}) - 23.6333 (\text{Tiempo de residencia}) - 9.38125 (\text{Altura de impregnación})^2 + 13.0750 (\text{Altura de impregnación} * \text{Tiempo de residencia}).$$

Es importante mencionar que el análisis estadístico de datos experimentales es una herramienta importante en el estudio de procesos, sin embargo, los resultados de un análisis estadístico no pueden considerarse como una verdad absoluta ni como una manera exacta de predecir el comportamiento de un proceso, ya que, al estudiar un proceso o sistema no siempre es posible modelar el comportamiento de cada una de las diferentes variables involucradas. Al interpretar los resultados se debe tomar en cuenta el conocimiento empírico del proceso así como, las capacidades de los equipos y de los procesos.

La figura 18 corresponde a los residuales para el porcentaje de impregnación. La figura 18a muestra la gráfica de probabilidad normal, en donde se puede observar que los residuales están distribuidos normalmente. La figura 18b muestra que los valores ajustados están distribuidos aleatoriamente alrededor del valor cero de los residuales. La figura 18c muestra la distribución de los residuos de todas las observaciones, esta distribución tiende a formar una campana entre los valores de -10 y +10. En la figura 18d se observa que los residuales fluctúan al azar alrededor de la línea central. Por lo tanto, las gráficas de la figura 18 muestran que no existe violación alguna a los supuestos de normalidad, lo que garantiza que los errores están normalmente distribuidos con media cero, la varianza del error no cambia para los diferentes niveles, factores, o de acuerdo a los valores de la respuesta predicha. Si los errores no estuvieran normalmente distribuidos, los coeficientes del modelo podrían estar calculándose incorrectamente lo que, produciría valores incorrectos del estadístico P.

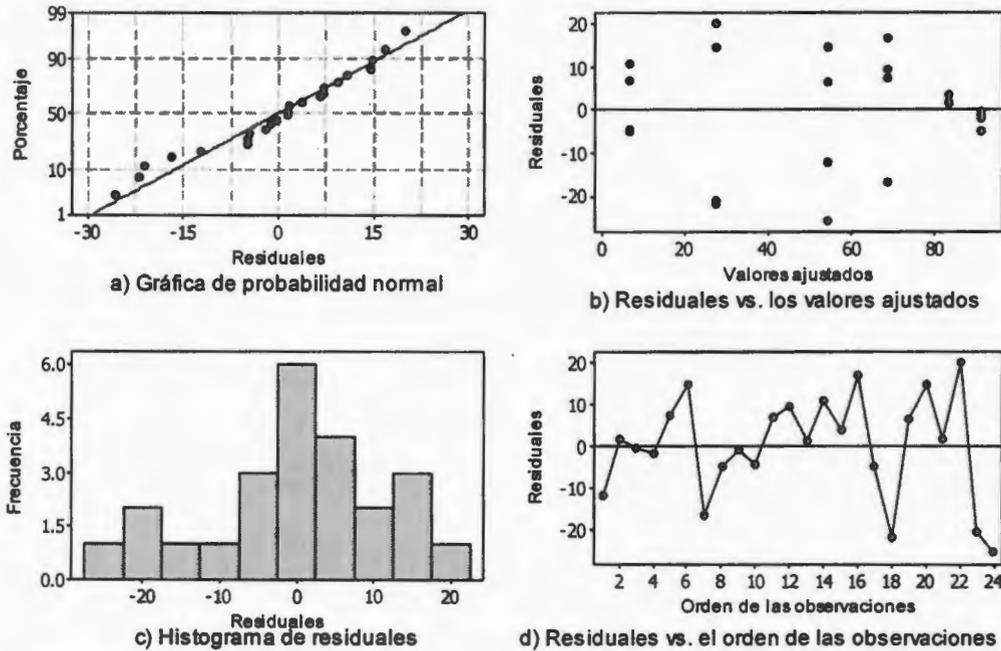


Figura 18. Gráficas de residuales para el porcentaje de impregnación. Partículas de la malla 60, lecho fluidizado no electrostático.

La figura 19 presenta la gráfica de contornos basada en el modelo de regresión que describe la impregnación con partículas de la malla 60, relacionando la altura de impregnación y el tiempo de residencia con el porcentaje de impregnación de las fibras. Para una altura de impregnación cercana a 7 cm se alcanzan porcentajes de impregnación menores al 50 % que no son útiles para el moldeo ya que se ha observado en la práctica que una pieza moldeada por compresión tiene secciones en las que la matriz no moja completamente a la fibra. Los porcentajes de impregnación cercanos al 90 % se encuentran entre una altura de 3 cm y 5 cm con tiempos de residencia mayores a los 18 s.

La figura 20 muestra el comportamiento de la respuesta respecto al cambio de la altura de impregnación y el tiempo de residencia. El porcentaje de impregnación disminuye exponencialmente al aumentar la altura de impregnación mientras que, al incrementarse el tiempo de residencia aumenta linealmente. La parte superior de la superficie de respuesta, con altura de impregnación entre 3 y 5 cm y tiempos de residencia mayores a 15 s, proporciona los valores de porcentajes de impregnación más altos.

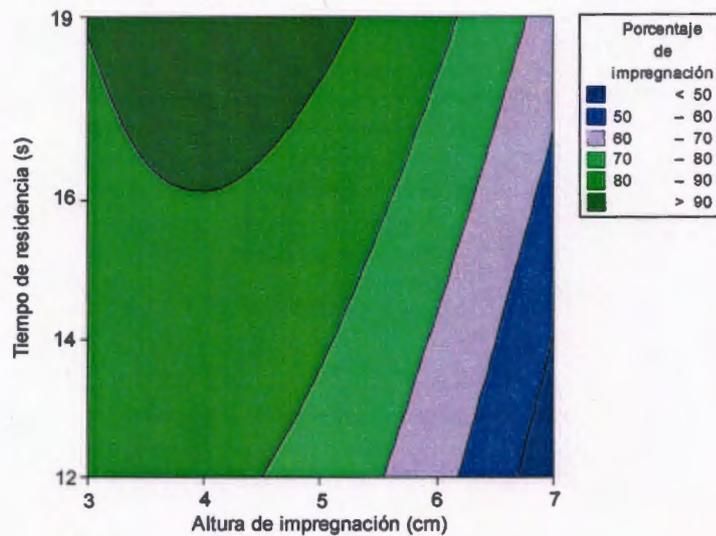


Figura 19. Gráfica de contornos. Partículas de la malla 60, lecho fluidizado no electrostático.

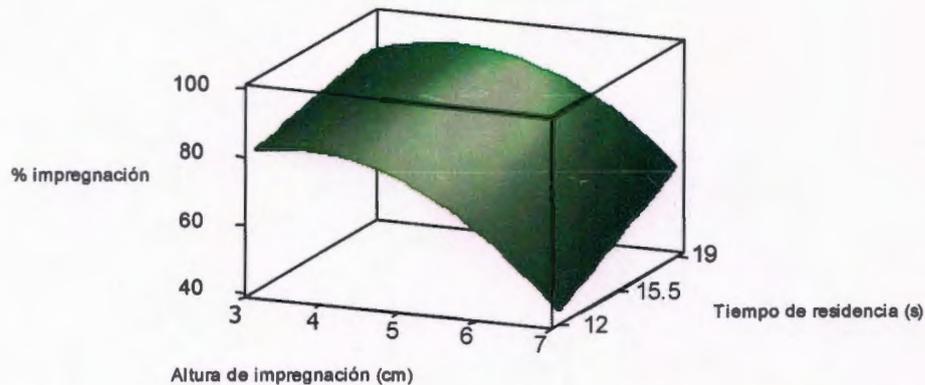


Figura 20. Superficie de respuesta. Partículas de la malla 60, lecho fluidizado no electrostático.

3.4.3 Diseño experimental factorial utilizando el polvo de la malla 60/140

El diseño experimental y los porcentajes de impregnación obtenidos con polipropileno proveniente de la malla 60/140 se muestran en la tabla 13.

Tabla 13. Diseño factorial completo y porcentajes de impregnación para partículas de la malla 60/140.

Orden de corrida aleatorizado	Tiempo de residencia (s)	Humedad relativa (%)	Altura de impregnación (cm)	Porcentaje de impregnación (%)
1	12	<70	3	86,7
13	12	<70	3	91,4
17	12	<70	5	79,8
16	19	>70	3	84,0
20	19	>70	5	86,8
22	12	>70	7	52,3
24	19	>70	7	71,4
15	19	<70	3	89,8
14	12	>70	3	85,9
8	19	>70	5	80,7
4	19	>70	3	82,9
3	19	<70	3	88,9
21	12	<70	7	55,9
2	12	>70	3	91,9
23	19	<70	7	69,6
5	12	<70	5	78,7
10	12	>70	7	59,8
12	19	>70	7	78,9
11	19	<70	7	74,4
18	12	>70	5	76,2
9	12	<70	7	53,3
19	19	<70	5	80,7
7	19	<70	5	80,6
6	12	>70	5	80,0

La tabla 14 presenta el análisis de regresión y el ANOVA del diseño experimental cuando se emplearon partículas de la malla 60/140. El análisis de varianza muestra los resultados de los grados de libertad, las sumas de cuadrados, suma de cuadrados medios, el estadístico F y el estadístico P que corresponden a los diferentes efectos del experimento. Los valores del estadístico F del análisis de varianza muestran la influencia de los términos lineales, y en especial la influencia de los términos cuadráticos y de interacción. El análisis de regresión muestra los términos del modelo (efectos de los factores y sus interacciones), los coeficientes del análisis de regresión, los coeficientes del error y los estadísticos F y P. Este análisis muestra que el tiempo de residencia, el término cuadrático de la altura de impregnación y la interacción altura de impregnación - tiempo de residencia tuvieron un efecto significativo en la respuesta del modelo, ya que los valores correspondientes a su estadístico P fueron menor a $\alpha = 0.05$. El modelo generado presentó una R^2 ajustada con un valor alto de 93.3 % y un valor de P para la prueba de falta de ajuste mayor a $\alpha = 0.05$, lo que representó una buena calificación para este modelo de regresión.

Tabla 14. Análisis de regresión y análisis de varianza del modelo experimental, empleando partículas de la malla 60/140.

El análisis realizó utilizando datos codificados.

Análisis de regresión.

Coefficientes de regresión calculados para las partículas de la malla 60

Términos	Coefficientes	Error std. Coeficientes	Estadístico T	Estadístico P
Constante	107.712	7.922	13.596	0.000
Altura de impregnación	-9.762	6.506	-1.501	0.151
Tiempo de residencia	-14.415	3.691	-3.908	0.001
Humedad relativa	0.083	1.395	0.060	0.953
Altura de impregnación *	-4.369	1.480	-2.953	0.009
Altura de impregnación				
Altura de impregnación *	10.413	1.709	6.094	0.000
Tiempo de residencia				
	R ² ajustada = 91.5%	R ² = 93.3%		

Análisis de varianza.

Fuente	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Suma de cuadrados ajustados	Cuadrados medios ajustados	Estadístico F	Estadístico P
Regresión	5	2941.20	2941.23	588.24	50.88	0.000
Lineal	3	2405.73	178.47	59.49	5.09	0.010
Cuadrático	1	101.79	101.79	101.79	8.72	0.009
Interacción	1	433.68	433.68	433.68	37.14	0.000
Error residual	18	210.19	210.19	11.68		
Falta de ajuste	6	82.55	82.55	13.76	1.29	0.331
Error puro	12	127.64	127.64	10.64		
Total	23	3151.39				

Coefficientes de regresión calculados para las partículas de la malla 60/140, empleando datos sin codificar

Términos	Coefficientes
Constante	215.262
Altura de impregnación	-23.5250
Tiempo de residencia	-70.5000
Humedad relativa	0.166667
Altura de impregnación *	-4.36875
Altura de impregnación	
Altura de impregnación *	20.8250
Tiempo de residencia	

El modelo de regresión que describe la impregnación con partículas de la malla 60/140 es:

$$215.262 - 235250 (\text{Altura de impregnación}) - 70.500 (\text{Tiempo de residencia}) + 0.1666 (\text{Humedad relativa}) - 4.36875 (\text{Altura de impregnación})^2 + 20.8250 (\text{Altura de impregnación} * \text{Tiempo de residencia})$$

Las gráficas de residuales de la figura 21 no mostraron ninguna violación del principio de normalidad, es decir, los errores no están correlacionados. La gráfica normal de residuales se ajusta a una línea recta (figura 21a); en la gráfica de residuales vs los valores ajustados, los puntos están distribuidos al azar (figura 21b); la gráfica de residuales vs el orden de las observaciones, presenta valores fluctuando al azar alrededor de la línea recta (figura 21d); en la gráfica del histograma no se observó una distribución en forma de campana (figura 21c): cuando las observaciones son menos de 50, los histogramas pudieran presentar alguna curvatura en la cola, aunque los residuales estuvieran distribuidos normalmente. Por esta razón, el histograma por si solo no debe utilizarse para juzgar la normalidad de las observaciones.

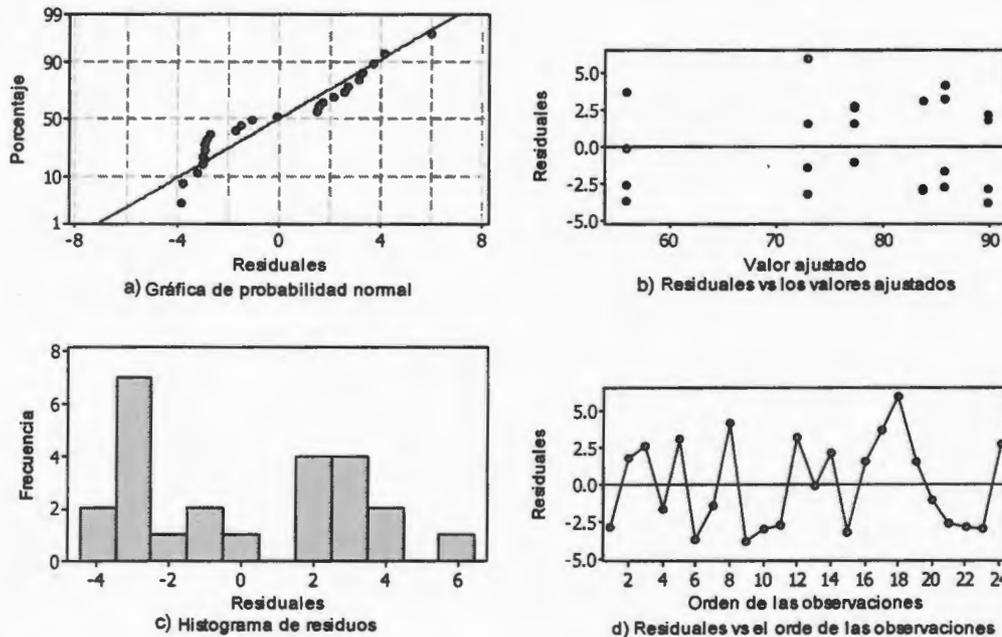


Figura 21. Gráfica de residuales para el porcentaje de impregnación. Partículas de la malla 60/140, lecho fluidizado no electrostático

La gráfica de contornos para el polvo de la malla 60/140 muestra la variación de la respuesta con respecto a la altura de impregnación y el tiempo de residencia (figura 22). El porcentaje de impregnación se incrementa con la disminución en la altura de impregnación y con el incremento del tiempo de residencia.

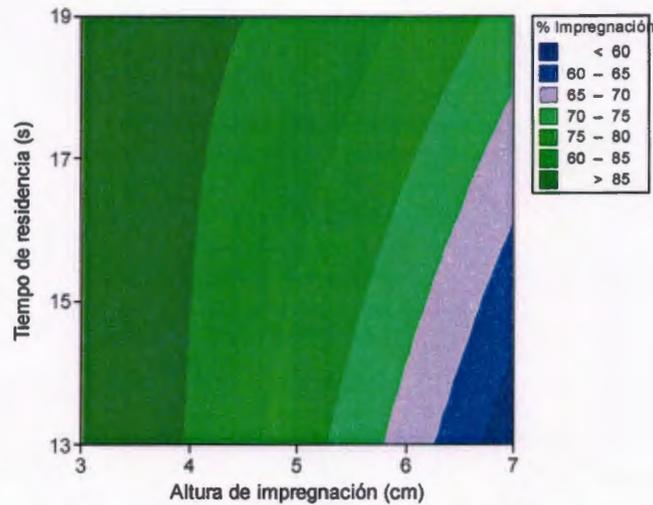


Figura 22. Gráfica de contornos. Partículas de la malla 60/140, lecho fluidizado no electrostático.

La figura 23 muestra la superficie de respuesta para el modelo estadístico generado para las partículas de la malla 60/140. El porcentaje de impregnación disminuye casi de manera exponencial al incrementar la altura de impregnación y aumenta de manera lineal cuando el tiempo de residencia aumenta. La zona de la superficie que produce mayores porcentajes de impregnación esta comprendida entre alturas de impregnación de 3 cm y 5 cm y tiempo de residencia de 19 s. Al comparar las figuras 21 y 24 se observó que el tiempo de residencia de las fibras tuvo un mayor efecto con las partículas de la malla 60/140 y por el contrario el efecto de la altura de impregnación fue mayor para las partículas de la malla 60.

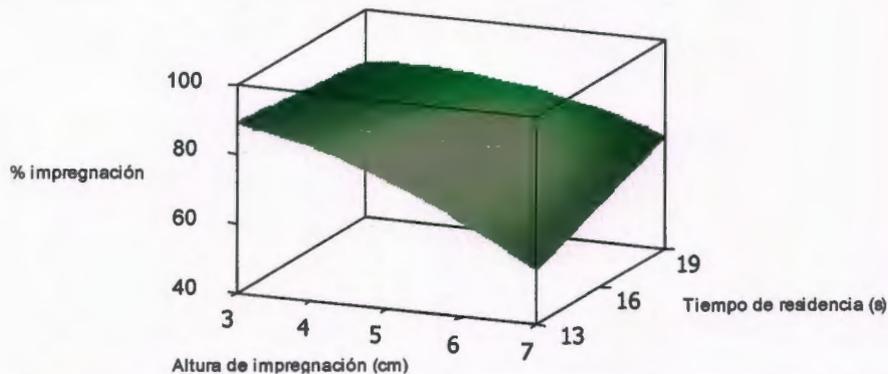


Figura 23. Superficie de respuesta. Partículas de la malla 60/140, lecho fluidizado no electrostático

3.5 Diseño experimental factorial con lecho fluidizado electrostático.

3.5.1 Pruebas preliminares del lecho fluidizado electrostático.

En las pruebas preliminares con el sistema electrostático se observó que a partir de 5 kV se observaba un incremento en la movilidad de las partículas de polvo dentro de la nube. Cuando el voltaje alcanzó los 20 kV, se observó la mayor actividad de las partículas de polvo y la nube era atraída hacia las fibras. Al incrementar el voltaje a 30 kV, la movilidad de las partículas decreció respecto al voltaje de 20 kV. Por tanto, los voltajes seleccionados para utilizarlos como niveles en el diseño experimental factorial fueron 10 kV, 20 kV y 30 kV.

3.5.2 Diseño experimental para el polvo del tamiz malla 60 – sistema electrostático.

El diseño experimental y los porcentajes de impregnación obtenidos con el polvo del tamiz malla 60, utilizando el lecho fluidizado electrostático, se muestran en la tabla 15.

Tabla 15. Diseño factorial completo y porcentajes de impregnación cuando se emplean partículas de la malla 60. Lecho fluidizado electrostático.

Orden de corrida aleatorizado	Tiempo de residencia (s)	Voltaje (kV)	Altura de impregnación (cm)	Porcentaje de impregnación (%)
17	12	30	5	67.05
2	19	10	5	70.20
12	19	30	7	68.80
21	12	20	7	82.60
14	19	10	5	66.50
24	19	30	7	62.53
9	12	20	7	78.27
11	12	30	7	54.80
1	12	10	5	58.07
16	19	20	5	53.18
18	19	30	5	54.12
13	12	10	5	63.90
5	12	30	5	66.30
15	12	20	5	80.00
7	12	10	7	78.00
8	19	10	7	64.37
6	19	30	5	77.36
19	12	10	7	66.00
10	19	20	7	86.21
3	12	20	5	80.90
4	19	20	5	86.90
22	19	20	7	91.67
23	12	30	7	62.70
20	19	10	7	63.00

La tabla 16 muestra el análisis de varianza y el análisis de regresión para el diseño experimental que empleó los tamaños de partícula provenientes de la malla 60. El análisis de varianza, basado en los valores del estadístico F, señala que el modelo estadístico posee términos lineales, cuadráticos y de interacción; de éstos, el término cuadrático es el que tiene un mayor efecto sobre la respuesta del modelo, ya que, su valor de F_0 es mayor al de los valores F_0 de los términos lineal y de interacción. También es mucho mayor que el valor reportado en la tabla de distribuciones de F, con $F_{0.05,1,16}$ (anexo 1).

La prueba de falta de ajuste con un valor de $P > \alpha = 0.05$ indica que el orden de los términos del modelo de regresión es correcto.

El análisis de regresión del modelo estadístico, de acuerdo a los valores $P < \alpha = 0.05$, señala que los términos lineales de voltaje y altura de impregnación no afectan significativamente la respuesta, debido a que el comportamiento de la respuesta está dominado por los términos cuadráticos del modelo.

Tabla 16. Análisis de regresión y análisis de varianza del modelo experimental empleando partículas de la malla 60. Lecho fluidizado electrostático

El análisis utilizó datos codificados.

Análisis de regresión.

Coefficientes de regresión calculados para las partículas de la malla 60/140

Términos	Coefficientes	Error est. Coeficientes	Estadístico T	Estadístico P
Constante	83.7160	1.6580	50.493	0.000
Altura de impregnación	-1.0639	.9572	-1.111	0.283
Voltaje	0.8510	1.1724	0.726	0.478
Tiempo de residencia	2.7604	0.9572	2.884	0.011
Voltaje*Voltaje	-16.6102	2.0306	-8.180	0.000
Altura de impregnación * Voltaje	-3.6686	1.1724	-3.129	0.006
Altura de impregnación * Tiempo de residencia	-1.5759	0.9572	-1.646	0.119
Voltaje * Tiempo de residencia	2.7411	1.1724	2.338	0.033

R² ajustada = 79.3% R² = 85.6%

Análisis de varianza.

Fuente	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Suma de cuadrados ajustados	Cuadrados medios ajustados	Estadístico F	Estadístico P
Regresión	7	2088.2	2088.2	298.32	13.57	0.000
Lineal	3	221.6	221.6	318.90	14.50	0.000
Cuadrático	1	1471.5	1471.5	1471.45	66.91	0.000
Interacción	3	395.2	395.2	131.72	5.99	0.006
Error residual	16	351.9	351.9	21.99		
Falta de ajuste	4	149.5	149.5	37.36	2.22	0.129
Error puro	12	202.4	202.4	16.87		
Total	23	2440.1				

Coefficientes de regresión calculados para las partículas de la malla 60, empleando datos sin codificar

Términos	Coefficientes
Constante	-51.8876
Altura de impregnación	13.2524
Voltaje	.00771640
Tiempo de residencia	1.92395
Voltaje*Voltaje	-1.66102E-07
Altura de impregnación * Voltaje	-3.66857E-04
Altura de impregnación * Tiempo de residencia	-0.450265
Voltaje * Tiempo de residencia	7.83161E-05

El modelo de regresión que describe la impregnación con partículas de la malla 60 en el sistema electrostático es:

$$-51.8876 + 13.2524 (\text{Altura de impregnación}) + 0.00771640 (\text{Voltaje}) + 1.92395 (\text{Tiempo Residencia}) - 1.66102E-07 (\text{Voltaje})^2 - 3.66857E-04$$

**(Altura de impregnación * Voltaje) – 0.450265 (Altura de impregnación *
Tiempo de residencia) + 7.83161E-05 (Voltaje * Tiempo de residencia)**

Este modelo obtuvo una calificación de $R^2 = 85.6 \%$.

El modelo estadístico tuvo que cumplir con el principio de normalidad que indica que el error experimental no dependió de los niveles de los factores seleccionados ni tampoco del orden de las corridas experimentales es decir, la varianza del error fue constante con media igual a cero.

La figura 24 muestra el cumplimiento del principio de normalidad. La figura 24a corresponde a la gráfica de distribución normal de los residuales del modelo experimental, en esta, los datos tienden a una línea recta. La figura 24b muestra a los valores ajustados vs los residuales, estos datos están distribuidos a azar y la gráfica no presenta ninguna tendencia ni formas de cono horizontal que pudieran causar el incumplimiento del principio de normalidad.

La figura 24c muestra el histograma de residuos que debe tener una forma similar a una campana de Gauss, sin embargo, cuando las corridas de un diseño experimental son menos de 50, el histograma puede presentar desviaciones a la forma de campana o sesgos en los extremos, sin que esto, indique un incumplimiento del principio de normalidad, ya que, el histograma por si solo no es una prueba suficiente. En estos casos es necesario apoyarse en las gráficas de los valores ajustados vs residuales, orden de las corridas vs residuales, y principalmente en la gráfica de probabilidad normal, para determinar si verdaderamente los errores están distribuidos aleatoriamente.

La figura 24d muestra la gráfica del orden de las corridas vs los residuales y no es apreciable alguna tendencia en los datos.

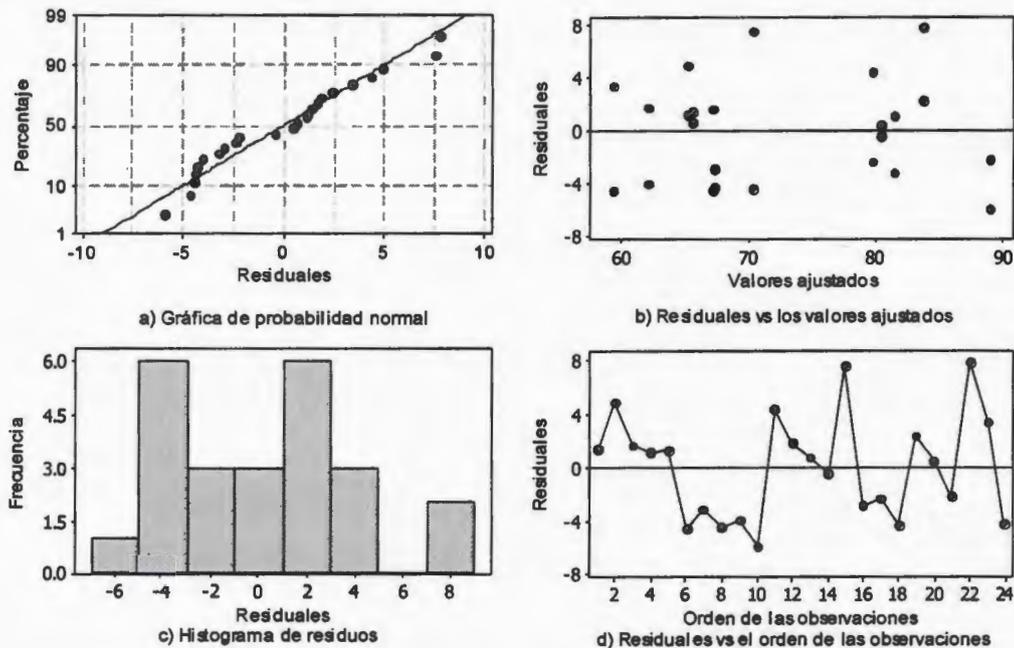


Figura 24. Gráficas de residuales para el porcentaje de impregnación. Partículas de la malla 60, lecho fluidizado electrostático

Las figuras 25 y 26 muestran las gráficas de contornos y las superficies de respuesta de las partículas de la malla 60 en sistema electrostático. Las variables graficadas son: el porcentaje de impregnación, la altura de impregnación y el tiempo de residencia; aplicando tres valores fijos de voltaje. Las figuras 25a y 26a representan el porcentaje de impregnación de las partículas de la malla 60 cuando es aplicado un voltaje de 10 kV. El porcentaje de impregnación aumenta al incrementar el tiempo de residencia de la fibra. Al incrementar la altura de la fibra, de 5 a 7 cm, el porcentaje de impregnación incrementa de 64 a 70%. Esto se debe a que las partículas de la malla 60 contienen en su mayoría partículas relativamente pesadas, entonces, cuando la altura de impregnación es de 5 cm y la atracción electrostática se incrementa, por el voltaje aplicado, las partículas de polvo chocan entre si al ser atraídas hacia las fibras; las partículas de mayor tamaño repelen y desplazan a las mas pequeñas. Cuando la altura de impregnación es de 7 cm, las partículas mas grandes difícilmente se impregnan a esta altura debido a su peso, sin embargo, la fracción de polvo más ligera es atraída hacia la fibra sin ser colisionada ni desplazada por las partículas de mayor tamaño.

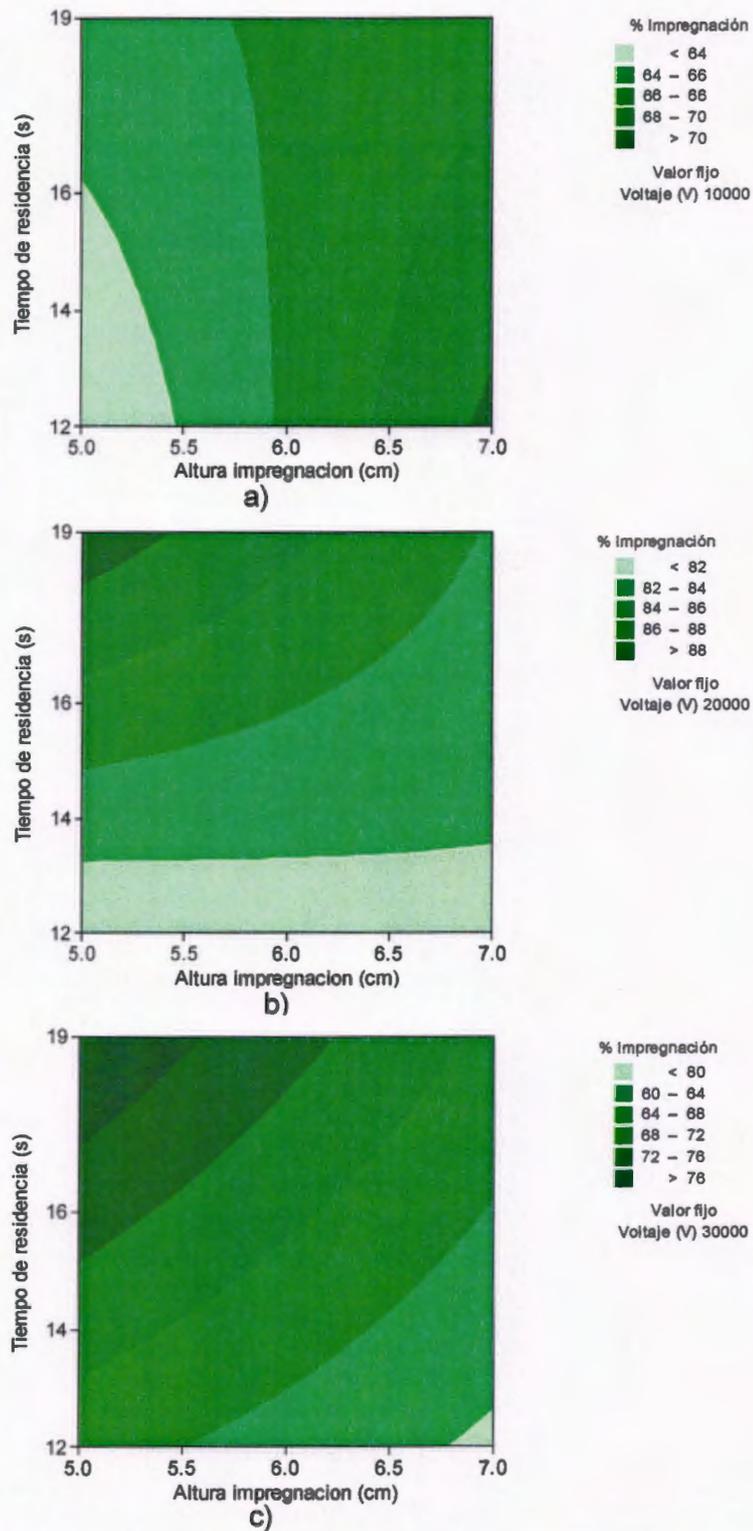


Figura 25. Gráficas de contornos. Partículas de la malla 60, lecho fluidizado electrostático.

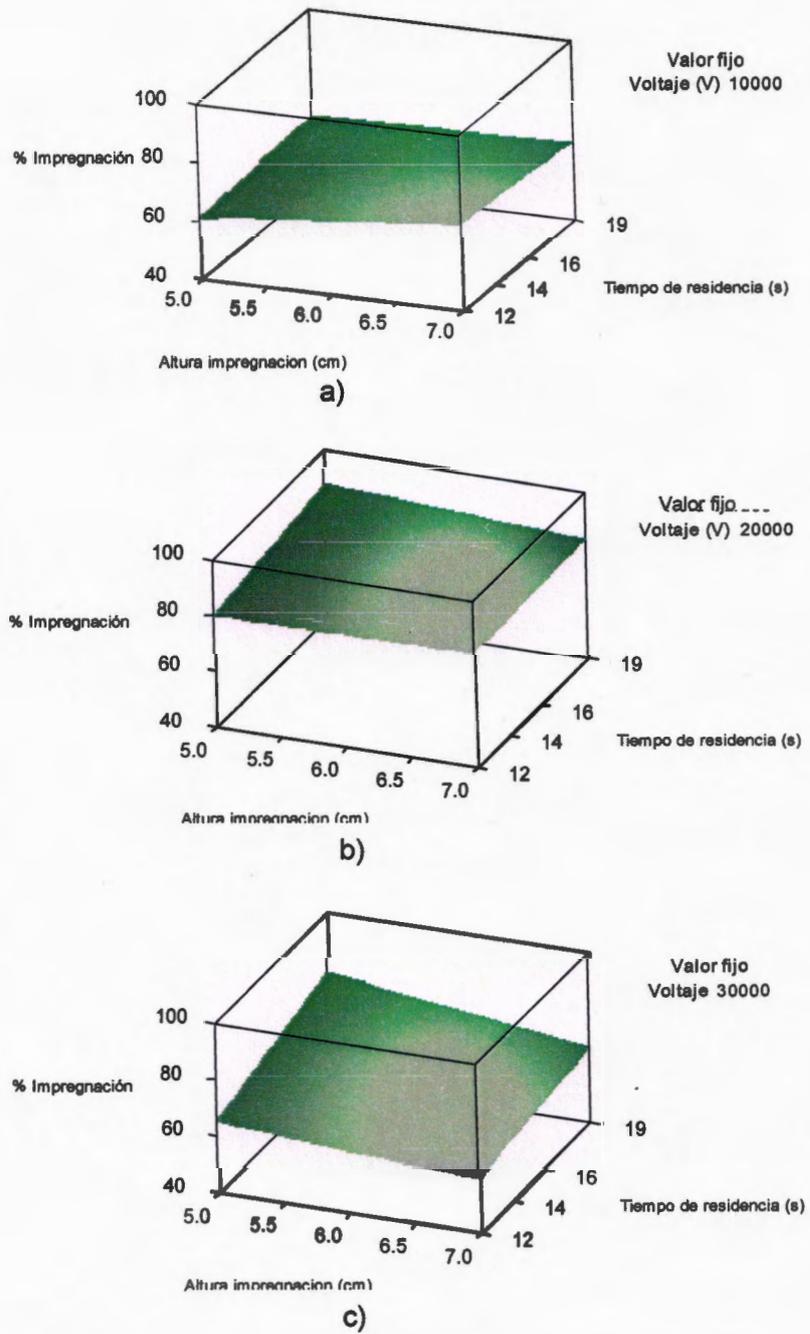


Figura 26. Superficies de respuesta. Partículas de la malla 60, lecho fluidizado electrostático

3.5.3 Diseño experimental para el polvo del tamiz malla 60/140.

El diseño experimental y los porcentajes de impregnación obtenidos con el polvo del tamiz malla 60/140, utilizando el lecho fluidizado electrostático, se muestran en la tabla 17.

Tabla 17. Diseño factorial completo y porcentajes de impregnación cuando se emplean partículas de la malla 60/140. Lecho fluidizado electrostático

Orden de corrida aleatorizado	Tiempo de residencia (s)	Voltaje (kV)	Altura de impregnación (cm)	Porcentaje de impregnación (%)
17	12	30	5	66.6
2	19	10	5	79.0
12	19	30	7	50.7
21	12	20	7	57.9
14	19	10	5	82.0
24	19	30	7	56.2
9	12	20	7	57.6
11	12	30	7	46.8
1	12	10	5	65.6
16	19	20	5	81.1
18	19	30	5	65.7
13	12	10	5	63.4
5	12	30	5	64.8
15	12	20	5	58.4
7	12	10	7	55.2
8	19	10	7	60.1
6	19	30	5	68.9
19	12	10	7	58.2
10	19	20	7	69.5
3	12	20	5	59.8
4	19	20	5	74.9
22	19	20	7	70.5
23	12	30	7	50.4
20	19	10	7	65.1

La tabla 18 muestra el análisis de varianza y el análisis de regresión para el diseño experimental que empleó los tamaños de partícula provenientes de la malla 60/140 con el sistema electrostático. El análisis de varianza señala que los términos cuadráticos y de interacción del modelo estadístico no tienen gran influencia sobre la respuesta, ya que sus valores de F son menores a $F_{0.05,1,17}$ y $F_{0.05,2,17}$ reportados en la tabla de distribución de valores F (anexo 1). Esto es confirmado en el análisis de regresión, en donde, los valores estadísticos P de los términos cuadrático y de interacción son mayores a 0.05, sin embargo, los efectos lineales del modelo estadístico poseen una gran influencia sobre el porcentaje de impregnación, ya que sus valores P son menores a 0.05.

A pesar de que el modelo estadístico es predominantemente lineal, los términos cuadrático e interacción fueron incluidos porque, incrementaban la calificación del modelo hasta 83.2 %.

Tabla 18. Análisis de regresión y análisis de varianza del modelo experimental empleando partículas de la malla 60/140. Lecho fluidizado electrostático.

El análisis utilizó datos codificados.

Análisis de regresión.

Coefficientes de regresión calculados para las partículas de la malla 60/140

Términos	Coefficientes	Error est. Coeficientes	Estadístico T	Estadístico P
Constante	66.226	1.5901	41.650	0.000
Altura de impregnación	-5.497	0.918	-5.987	0.000
Voltaje	-3.653	1.1244	-3.249	0.005
Tiempo de residencia	4.959	0.918	5.402	0.000
Voltaje*Voltaje	-3.808	1.9474	-1.955	0.067
Altura de impregnación * Voltaje	-1.123	0.9180	-1.223	0.238
Voltaje * Tiempo de residencia	-1.936	1.1244	-1.722	0.103
R^2 ajustada = 77.2%		$R^2 = 83.2%$		

Análisis de varianza.

Fuente	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Suma de cuadrados ajustados	Cuadrados medios ajustados	Estadístico F	Estadístico P
Regresión	6	1696.37	1696.37	282.729	13.98	0.000
Lineal	3	1528.82	1528.82	243.418	12.03	0.000
Cuadrático	1	77.33	77.33	77.335	3.82	0.067
Interacción	2	90.22	90.22	45.110	2.23	0.138
Error residual	17	343.85	343.85	20.227		
Falta de ajuste	5	270.95	270.95	54.190	8.92	0.001
Error puro	12	72.91	72.91	6.076		
Total	23	2040.23				

Coefficientes de regresión calculados para las partículas de la malla 60, empleando datos sin codificar

Términos	Coefficientes
Constante	22.3408
Altura de impregnación	-0524959
Voltaje	0.00201527
Tiempo de residencia	4.44768
Voltaje*Voltaje	-3.80793E-08
Altura de impregnación * Voltaje	-0.320745
Voltaje * Tiempo de residencia	-5.53166E-05

El modelo de regresión que describe la impregnación con partículas de la malla 60/140 con el sistema electrostático es:

$$22.3408 - .0524959 (\text{Altura de impregnación}) + 0.00201527 (\text{Voltaje}) - 4.44768 (\text{Tiempo Residencia}) - 3.80793E-08 (\text{Voltaje})^2 - 0.320745 (\text{Altura de impregnación} * \text{Voltaje}) - 5.53166E-05 (\text{Voltaje} * \text{Tiempo de residencia})$$

La figura 27 muestra las gráficas de residuales del modelo estadístico de las partículas de la malla 60/140 con sistema electrostático; en ninguna de ellas se observa desviaciones al principio de normalidad. La gráfica de probabilidad normal (figura 27a) muestra que los residuales tienden hacia una línea recta. Las figuras 27b y 27d no muestran alguna tendencia en los valores graficados sino que, están distribuidos aleatoriamente alrededor de un valor central. El histograma de residuos (figura 27c) posee forma de campana de Gauss.

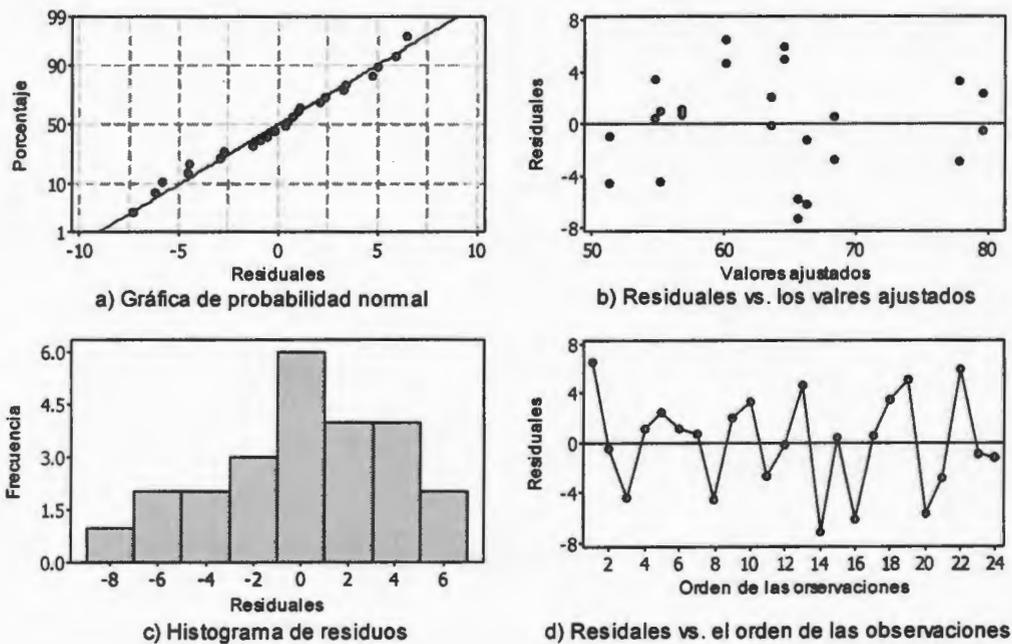


Figura 27. Gráficas de residuales para el porcentaje de impregnación. Partículas de la malla 60/140 Lecho fluidizado electrostático.

Las figuras 28 y 29 muestran las gráficas de contornos y las superficies de respuesta de las partículas de la malla 60/140 con sistema electrostático. Las variables graficadas son: el porcentaje de impregnación, la altura de impregnación y el tiempo de residencia, para tres valores fijos de voltaje.

Las gráficas de contornos y las superficies de respuesta señalan que el porcentaje de impregnación tiene un comportamiento lineal con respecto a las variables altura de impregnación y tiempo de residencia independientemente del voltaje aplicado, en este caso se probaron tres voltajes, 10 kV, 20 kV y 30 kV. Al incrementar la altura de impregnación y al reducir el tiempo de residencia, el porcentaje de impregnación disminuye; cuando la altura de impregnación disminuye y el tiempo de residencia se incrementa, el porcentaje de impregnación aumenta ya que, la distancia que recorren las partículas para alcanzar a las fibras es menor.

El porcentaje de impregnación disminuye al aumentar el voltaje de 10 kV a 30 kV; entre 10 kV y 20 kV la disminución en el porcentaje de impregnación promedio es de 3 % aproximadamente pero entre 20 kV y 30 kV la disminución del porcentaje de impregnación promedio es de 13 %:

Al aumentar el voltaje aplicado de 10 kV a 20 kV, la diferencia de potencial entre las partículas polarizadas y la fibra aumenta por lo que, las partículas al tener mayor carga eléctrica tienen una mayor movilidad debido a las fuerzas de repulsión, esto favorece una atracción hacia a las fibras aterrizadas. Este incremento en la movilidad de las partículas produce colisiones y repulsiones entre ellas. Esto afecta la cantidad de partículas que se depositan sobre las fibras.

Cuando el voltaje aplicado fue de 30 kV, se observó que algunas de las partículas eran atraídas hacia las paredes de lecho fluidizado y otras escapaban por las entradas del lecho fluidizado. Esto provocó que la nube de polvo perdiera uniformidad y que el porcentaje de impregnación disminuyera

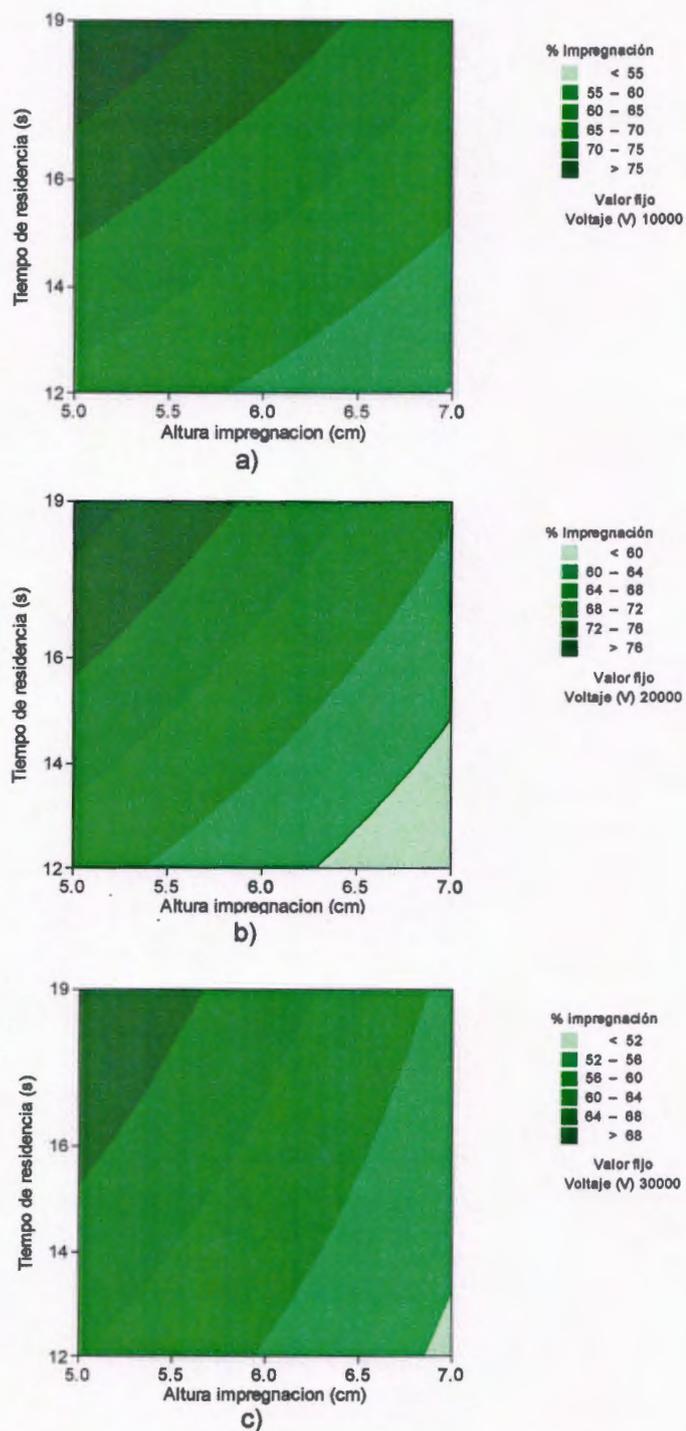
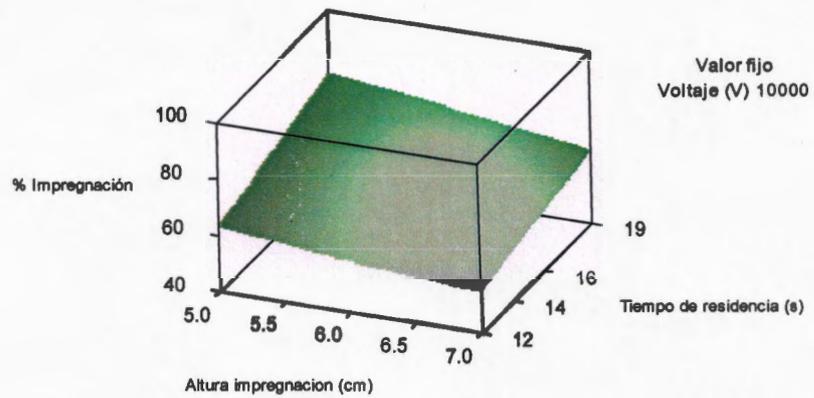
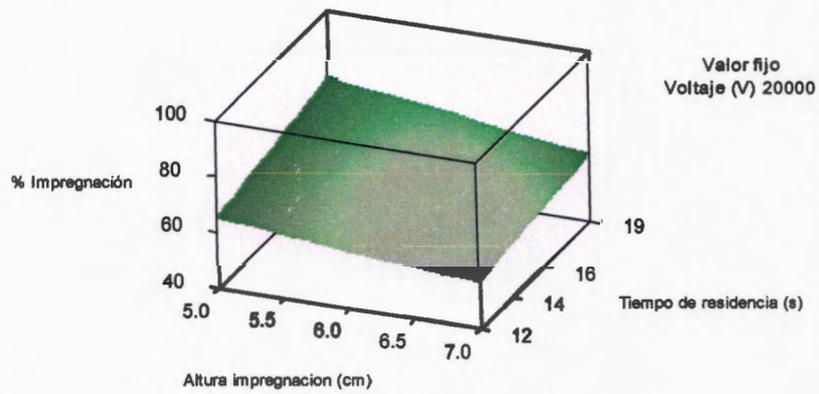


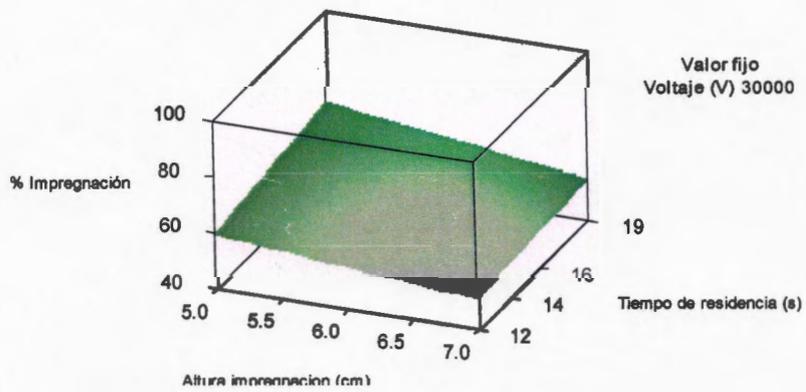
Figura 28. Gráficas de contornos. Partículas de la malla 60/140, lecho fluidizado electrostático.



a)



b)



c)

Figura 29. Superficies de respuesta. Partículas de la mala 60/140, lecho fluidizado electrostático

3.5.4 Comparación entre los lechos fluidizados electrostático y no electrostático.

La figura 30 compara los porcentajes de impregnación obtenidos con el lecho fluidizado electrostático y el no-electrostático. La figura 30a corresponde a la superficie de respuesta del modelo estadístico obtenido con el lecho fluidizado no-electrostático y las partículas de la malla 60. La superficie de respuesta muestra los porcentajes de impregnación al variar la altura de impregnación de 5 a 7 cm y el tiempo de residencia de 12 a 19 s.

La figura 30b corresponde a la superficie de respuesta del modelo estadístico obtenido con el lecho fluidizado electrostático y las partículas de la malla 60. Esta superficie de respuesta muestra los porcentajes de impregnación al variar la altura de impregnación de 5 a 7 cm y el tiempo de residencia de 12 a 19 s y un voltaje fijo de 20 kV.

Cuando se utilizó el lecho fluidizado electrostático se observa que la respuesta es casi lineal al variar los diferentes factores mientras que cuando se emplea el sistema no-electrostático, la respuesta es cuadrática al variar los factores. Los porcentajes de impregnación alcanzados fueron en general mayores cuando se empleó el lecho fluidizado electrostático.

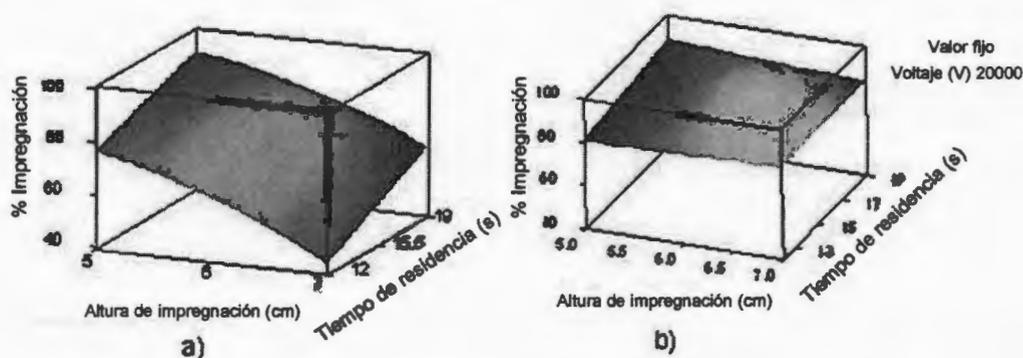


Figura 30. Superficies de respuesta obtenidas con los lechos fluidizados (a) no-electrostático y (b) electrostático, para las partículas de la malla 60.

La figura 31 compara los porcentajes de impregnación obtenidos con el lecho fluidizado electrostático y no-electrostático. La figura 31a corresponde a la superficie de respuesta del modelo estadístico obtenido con el lecho fluidizado no-electrostático y las partículas de la malla 60/140. La superficie de respuesta

muestra los porcentajes de impregnación al variar la altura de impregnación de 5 a 7 cm y el tiempo de residencia de 12 a 19 s.

La figura 31b corresponde a la superficie de respuesta del modelo estadístico obtenido con el lecho fluidizado electrostático y las partículas de la malla 60/140. Esta superficie de respuesta muestra los porcentajes de impregnación al variar la altura de impregnación de 5 a 7 cm y el tiempo de residencia de 12 a 19 s, manteniendo un voltaje fijo de 10 kV.

Para tiempos de residencia menores a 19 s, empleando el sistema electrostático, hay una disminución en el porcentaje de impregnación comparado con los porcentajes obtenidos cuando se utiliza el lecho no-electrostático.

La respuesta al variar la altura de impregnación es lineal cuando se utiliza el lecho fluidizado electrostático. Los porcentajes obtenidos cuando la altura de impregnación está entre 5 y 7 cm con un tiempo de residencia de 19 s es similar para los dos tipos de lechos fluidizados.

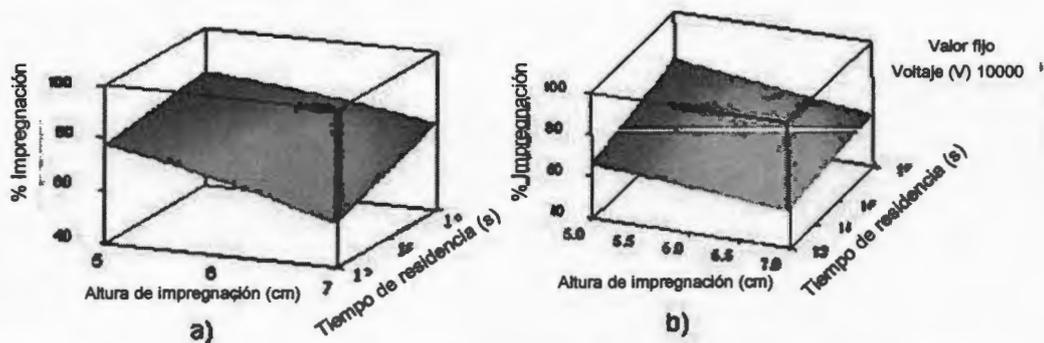


Figura 31. Superficies de respuesta obtenidas con los lechos fluidizados (a) no-electrostático y (b) electrostático, para las partículas de la malla 60/140.

CONCLUSIONES

La altura de impregnación del lecho fluidizado actual puede ser ajustada a tres alturas diferentes, 3, 5 y 7 cm, este es un parámetro importante para variar el porcentaje de impregnación. El cambio del polvo y la limpieza del lecho se realizan ahora con facilidad, ya que el nuevo diseño que permite retirar la cámara de impregnación con sólo levantarla.

Al ser un lecho fluidizado continuo, hay pérdidas de polvo en las zonas de entrada y salida de las fibras, sin embargo, las trampas de polvo colocadas en los extremos del lecho fluidizado recuperan el polvo que se escapa del sistema. La velocidad del flujo de aire puede ser modificada para obtener una nube de polvo homogénea, esta velocidad dependerá del tamaño de partícula y de la cantidad de polvo inicial dentro del lecho fluidizado. Para encontrar la cantidad inicial de polvo dentro del lecho y la velocidad de flujo de aire adecuada para un determinado tamaño de partícula, es necesario evaluar diferentes combinaciones de estos parámetros.

Las partículas del tamiz malla 60 (tamaño promedio 617 μm) necesitan una velocidad de flujo de aire de 8 m s^{-1} y 100 g de polvo inicial para fluidizar y generar una nube de polvo homogénea.

Las partículas del tamiz malla 60/140 (tamaño promedio 302 μm) necesitan una velocidad de flujo de aire de 5 m s^{-1} y 50 g de polvo inicial para fluidizar y generar una nube de polvo homogénea.

Las partículas de la malla 60 generan una nube de polvo más estable comparada con la nube generada por las partículas de la malla 60/140 y éstas se impregnan más rápido que las partículas de la malla 60. Cuando la altura de impregnación fue 3cm, los porcentajes de impregnación obtenidos con estos tamaños de partícula fueron mayores a 85% pero al incrementar la altura de impregnación a 5 y 7 cm las partículas de la malla 60/140 produjeron mayores porcentajes de impregnación comparadas con las partículas de la malla 60.

El lecho fluidizado electrostático puede variar el voltaje aplicado hasta 50 kV, sin embargo, los efectos de la atracción de la nube de polvo a la fibra son mas visibles entre 10 y 30 kV.

El diseño experimental Taguchi señaló que los factores: tamaño de partícula, altura de impregnación de la fibra, velocidad de flujo de aire y el tiempo de residencia de la fibra, tienen una gran influencia sobre el porcentaje de impregnación y sugirió una condición óptima de impregnación con los siguientes parámetros: tamaño de partícula tamiz malla 60/100, altura de impregnación 3 cm, velocidad de flujo de aire 5 m/s y tiempo de residencia 28 s. Sin embargo, con la metodología Taguchi no fue posible estudiar las interacciones entre los factores únicamente se estudiaron los efectos individuales.

El diseño experimental factorial, utilizando el lecho fluidizado no electrostático, generó un modelo estadístico para las partículas de la malla 60 y otro modelo para las partículas de la malla 60/140.

Basados en el modelo de regresión generado, se puede decir que al utilizar las partículas de la malla 60, el porcentaje de impregnación disminuye exponencialmente al incrementar la altura de impregnación y aumenta linealmente cuando se incrementa el tiempo de residencia.

Basados en el modelo de regresión generado, se puede decir que al utilizar las partículas de la malla 60/140, el grado de impregnación disminuye casi linealmente cuando la altura de impregnación se incrementa, y al aumentar el tiempo de residencia el porcentaje de impregnación se incrementa de forma lineal.

El diseño experimental factorial mostró que la humedad relativa no presenta un efecto significativo sobre el porcentaje de impregnación.

El diseño experimental factorial para el lecho fluidizado electrostático y para las partículas de la malla 60, mostró que el porcentaje de impregnación varía exponencialmente con la altura de impregnación y con el tiempo de residencia de una manera lineal. Los mayores porcentajes de impregnación, con el lecho fluidizado electrostático, se obtuvieron cuando el voltaje aplicado fue de 20 KV.

El diseño experimental factorial utilizando para el lecho fluidizado electrostático y las partículas de la malla 60/140, mostró que el porcentaje de impregnación varía con la altura de impregnación y con el tiempo de residencia de una

manera lineal. Los mayores porcentajes de impregnación, con el lecho fluidizado electrostático se obtuvieron cuando el voltaje aplicado fue de 10 KV. Para las partículas de la malla 60, el porcentaje de impregnación se incrementó con el lecho fluidizado electrostático. Sin embargo, para las partículas de la malla 60/140, el porcentaje de impregnación disminuyó con el sistema electrostático cuando la altura de impregnación fue de 5 cm, pero con la altura de 7 cm, el porcentaje de impregnación fue similar al obtenido con las partículas de la malla 60.

RECOMENDACIONES

El principio del funcionamiento del sistema de impregnación y la facilidad para cambiar el material de impregnación hacen posible el utilizar diferentes combinaciones de matrices y recubrimientos poliméricos.

En futuros experimentos con el sistema de impregnación sería interesante utilizar polímeros reciclados como recubrimiento de fibras y así, transformar materiales de desecho en potenciales aplicaciones por ejemplo: láminas para la industria de la construcción o la industria automotriz.

Es conveniente realizar un estudio sobre las pérdidas de cargas eléctricas para verificar la eficiencia de la transferencia de cargas hacia las fibras e incrementar la seguridad del operador del sistema de impregnación.

El sistema de impregnación puede ayudar a elaborar o verificar modelos físico-matemáticos sobre impregnación de fibras mediante partículas secas.

Algunas condiciones de proceso generan que las fibras se impregnen con tiempos de residencia alrededor de 5 s. Esto sugiere una modificación al sistema de tracción de las fibras para disminuir los tiempos de residencia y así, obtener mayores velocidades de producción.

BIBLIOGRAFÍA

1. D. Hulk "Materiales compuestos" Ed. Reverte México, 1987, Cap. 1.
2. L. J. Broutman, R. H. Krock "Composite Materials" Academic Press, New York, 1974, Cap. 2, 6.
3. Instituto Mexicano del Plástico Industrial S.C. "Enciclopedia del plástico" Litografía Publicitaria, México, 1997, Cap 4.
4. M. Rubinstein, R. H. Colby "Polymer Physics" Oxford University Press, UK, 2003, Cap. 1.
5. Mark, Bikales, Overberger, Menges, "Encyclopedia of Polymer Science and Engineering" Wiley Interscience, New York, Vol. 11, p.248.
6. E. Larrodé "Materiales compuestos 1" Ed. Reverte, España, 2004, Cap. 1.
7. W. L. McCabe, J. C. Smith "Operaciones básicas en ingeniería química" McGraw Hill, 7th edición, México, 2001, Cap. 7, 28.
8. M. Barletta, V. Tagliaferri "Influence of Process Parameters in Electrostatic Fluidized Bed Coating" *Surface & Coating Technology*, **200** (2006) 4619-4629.
9. H. Benson "Física universitaria" CECOSA, Vol. 2, México, 1994, Cap. 1, 2, 4, 9, 10.
10. D.S. Richart "A report on the fluidized-bed coating system: Part 1 Fluidized variables and their influences" *Plastic Des. Tech.* **2** (1962) 18- .
11. C. K. Pettigrew "Fluidized bed coating: Part 1 Effect on fluidized bed variables, substrate pretreatment and preheating method" *Mod. Plastics* **44** (1966) 111- .
12. M. Elmas "The theory of fluidised bed coating" *Chem. Eng.* **1** (1970) 217- .
13. M. Barletta, G. Simone, V. Tagliaferri "Advance in fluidized bed coating: an experimental investigation on a perform polymer coating alloy" *J. Mater. Process. Technol* **200** (2004) 4619.
14. M. Barletta, G. Simone, V. Tagliaferri "A FEM model of conventional hot dipping coating process by using a fluidized bed" *Progress Org. Coatings* **54** (2005) 390.

15. M. Barletta, V. Tagliaferri "Electrostatic fluidized bed deposition of high performance polymeric powder on metallic substrates" *Surf. Coatings Technol.* **54** (2005) 390-398.
16. L. Drzal, S. R. Iyer "A formable, flexible composite perform from powder-impregnated fiber tows" PASC 7th Technical conference, Pennsylvania, 1992, p. 345.
17. A. Ramasamy, Y. Wang "Braided Thermoplastic Composites from Powder-Coated Towpregs. Part I: Towpreg Characterization" *Polymer Composites*, **7** (1996) 497- .
18. H. Gutiérrez, R. de la Vara "Análisis y diseño de experimentos" Mc Graw Hill, 1^o edición, México, 2004, Cap. 1, 2, 3, 5, 9.
19. D. Montgomery "Diseño y análisis de experimentos" Wiley, 2^o edición, México, 2005, Cap. 3, 5, 10, 11.
20. D. M. Byrne, S. Taguchi "The Taguchi approach to parameter design" *Quality Progress*, **20** (1987) 19.
21. C. W. Van der Merwe "Física general" Serie Schaum, México, 1970, p.136.
22. P. N. Rowe, C. X. R. Yacono "The bubbling behaviour of fine powders when fluidized" *Chem. Eng Sci.* **31** (1976) 1179- .
23. M. A. Gilbertson, I. Eames "The influence of Particle size on the flow of fluidised powders" *Powder Technology* **131** (2003) 197- .
24. P. Mehrani, H. T. Bi, J. R. Grace "Electrostatic charge generation in gas-solid fluidized beds" *J. Electrostatic* **63** (2005) 165- .
25. J. H. Walling, G. R. Arbuthnot, A. Dumoulin "Fluidizable bed structure" US Patent 4381728 (1983).
26. J. P. K. Seville, C. D. Willet, P. C. Knight, "Interparticle forces in fluidization: a review" *Powder Technology* **113** (2000) 261- .
27. A. L. Ogden, M. W. Hyer, J. T. Muellerleile, G. L. Wilkes and A. C. Loos "The Development of an Alternative Thermoplastic Powder Prepregging Technique" PASC 5th Technical conference, East Lansing, 1990, p.249.
28. Q. Zheng and R. J. Morgan "High Speed/Low-Cost Powder Processing of Thermoplastic Composite" Proceedings of ASME International Symposium

- on Design and Manufacture of Composites, San Francisco, pp. 145-154, November 1995.
29. T. Mori "The new experimental design Taguchi's approach to quality engineering" ASI Press, Dearborn, MI, 1990, Cap 1.
30. J. Cibrowski, A. Wlodarski "On electrostatic effects in fluidized beds" Chem. Engng. Sci. **17** (1962) 23-32.
- 31.27. M. J. Owen, V. Middleton, I. A. Jones "Integrated Design and Manufacture using Fibre-Reinforced Polymeric Composites" CRC Press, New York, 2000, Cap. 1, 2.
32. R. H. Myers, D. C. Montgomery "Response Surface Methodology: Process and Product Optimization using Designed Experiments" Wiley-Interscience, New York, 2005, Cap. 1, 2.
33. G. Taguchi, Y. Wu "Introduction to off-line quality control" Central Japan Quality Control Association, 1985, Nagoya, Japan.

ANEXO 1

Tabla de distribución de probabilidades F.

IV. Puntos porcentuales de la distribución F

α	β	$F_{\alpha, \beta, \gamma}$												
		Grados de libertad del denominador (γ)												
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20
2	161.4	199.5	215.7	224.6	230.2	234.0	236.8	238.9	240.5	241.9	243.9	245.9	248.0	248.0
3	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.41	19.43	19.45	19.45
4	10.13	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.74	8.70	8.66	8.66
5	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.91	5.86	5.80	5.80
6	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.68	4.62	4.56	4.56
7	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	4.00	3.94	3.87	3.87
8	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.57	3.51	3.44	3.44
9	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.28	3.22	3.15	3.15
10	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.07	3.01	2.94	2.94
11	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.91	2.85	2.77	2.77
12	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	3.01	2.95	2.90	2.85	2.79	2.72	2.65	2.65
13	4.75	3.89	3.49	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.80	2.75	2.69	2.62	2.54	2.54
14	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.92	2.83	2.77	2.71	2.67	2.60	2.53	2.46	2.46
15	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.76	2.70	2.65	2.60	2.53	2.46	2.39	2.39
16	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.48	2.40	2.33	2.33
17	4.49	3.63	3.24	3.01	2.85	2.74	2.66	2.59	2.54	2.49	2.42	2.35	2.28	2.28
18	4.45	3.59	3.20	2.96	2.81	2.70	2.61	2.55	2.49	2.45	2.38	2.31	2.23	2.23
19	4.41	3.55	3.16	2.93	2.77	2.66	2.58	2.51	2.46	2.41	2.34	2.27	2.19	2.19
20	4.38	3.52	3.13	2.90	2.74	2.63	2.54	2.48	2.42	2.38	2.31	2.23	2.16	2.16
21	4.35	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.28	2.20	2.12	2.12
22	4.32	3.47	3.07	2.84	2.68	2.57	2.49	2.42	2.37	2.32	2.25	2.18	2.10	2.10
23	4.30	3.44	3.05	2.82	2.66	2.55	2.46	2.40	2.34	2.30	2.23	2.15	2.07	2.07
24	4.28	3.42	3.03	2.80	2.64	2.53	2.44	2.37	2.32	2.27	2.20	2.13	2.05	2.05
25	4.26	3.40	3.01	2.78	2.62	2.51	2.42	2.36	2.30	2.25	2.18	2.11	2.03	2.03
26	4.24	3.39	2.99	2.76	2.60	2.49	2.40	2.34	2.28	2.24	2.16	2.09	2.01	2.01
27	4.23	3.37	2.98	2.74	2.59	2.47	2.39	2.32	2.27	2.22	2.15	2.07	1.99	1.99
28	4.21	3.35	2.96	2.73	2.57	2.46	2.37	2.31	2.25	2.20	2.13	2.06	1.97	1.97
29	4.20	3.34	2.95	2.71	2.56	2.45	2.36	2.29	2.24	2.19	2.12	2.04	1.96	1.96
30	4.18	3.33	2.93	2.70	2.55	2.43	2.35	2.28	2.22	2.18	2.10	2.03	1.94	1.94
40	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.09	2.01	1.93	1.93
60	4.08	3.23	2.84	2.61	2.45	2.34	2.25	2.18	2.12	2.08	2.00	1.92	1.84	1.84
120	4.00	3.15	2.76	2.53	2.37	2.25	2.17	2.10	2.04	1.99	1.92	1.84	1.75	1.75
∞	3.92	3.07	2.68	2.45	2.29	2.17	2.09	2.02	1.96	1.91	1.83	1.75	1.66	1.66
∞	3.84	3.00	2.60	2.37	2.21	2.10	2.01	1.94	1.88	1.83	1.75	1.67	1.57	1.57

ANEXO 2

Metodología de Taguchi.

El problema de la resistencia de un conector.

Para describir la metodología de Taguchi usaremos el ejemplo de la "fuerza de desprendimiento (*pull-off*) del conector", que se describe en el libro "*The Taguchi approach to parameter design*" de D.M. Byrne y S. Taguchi, *Quality Progress*, 1987, p.19-26. En el ejemplo, el experimento trata de encontrar un método para ensamblar un conector elastomérico a un tubo de nylon que proporcione una fuerza de desprendimiento suficiente para aplicaciones en motores de automóvil. En el experimento se identificaron cuatro factores controlables y tres factores de ruido, el objetivo es maximizar la fuerza de desprendimiento. En la tabla A-1 se muestran los factores y los niveles para este ejemplo. Es importante encontrar los niveles de los factores controlables que son los menos influenciados por los factores de ruido y que generen la mayor fuerza de desprendimiento. Aunque los factores de ruido no son controlables durante la operación de un proceso, estos pueden medirse al realizar las pruebas experimentales. Cada factor controlable es probado a tres niveles y cada factor de ruido se prueba a dos niveles.

De acuerdo a la metodología del diseño de parámetros de Taguchi, se selecciona un diseño experimental para los factores controlables y otro para los factores de ruido. Estos diseños se muestran en la tabla A-2. Taguchi nombra a sus diseños arreglos ortogonales y representa a los niveles de los factores con los enteros 1, 2 y 3. En este caso los diseños seleccionados por Taguchi son un diseño factorial estándar 2^3 (tres factores con dos niveles cada uno y el diseño tiene 8 corridas experimentales) y un diseño factorial fraccionado 3^{4-2} . (4 factores con tres niveles cada uno, pero el diseño tiene 9 corridas experimentales) Taguchi llama a estos diseños arreglos ortogonales L_8 y L_9 respectivamente.

Tabla A-1. Factores y niveles del ejemplo de diseño de parámetros Taguchi

Factores controlables		Niveles		
A = Interferencia		Bajo	Medio	Alto
B = Espesor de la pared del conector		Delgado	Medio	Grueso
C = Inserción, profundida		Superficial	Medio	Profundo
D = Porcentaje de adhesivo en el conector		Bajo	Medio	Alto
Factores no controlables		Niveles		
E = Tiempo		24 h		120 h
F = Temperatura		72 °F		150 °F
G = Humedad relativa		25 %		75 %

Tabla A-2. Diseños para los factores controlables y no controlables

(a) Arreglo ortogonal L ₉ para los factores controlables.					(b) Arreglo ortogonal L ₈ para los factores no controlables						
Corrida experimental	Variable				Corrida experimental	Variable					
	A	B	C	D		E	F	ExF	G	ExG	FxG
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	2	2	2	2	1	1	1	2	2	2
3	1	3	3	3	3	1	2	2	1	1	2
4	2	1	2	3	4	1	2	2	2	2	1
5	2	2	3	1	5	2	1	2	1	2	1
6	2	3	1	2	6	2	1	2	2	1	2
7	3	1	3	2	7	2	2	1	1	2	2
8	3	2	1	3	8	2	2	1	2	1	1
9	3	3	2	1							

Los dos diseños se combinaron como se muestra en la Tabla A-3. Esta combinación se conoce como diseño cruzado. Cada una de las nueve corridas del arreglo interior se cruzan con las ocho corridas del arreglo exterior, para un total de 72 corridas experimentales.

Tabla A-3. Diseño de parámetros con arreglos internos y externos

															Arreglo externo (L_9)												
															E	1	1	1	1	2	2	2	2				
															F	1	1	2	2	1	1	2	2				
															G	1	2	1	2	1	2	1	2				
															Arreglo interno (L_9)								Media	SN_L			
# corrida	A	B	C	D																							
1	1	1	1	1	15.6	9.5	16.9	19.9	19.6	19.6	20	19.1	17.525	24.025													
2	1	2	2	2	15	16.2	19.4	19.2	19.7	19.8	24.2	21.9	19.425	25.522													
3	1	3	3	3	16.3	16.7	19.1	15.6	22.6	18.2	23.3	20.4	19.025	25.335													
4	2	1	2	3	18.3	17.4	18.9	18.6	21	18.9	23.2	24.7	20.125	25.904													
5	2	2	3	1	19.7	18.6	19.4	25.1	25.6	21.4	27.5	25.3	22.825	26.908													
6	2	3	1	2	16.2	16.3	20	19.8	14.7	19.6	22.5	24.7	19.225	25.326													
7	3	1	3	2	16.4	19.1	18.4	23.6	16.8	18.6	24.3	21.6	19.850	25.711													
8	3	2	1	3	14.2	15.6	15.1	16.8	17.8	19.6	23.2	24.2	18.313	24.852													
9	3	3	2	1	16.1	19.9	19.3	17.3	23.1	22.7	22.6	28.6	21.200	26.152													

Análisis de datos y conclusiones.

Taguchi recomienda para el tratamiento de la información del experimento, analizar la media de la respuesta de cada corrida experimental del arreglo interno (ver tabla A-3), y también sugiere analizar la variación de la media de la respuesta, utilizando un cociente llamado razón señal-ruido (signal-to-noise ratio, SN). Estas razones se derivan de la función pérdida cuadrática, y existen tres cocientes estándar aplicables. Ver sección 1.7.1.3

En el presente ejemplo se utilizó la razón SN_L (*nominal the best*) porque el objetivo es maximizar la fuerza de desprendimiento. Las últimas dos columnas de la tabla A-3 muestran las medias de cada una de las corridas experimentales (promedio de las ocho respuestas de cada fila) y los valores SN_L para cada una de las nueve corridas experimentales (el cálculo usa las ocho respuestas de cada fila). La metodología Taguchi utiliza el análisis de varianza para determinar que factores influyen la respuesta media y los factores que influyen la razón S/N.

El enfoque Taguchi consiste en examinar las gráficas de medias marginales para cada factor (figuras A-1 y A-2) para escoger las condiciones óptimas del experimento. Para el presente problema, los factores A y C tienen un mayor

efecto que los factores B y D porque cuando los factores A y C cambian de nivel, los puntos de la gráfica se alejan más de la media global del proceso (promedio de la columna "Media" de la tabla A-3) comparado con los factores B y D. Para maximizar la fuerza de desprendimiento promedio, los factores seleccionados fueron A_{medio} , C_{medio} , B_{medio} y D_{bajo} , ya que con estos parámetros se tienen los mayores valores de S/N_L (figura A-2). No hay mucha diferencia entre C_{medio} y C_{profundo} (figura A-2, factor C) debido a que ambos maximizan el valor de S/R y son condiciones de operación robustas.

La selección de las condiciones A_{medio} , C_{medio} , B_{medio} y D_{bajo} , maximizará la fuerza de desprendimiento promedio y reducirá la variabilidad de la fuerza de desprendimiento.

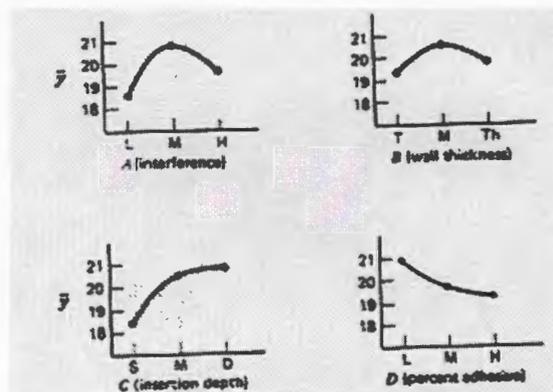


Figura A-1. Efectos de los factores de control sobre la media de la respuesta

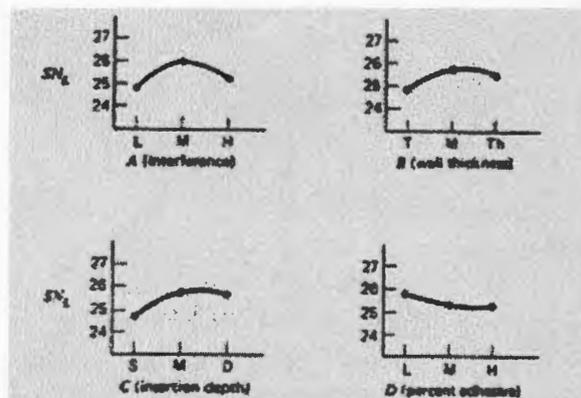


Figura A-2. Efectos de los factores de control sobre el cociente S/N .

La metodología de Taguchi señala que al usar el cociente S/N, por lo general, se elimina la necesidad de examinar interacciones específicas entre los factores de control y los factores de ruido, aunque algunas veces, el considerar estas interacciones mejore la comprensión de un proceso. En este ejemplo, se encontró que las interacciones AG y DE eran grandes ya que, en la gráficas de interacción las líneas se cruzan. El análisis de estas interacciones se muestra en la figura A-3, y sugiere que A_{medio} es la mejor condición de proceso porque este parámetro produce la mayor fuerza de desprendimiento (Y) y una pendiente cercana a cero, indicando que si escogemos A_{medio} el efecto de la humedad relativa (factor G) se minimiza. El análisis también sugiere que el factor D_{bajo} genera la fuerza de desprendimiento más alta a pesar de que el factor E (tiempo) afecta significativamente la respuesta Y .

Cuando el costo y otros factores fueron tomados en cuenta, el experimentador del presente ejemplo finalmente decidió usar los factores A_{medio} , B_{delgado} , C_{medio} y D_{bajo} . (B_{delgado} fue mucho menos caro que B_{medio} , y C_{medio} aparentemente proporcionaba menor variabilidad que C_{profundo}). Como esta combinación no es una corrida experimental en el arreglo interno original, cinco pruebas adicionales se realizaron con esta combinación de parámetros como un experimento de confirmación. Para este experimento de confirmación, los niveles utilizados en los factores de ruido fueron E_{bajo} , F_{bajo} y G_{bajo} . Los autores reportaron buenos resultados de la prueba de confirmación y determinaron que la condición óptima fue A_{medio} , B_{delgado} , C_{profundo} , D_{bajo} .

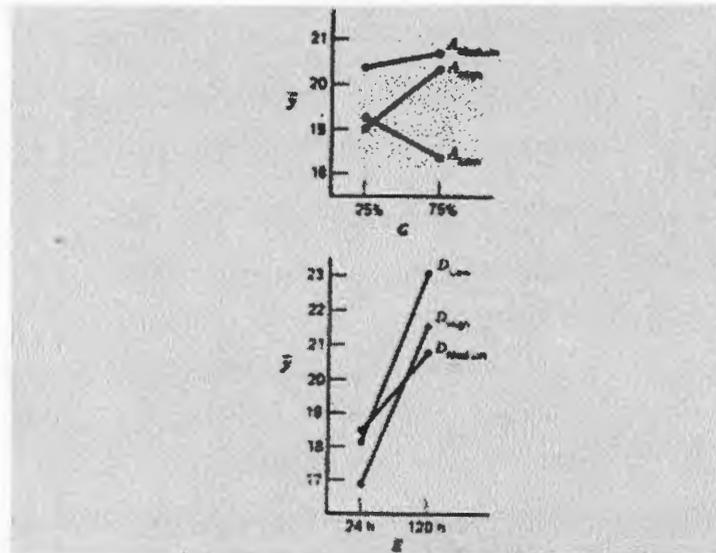


Figura A-3. Las interacciones AG y DE

En esta sección, nos enfocaremos el uso de gráficas medias marginales para optimizar los parámetros del proceso.

Consideremos el uso de las gráficas de las medias marginales asociadas a seleccionar la "condición ganadora" del ejemplo anterior. Simplemente supongamos que existen los factores A y B, cada uno con tres niveles como se muestra en la tabla A-4. Las gráficas de las medias marginales se muestran en la figura A-5; de estas gráficas se selecciona la combinación óptima A_3 y B_1 , asumiendo que queremos maximizar la respuesta y, sin embargo, esta combinación no es correcta. Por simple inspección de la tabla A-4 o de la interacción AB de la figura A-5, se observa que la combinación de A_3 y B_2 producen el máximo valor de y . En general, al seleccionar la "combinación ganadora" con medias marginales nunca se podrá garantizar producir una respuesta óptima. Los seguidores de Taguchi recomiendan que se corra un experimento confirmatorio, aunque, esto tampoco ofrece garantías porque se podría confirmar una respuesta que difiere grandemente de un valor óptimo. La mejor manera de encontrar las condiciones óptimas de un proceso es utilizando la metodología de superficies de respuesta.

Tabla A-4. Medias marginales graficadas en la figura 5.

		Factor A			Promedios B
		1	2	3	
Factor B	1	10	10	13	11
	2	8	10	14	9.67
	3	6	9	10	8.33
	Promedios A	8	9.67	11.67	

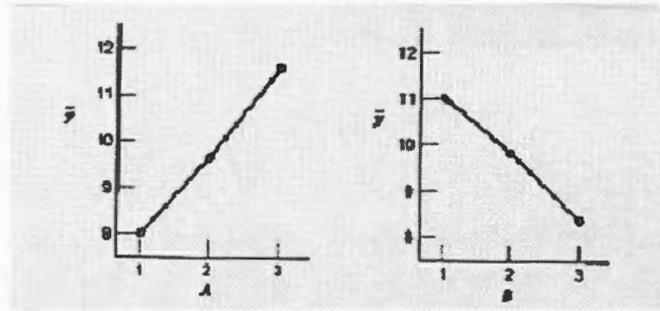


Figura A-4. Gráfica de medias marginales de la información de la tabla 4.

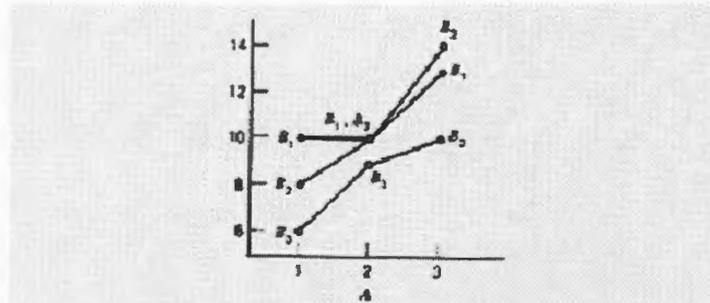


Figura A-5. Gráfica de interacción AB de la información de la tabla 4.

ANEXO 3

Diseño factorial general.

El problema del embotellado de un refresco.

Una empresa embotelladora de refrescos esta interesada en obtener alturas de llenado más uniformes en las botellas que se fabrican en su proceso de manufactura. Teóricamente, la maquina de llenado, llena cada botella a su altura objetivo correcta, pero en la práctica, existe variación en torno a este objetivo, y la embotelladora quiere tener un mejor entendimiento de las fuentes de esta variabilidad y, en última instancia, reducirla.

El ingeniero de proceso puede controlar tres variables durante el proceso de llenado: el porcentaje de carbonatación (A), la presión de operación del llenador (B) y las botellas producidas por minuto o rapidez de línea (C). Es sencillo controlar la presión y la rapidez, pero el porcentaje de carbonatación es más difícil de controlar durante la manufactura real debido a que varía con la temperatura. Sin embargo, para los fines de un experimento, el ingeniero puede controlar la carbonatación en tres niveles: 10, 12 y 14 %. Elige dos niveles para la presión (25 y 30 psi) y dos niveles para la rapidez de la línea (200 y 250 bpm). El ingeniero decide correr dos réplicas de un diseño factorial con estos tres factores, corriendo las 24 corridas de manera aleatoria. La variable de respuesta observada es la desviación promedio de las alturas de llenado respecto a la altura objetivo en una corrida de producción de botellas con cada conjunto de condiciones. La tabla A5 muestra los datos que resultaron de este experimento; las desviaciones negativas son alturas de llenado por debajo del valor objetivo. Los números encerrados en círculos en la tabla A5 son la suma de las dos réplicas bajo las condiciones de proceso descritas en las celdas horizontal y vertical y_{ijk} .

Tabla A5. Datos de la desviación de la altura de llenado

Porcentaje de carbonatación (A)	Presión de operación (B)								y _{i...}
	25 psi				30 psi				
	Rapidez de línea (c)				Rapidez de línea (c)				
	200		250		200		250		
10	-3	(-4)	-1	-1	-1	(-1)	1	(2)	-4
	-1		0		0		1		
12	0	(1)	2	3	2	(5)	6	(11)	20
	1		1		3		5		
14	5	(9)	7	13	7	(16)	10	(21)	59
	4		6		9		11		
Totales B X C y _{jk}	6		15		20		34		75 = y....
y _{j..}	21				54				
	Totales A X B				Totales A X C				
	y _{i..}			y _{i.k}					
	A	B		A	C				
		25	30		200	250			
10		-5	1	10	-5	1			
12		4	16	12	6	14			
14		22	37	14	25	34			

Donde y_{i...} suma de las desviaciones al mantener el % de carbonatación constante.

y_{jk} suma de desviaciones al mantener la rapidez de la línea en un valor constante.

y_{j..} suma de las desviaciones al mantener la presión a un valor constante.

A X B representa la interacción entre el factor A y el factor B es decir, la respuesta obtenida cuando los factores A y B varían y el factor C permanece constante.

Para conocer el efecto de los factores sobre la respuesta del experimento, se calcularon las sumas de cuadrados y los cuadrados medios de los efectos principales y de las interacciones de los factores. Estos cálculos fueron utilizados para realizar el análisis de varianza.

La tabla A6 resume el análisis de varianza. Se observa que el porcentaje de carbonatación, la presión de operación y la rapidez de la línea afectan significativamente el volumen de llenado. El cociente F de la interacción carbonatación-presión tiene un valor P de 0.0558, que indica cierta interacción entre estos factores ya que el valor P es igual a la tolerancia del error $\alpha = .05$.

Como ayuda para la interpretación práctica de este experimento, la figura A6 presentan los tres efectos principales del análisis de varianza (% carbonatación, presión de operación y rapidez de línea) y la interacción AB (carbonatación-presión), las graficas que corresponden a los promedios de las respuestas marginales para los niveles de los tres factores. Observe que las tres tienen efectos principales positivos; es decir, el incremento de la variable

mueve hacia arriba la desviación promedio del llenado objetivo. La interacción entre la carbonatación y la presión es bastante pequeña, como lo indica la forma similar de las dos curvas de la figura A6d.

Puesto que la empresa quiere que la desviación promedio de llenado objetivo este cerca de cero, el ingeniero decide recomendar el nivel bajo de la presión de operación (25 psi) y el nivel alto de la rapidez (250 bpm), que maximizará la velocidad de producción.

Tabla A6. Análisis de varianza para el ejemplo del anexo 3.

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F ₀	Valor P
Porcentaje de carbonatación (A)	252.750	2	126.375	178.412	<0.0001
Presión de operación (B)	45.375	1	45.375	64.059	<0.0001
Rapidez de línea (C)	22.042	1	22.042	31.118	0.0001
AB	5.250	2	2.625	3.706	0.0558
AC	0.583	2	0.292	0.412	0.6713
BC	1.042	1	1.042	1.471	0.2485
ABC	1.083	2	0.542	0.765	0.4867
Error	8.500	12	0.708		
Total	366.625	23			

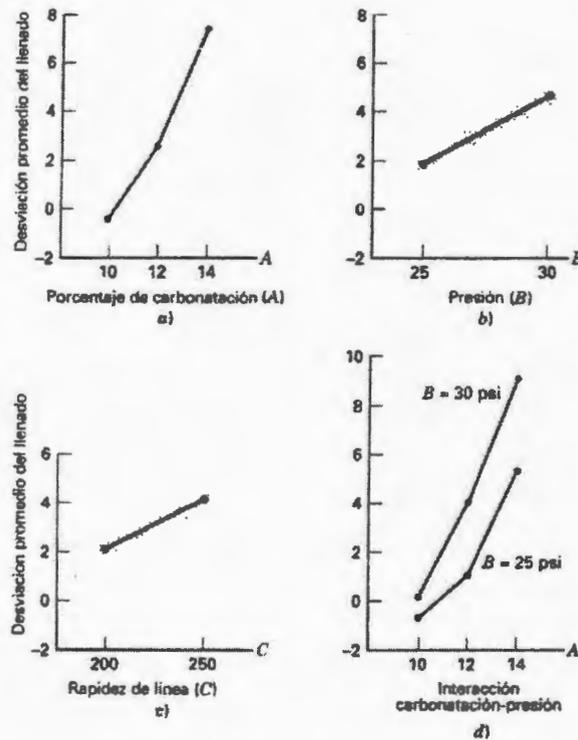


Figura A6. Gráficas de los efectos principales y de interacción del ejemplo anexo 3

Ahora, si considera el ejemplo anterior, suponiendo que solo se usan dos niveles de carbonatación, de tal modo que el experimento es un diseño factorial 2^3 (tres factores con dos niveles cada uno) con dos réplicas. Los datos correspondientes a las desviaciones en la altura de llenado objetivo, se muestran en la tabla A7.

Tabla A7. Experimento de la altura de llenado usando dos niveles de carbonatación.

Corrida	Factores codificados			Desviación de la altura de llenado		Niveles del factor		
	A	B	C	Réplica 1	Réplica 2	Bajo (-1)		Alto (+1)
1	-1	-1	-1	-3	-1	A (psi)	10	12
2	1	-1	-1	0	1	B (psi)	25	30
3	-1	1	-1	-1	0	C (b/min)	200	250
4	1	1	-1	2	3			
5	-1	-1	1	-1	0			
6	1	-1	1	2	1			
7	-1	1	1	1	1			
8	1	1	1	6	5			

La tabla A8 muestra el análisis de varianza del experimento; se observa que los efectos principales son altamente significativos ya que todos tienen valores P muy pequeños. La interacción AB es significativa, por lo tanto, existe una interacción entre la carbonatación y la presión.

Tabla A8. Análisis de varianza de los datos de la altura de llenado usando dos niveles de carbonatación.

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F ₀	Valor P
Porcentaje de carbonatación (A)	36.000	1	36.000	57.60	<0.0001
Presión de operación (B)	20.250	1	20.250	32.40	0.0005
Rapidez de línea (C)	12.250	1	12.250	19.60	0.0022
AB	2.250	1	2.250	3.60	0.0943
AC	0.250	1	0.250	0.40	0.5447
BC	1.000	1	1.000	1.60	0.2415
ABC	1.000	1	1.000	1.60	0.2415
Error	5.000	8	0.625		
Total	78.000	15			

El modelo de regresión y la superficie de respuesta

El modelo para predecir la desviación de la altura de llenado es:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{12} x_1 x_2$$

Donde las variables codificadas x_1 , x_2 y x_3 representan a A, B y C, respectivamente. El término $x_1 x_2$ es la interacción AB. Los residuales pueden obtenerse como las diferencias entre las desviaciones de la altura de llenado observada y la predicha por el modelo. Estos residuales sirven para realizar gráficas que ayuden a demostrar la adecuación del modelo como: histograma de residuales, gráfica de probabilidad normal etc. La figura A7 muestra la superficie de respuesta y la gráfica de contorno para la desviación de la altura de llenado obtenida con el modelo de regresión, suponiendo que la velocidad de la línea está en el nivel alto ($x_3 = 1$). Observe que como el modelo contiene la interacción, las líneas de contorno de la desviación de las alturas de llenado constantes son curvas (o la superficie de respuesta es un plano "torcido"). Es deseable operar este proceso de llenado de tal modo que la desviación del llenado este tan cerca de cero como sea posible. La gráfica de contorno indica que si la velocidad de la línea esta en el nivel alto, entonces existen varias combinaciones de los niveles de la carbonatación y la presión que satisfarán este objetivo. Sin embargo, será necesario ejercer un control preciso de estas dos variables.

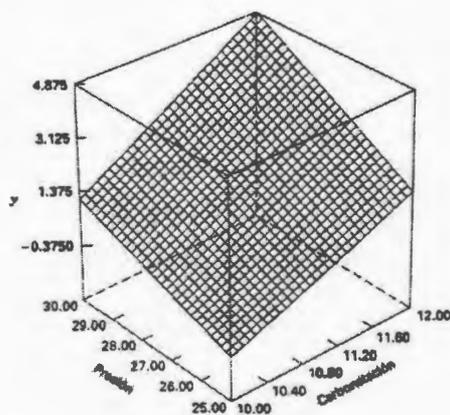
Solución por computadora.

Existen muchos paquetes de software de estadística que establecen y analizan diseños factoriales. La salida de uno de estos programas de computadora, *Design-Expert*, se muestra en la tabla A9. En la parte superior de la tabla se presenta el análisis de varianza del modelo completo (el formato de esta tabla, es diferente de los datos en la tabla A8). Observe que el primer renglón del análisis de varianza es un resumen global del modelo completo (todos los efectos principales y las interacciones), y la suma de cuadrados del modelo es $SS_{\text{modelo}} = 73.0$ por lo tanto, el estadístico $F_0 = MS_{\text{modelo}}/MS_E = 10.43/0.63 = 16.69$ está probando las hipótesis:

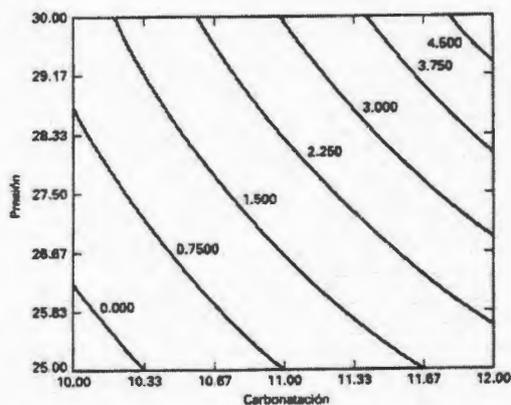
$H_0 : \beta_1 = \beta_2 = \beta_3 = \beta_{12} = \beta_{13} = \beta_{23} = \beta_{123} = 0$ es decir, que todos los efectos del modelo sean igual a cero, lo que equivale a que ningún efecto sea significativo.

$H_1 : \text{al menos una } \beta \neq 0$ es decir, que al menos un efecto sea diferente de cero, lo que equivale a que por lo menos un efecto sea significativo.

Puesto que el valor F_0 del modelo estadístico es grande (16.69), se concluye que al menos una de las variables tiene un efecto diferente de cero. Entonces se prueba cada efecto factorial individual utilizando el estadístico F para verificar si es significativo o no. Estos resultados concuerdan con la tabla A8.



a) La superficie de respuesta



b) La gráfica de contorno

Figura A7. Superficie de respuesta y gráfica de contorno de la desviación de la altura de llenado con la velocidad de producción en el nivel alto (250 bpm).

Tabla A9. Salida de *Design-expert* para el ejemplo del anexo 3

Response: Fill Deviation in Height
ANOVA for Selected Factorial Model
Analysis of variance table [Partial sum of squares]

Source	Sum of Squares	DF	Mean Square	F Value	Prob > F	significant
Model	73.00	7	10.43	16.89	0.0003	significant
A	36.00	1	36.00	57.60	<0.0001	
B	20.25	1	20.25	32.40	0.0005	
C	12.25	1	12.25	19.60	0.0022	
AB	2.25	1	2.25	3.60	0.0943	
AC	0.25	1	0.25	0.40	0.5447	
BC	1.00	1	1.00	1.60	0.2415	
ABC	1.00	1	1.00	1.60	0.2415	
Residual	5.00	8	0.63			
Lack of Fit	0.000	0				
Pure Error	5.00	8	0.63			
Cor Total	78.00	15				

Std. Dev.	0.79	R-Squared	0.9359
Mean	1.00	Adj R-Squared	0.8798
C.V.	79.06	Pred R-Squared	0.7438
PRESS	20.00	Adeq Precision	13.416

Factor	Coefficient Estimate	DF	Standard Error	95% CI Low	95% CI High	VIF
Intercept	1.00	1	0.20	0.54	1.46	
A-Carbonation	1.50	1	0.20	1.04	1.96	1.00
B-Pressure	1.13	1	0.20	0.67	1.58	1.00
C-Speed	0.88	1	0.20	0.42	1.33	1.00
AB	0.38	1	0.20	-0.081	0.83	1.00
AC	0.13	1	0.20	-0.33	0.58	1.00
BC	0.25	1	0.20	-0.21	0.71	1.00
ABC	0.25	1	0.20	-0.21	0.71	1.00

Final Equation in Terms of Coded Factors:
Fill Deviation =
+1.00
+1.50 *A
+1.13 *B
+0.88 *C
+0.38 *A *B
+0.13 *A *C
+0.25 *B *C
+0.25 *A *B *C

Final Equation in Terms of Actual Factors:
Fill Deviation =
-225.50000
+21.00000 *Carbonation
+7.80000 *Pressure
+1.08000 *Speed
-0.75000 *Carbonation *Pressure
-0.10500 *Carbonation *Speed
-0.040000 *Pressure *Speed
+4.00000E-00: *Carbonation *Pressure *Speed

Reduced Model:
Response: Fill Deviation in Height
ANOVA for Selected Factorial Model
Analysis of variance table [Partial sum of squares]

Tabla A9. Continuación

Source	Sum of Squares	DF	Mean Square	F Value	Prob > F	
Model	70.75	4	17.69	26.84	<0.0001	significant
A	36.00	1	36.00	54.62	<0.0001	
B	20.25	1	20.25	30.72	0.0002	
C	12.25	1	12.25	18.59	0.0012	
AB	2.25	1	2.25	3.41	0.0917	
Residual	7.25	11	0.66			
Lack of Fit	2.25	3	0.75	1.20	0.3700	not significant
Pure Error	5.00	8	0.63			
Cor Total	78.00	15				
Std. Dev.	0.81		R-Squared		0.9071	
Mean	1.00		Adj R-Squared		0.8733	
C.V.	81.18		Pred R-Squared		0.8033	
PRESS	15.34		Adeq Precision		15.424	
Factor	Coefficient Estimate	DF	Standard Error	95% CI Low	95% CI High	VIF
Intercept	1.00	1	0.20	0.55	1.45	
A-Carbonation	1.50	1	0.20	1.05	1.95	1.00
B-Pressure	1.13	1	0.20	0.68	1.57	1.00
C-Speed	0.88	1	0.20	0.43	1.32	1.00
AB	0.38	1	0.20	-0.072	0.82	1.00

Final Equation in Terms of Coded Factors:
 Fill Deviation =
 +1.00
 +1.50 *A
 +1.13 *B
 +0.88 *C
 -0.38 *A *B

Final Equation in Terms of Actual Factors:
 Fill Deviation =
 +9.62500
 -2.62500 *Carbonation
 -1.20000 *Pressure
 +0.035000 *Speed
 +0.15000 *Carbonation *Pressure

Diagnostics Case Statistics							
Standard Order	Actual Value	Predicted Value	Residual	Leverage	Student Residual	Cook's Distance	Outlier t
1	-3.00	-2.13	-0.88	0.313	-1.300	0.154	-1.347
2	-1.00	-2.13	1.13	0.313	1.671	0.254	1.845
3	0.000	0.12	-0.12	0.313	-0.186	0.003	-0.177
4	1.00	0.12	0.88	0.313	1.300	0.154	1.347
5	-1.00	-0.63	-0.38	0.313	-0.557	0.028	-0.539
6	0.000	-0.63	0.63	0.313	0.928	0.078	0.922
7	2.00	3.13	-1.13	0.313	-1.671	0.254	-1.845
8	3.00	3.13	-0.13	0.313	-0.186	0.003	-0.177
9	-1.00	-0.37	-0.63	0.313	-0.928	0.078	-0.922
10	0.000	-0.37	0.37	0.313	0.557	0.028	0.539
11	2.00	1.88	0.13	0.313	0.186	0.003	0.177
12	1.00	1.88	-0.88	0.313	-1.300	0.154	-1.347
13	1.00	1.13	-0.13	0.313	-0.186	0.003	-0.177
14	1.00	1.13	-0.13	0.313	-0.186	0.003	-0.177
15	6.00	4.88	1.13	0.313	1.671	0.254	1.845
16	5.00	4.88	0.13	0.313	0.186	0.003	0.177