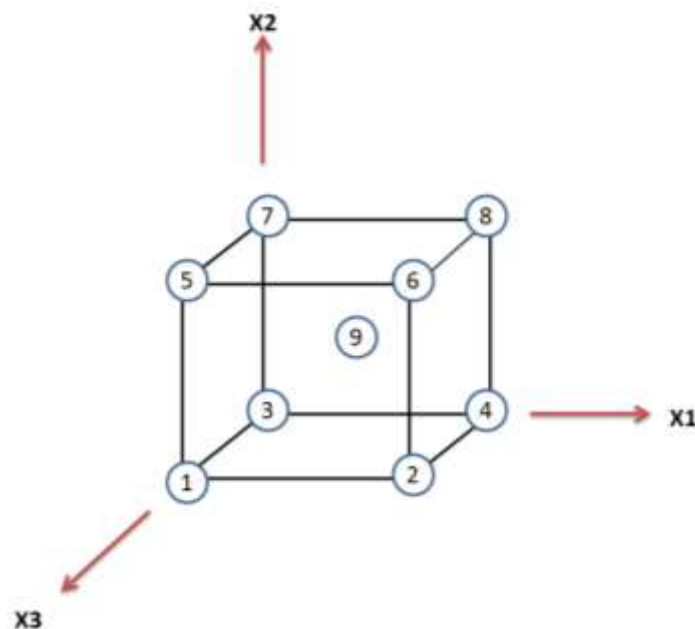


## E.4 Diseño factorial fraccionado con puntos al centro aplicado al vulcanizado del EPDM

María Blanca Becerra-Rodríguez<sup>1</sup>, Roberto Zitzumbo-Guzmán<sup>1</sup>, Sergio Alonso-Romero<sup>1</sup>, Javier Cruz-Salgado<sup>1</sup> y Felipe Avalos Belmontes<sup>2</sup>



(Fuente: Figura propia)

<sup>1</sup> Departamento de investigación en materiales, CIATEC, Omega 201, Fracc. Industrial Delta, C.P. 37545, León, Guanajuato, México

<sup>2</sup> Universidad Autónoma de Coahuila, V. Carranza esq. González Lobo s/n, 25000, Saltillo Coahuila

## Índice

1. Resumen
2. Introducción
3. Experimental
  - 3.1. Materiales y equipo
  - 3.2. Preparación de material
  - 3.3. Caracterización
  - 3.4. Metodología de diseño de experimentos
4. Resultados y discusión
  - 4.1. Diseño de experimentos factorial fraccionado  $2^{5-1}$  con puntos al centro
5. Conclusiones
6. Referencias

### 1. Resumen

En este estudio se planteó un diseño factorial fraccionado  $2^{5-1}$  con puntos al centro aplicado al vulcanizado del terpolímero etileno propileno dieno (EPDM) para determinar cómo influyen los factores operacionales temperatura de vulcanizado (165, 170 y 175°C), velocidad de rodillos (20, 30 y 40 rpm), MBTS (1, 1.5 y 2 PCH), TMTD (0.25, 0.5 y 0.75 PCH) y azufre (4, 6, 8 PCH) en las variables de respuesta scorch time y tiempo del 90% de vulcanizado. Las mezclas se evaluaron para maximizar el scorch time y minimizar el tiempo al 90% de vulcanizado del EPDM. Las variables de respuesta fueron modeladas con el modelo de regresión con lo que se generaron respuestas óptimas en combinación de los diferentes niveles de los factores operacionales por separado y se generó una función de deseabilidad para ambas variables de respuesta. Los tiempos predichos de las mezclas de EPDM estuvieron de acuerdo con los resultados experimentales. Se determinaron los factores operacionales que tienen un efecto estadísticamente significativo sobre cada una de las variables de respuesta, así como el arreglo de los factores operacionales que maximizan scorch time y minimizan el tiempo al 90% de vulcanizado.

## 2. Introducción

El diseño estadístico experimental (DOE) consiste en planear y realizar un conjunto de pruebas y experimentos con el objetivo de generar datos que, al ser analizados estadísticamente, proporcionen evidencias objetivas que permitan responder las preguntas planteadas en un proceso de investigación.

Esta metodología de diseño de experimentos estudia, cómo variar las condiciones habituales de un proceso de producción para aumentar la probabilidad de detectar cambios significativos en las variables de respuestas; de forma que se obtiene un mayor conocimiento del comportamiento del proceso de interés. Las etapas de un diseño de experimentos constan de los siguientes pasos: <sup>[1]</sup>

Planteamiento del problema.

Selección de los factores de estudio y niveles de los factores.

Elección de las variables de respuestas.

Planear y organizar el diseño experimental.

Analizar los datos obtenidos e interpretarlos.

Conclusiones.

Los diseños experimentales más populares son los diseños factoriales que sirven para estudiar el efecto individual y de interacción de  $k$  factores sobre una o más variables respuestas. Generalmente los niveles en cada factor son denotados como bajo y alto, que en forma codificada Yates se representan  $-1$  y  $+1$  respectivamente. <sup>[2]</sup> Este diseño permite explorar una zona seleccionada del dominio experimental y encontrar una dirección prometedora para la optimización posteriormente.

Un método estadístico de gran utilidad son los diseños fraccionados  $2^{k-p}$ , donde  $k$ =factores y  $p$ =es la fracción. Este método es muy utilizado debido a que reduce tiempo y recursos al estudiar interacciones de mayor importancia de un diseño experimental completo. Estos son diseños en los que únicamente un subconjunto (o fracción) del factorial completo es analizado, ya sea la mitad, o un cuarto del diseño por ejemplo. Sin embargo esto de experimentar una fracción se hace porque no siempre es posible llevar a cabo el diseño factorial completo,

porque el presupuesto no alcanza, porque el tiempo no es suficiente, o por otros motivos.<sup>[2]</sup>

La aplicación de diseños factoriales fraccionados  $2^{k-p}$  con puntos al centro, es porque está formado el experimento por la combinación de niveles intermedios de todos los factores obteniendo resultados objetivos y precisos dentro de un rango de valores, en este espacio delimitado de experimentaciones. Hay dos razones por las que recomiendan correr el punto central: <sup>[1, 2]</sup> 1) Obtener grados de libertad adicionales para el error aleatorio en el análisis de varianza (ANOVA), sin perjudicar el balance en la estimación de los efectos de interés. 2) Las repeticiones al centro permiten detectar la presencia de curvatura.

El procedimiento del ANOVA, es una potente herramienta estadística, de gran utilidad en la industria, que permite la separación de las diversas fuentes de variación para hacer el análisis estadístico.<sup>[2]</sup>

El modelo de regresión, ajustado se utiliza con la finalidad de predecir el valor de la variable respuesta “Y” en diferentes valores de los factores estudiados. Como una primera aproximación, podrá intentarse ajustar un modelo cuadrático para los datos:

$$y = \beta_0 + \beta_1x + \beta_2x^2 + \varepsilon \quad (\text{Ec. 1})$$

Donde  $\beta_0$ ,  $\beta_1$  y  $\beta_2$  son parámetros desconocidos que deben estimarse y  $\varepsilon$  es un término del error aleatorio.<sup>[2]</sup>

El método que se usa con más frecuencia para estimar los parámetros en un modelo como (Ec. 1), es el método de mínimos cuadrados. Que consiste en elegir estimaciones de las  $\beta$  tales que minimizan la suma de cuadrados del error. Los coeficientes de determinación,  $R^2$  y  $R^2$ ajustado, son dos estadísticos útiles para medir la calidad del modelo de regresión que se obtiene en el ANOVA. Para fines de predicción se recomienda coeficientes de determinación ajustado del 70% cuando hay muchos factores en el estudio.<sup>[1]</sup>

La optimización simultánea, es el método más frecuente para encontrar muchas aplicaciones industriales con varias respuestas cuya finalidad es alcanzar una calidad global de un producto por lo que es necesario optimizar de manera simultánea las respuestas de interés. Pero si la optimización sólo se hace para una característica del producto se corre el riesgo de encontrar condiciones incorrectas para otras características. Esto hace necesario que se busque una solución compromiso, donde las variables tengan un nivel satisfactorio.<sup>[2]</sup>

La Función de Deseabilidad, método propuesto originalmente por Harrington (1965),<sup>[2]</sup> mide la deseabilidad promedio de todas las variables de respuestas en cada combinación de factores. Consiste en definir una función en el espacio de factores que estima la deseabilidad global (D) del producto en cada punto. Basta maximizar D para obtener el punto óptimo buscado; para esto se requiere que todas las “Y” estén en la misma escala. Esto se logra transformando cada respuesta predicha (yi) en un valor de deseabilidad individual (di) que cae en el intervalo [0, 1], donde si la respuesta yi está en su objetivo, entonces di=1, y si la respuesta está fuera de una región aceptable, d=0. La transformación de las di se hace en términos de las especificaciones y del valor objetivo de cada Y.<sup>[1]</sup> Después las variables del diseño se eligen para maximizar la condición deseable global:

$$D = (d_1 \times d_2 \times \dots \times d_n)^{\frac{1}{x}} \quad (\text{Ec. 2})$$

Los diseños factoriales de dos niveles se han usado en forma eficaz para optimizar parámetros del proceso de transformación del caucho y en la optimización de la formulación del mismo.<sup>[3]</sup> Además de que los diseños factoriales son más eficientes para el desarrollo de nuevos conocimientos que una estrategia tradicional de mantener constantes los valores de todos los factores excepto uno de ellos, siendo éste el que se analiza.

Por otra parte, en el diseño de nuevos productos, suelen ser necesario evaluar los efectos que tienen muchos factores en la calidad y el rendimiento del producto. En muchos casos, el número de factores que se cree que tienen una influencia pueden ser tan significativos. El DOE que proporciona una metodología eficiente, para la realización de estudios de desarrollo de productos al inicio de una investigación, es el diseño factorial, que tiene un alto impacto en la industria, y que tiene por objeto medir el efecto de varios factores sobre una o más respuestas y combina todos los niveles de un factor con todos de otros factores.<sup>[4]</sup>

Muchos tipos de experimentos se han desarrollado para satisfacer las distintas necesidades que se tienen en un proceso de investigación. Se ha encontrado que el diseño compuesto central, es una técnica experimental que permite puntos de vista complejos de las interacciones entre las variables de proceso de mayor eficacia, en el proceso de soldadura ultrasónica de termoplásticos.<sup>[5]</sup>

El diseño compuesto central: 23 + puntos de estrella en el diseño se utilizó para estudiar los tres factores experimentales de: nanoarcilla, anhídrido maléico de polietileno y peróxido de dicumilo (NC, MAPE y

DCP), con 16 pruebas en un solo bloque y en orden aleatorio preparados en un mezclador Brabender de dos tornillos.<sup>[6]</sup>

El método de Taguchi, fue empleado como un potente solucionador de problemas técnicos para mejorar el rendimiento de procesamiento y productividad cuando un proceso se ve afectado por una serie de parámetros como; PP/EPDM/organoarcillas en nanocompuestos, mediante la variación de los parámetros de: tasa de alimentación, velocidad del tornillo y la temperatura del barril en una extrusora doble husillo.<sup>[7]</sup>

Un diseño de Taguchi se llevó a cabo para estudiar el ajuste de parámetros óptimos para un mínimo desgaste (pérdida de peso). Este método se aplicó porque es de bajo costo y es una estrategia eficiente para el análisis de procesos complejos, como el desgaste abrasivo que necesita un número menor de corridas experimentales en comparación de un método tradicional. La ecuación de predicción se desarrolló para la pérdida de peso en relación con los parámetros del proceso abrasivo a través del análisis de regresión y una técnica evolutiva de optimización conocida como optimización de enjambre de partículas (PSO) y redes neuronales.<sup>[8]</sup>

La metodología de superficie de respuesta (MSR), se trabajó con un diseño experimental basado en la red de Doehlert, que se aplica a una amplia gama de experimentaciones, a partir de dos variables realizando pocos experimentos, mediante la red uniforme de Doehlert, que necesita definir el dominio experimental a ser explorado por un conjunto de puntos distribuidos en un espacio entramado romboidal. Para evaluar el efecto de la composición de una matriz de PP/EPDM/fibra, donde se encontró el efecto simultaneo en las propiedades del material compuesto en un proceso de inyección.<sup>[9]</sup>

La metodología (MRS), se ha utilizado para encontrar la respuesta óptima dentro de rangos especificados de factores. En un estudio para obtener efectos de cada componente de una formulación con peróxido y EPDM. Y para obtener los efectos de cada componente se utilizó un diseño compuesto central (DCC), con dos puntos centrales.<sup>[10]</sup>

Una superficie de respuesta, con un diseño compuesto con caras centrales, se utilizó para obtener la relación entre las propiedades de nanocompuestos y sus niveles diferentes de componentes. Se modeló las ecuaciones de regresión para generar la superficie de respuesta y se identificó la combinación de factores que dan el rendimiento óptimo de los nanocompuestos.<sup>[11]</sup>

La utilización de métodos estadísticos en la industria del caucho ha sido la optimización de la formulación de un compuesto de caucho, con la

metodología de superficie de respuesta para predecir y explicar los efectos de la relación de caucho, negro de carbono, y el nivel de acelerante en las características de curado y las propiedades físicas del caucho natural/bromobutilo (NR/BIIR). Con estas tres variables independientes, hay diseños mixtos en los que se encontró que el nivel de negro de carbón es el factor influyente más significativo sobre el scorch time, el tiempo de curado, las propiedades de tracción, dureza y deformación permanente por compresión.<sup>[12]</sup>

La metodología de superficie de respuesta se utilizó para la predicción de la composición óptima de aceite vegetal y negro de humo en compuestos de caucho. Donde se descubrió que los diseños centrales compuestos y los diseños factoriales de dos niveles así como su ajuste de ecuaciones de regresión de segundo grado son estadísticamente los más adoptados en los compuestos de caucho, especialmente porque su uso en el número de experimentos y su capacidad de ajuste son rápidos y sencillos de realizar.<sup>[13]</sup>

Por otra parte, la reacción del caucho y azufre, solos, es muy lenta. Por ejemplo el tiempo de vulcanización en cinco horas sería hoy en día inaceptable.<sup>[14]</sup> Fue de gran importancia el descubrimiento de los acelerantes de vulcanización, que permiten reducir razonablemente el tiempo de vulcanizado.<sup>[14]</sup> El  $t_{s1}$ , scorch time, en este rango de tiempo, indica el periodo en el cuál el compuesto de hule puede fluir y por lo tanto está relacionado con su procesabilidad a una determinada temperatura. Cabe mencionar que no es deseable que el  $t_{s1}$  sea muy corto en la mayoría de los casos ya que reduce cuantiosamente el tiempo scorch time provocando artículos defectuosos reflejado en dinero perdido.<sup>[14, 15]</sup> Sin embargo, tampoco es recomendable un tiempo muy largo, pero se prefiere que su velocidad de vulcanizado sea suficientemente rápida.

La preparación de termoplásticos vulcanizantes basados en mezclas de elastómeros (POE)/EPDM, donde se investigó la posibilidad de vulcanización dinámica en la mejora de la deformación permanente del POE puro. En ésta investigación se determinó que las características de curación de la meseta en la curva de vulcanización, indicó relativamente una alta estabilidad térmica de EPDM pre-mezclado, sobre todo, que es favorable para el control del procesamiento. El  $t_{10}$  y  $t_{90}$ , cual son definidos como el scorch time y el tiempo de curado óptimo al 90% de vulcanizado, fue 3.0 min y 9.7 min, respectivamente. De acuerdo al análisis de la curva de vulcanización, la propiedad de vulcanización dinámica de tiempo podría ser de 10 min.<sup>[16]</sup>

En este trabajo se estudiaron los efectos que se tienen al variar los niveles de cinco factores operacionales cuantitativos, sobre el scorch time y el tiempo al 90% de vulcanizado de EPDM. Los factores

operacionales considerados en el diseño experimental fueron: temperatura de vulcanizado, velocidad de rodillos, MBTS, TMTD y azufre quienes influyen en las variables de respuestas estudiadas: maximizar scorch time y minimizar el tiempo al 90% de vulcanizado.

### 3. Experimental

#### 3.1. Materiales y equipo

Los materiales usados en este trabajo fueron EPDM IP 4725P (Dow Nordel®), viscosidad Mooney ML1+4 a 125°C, 70% etileno, distribución de peso molecular medio.

Los equipos usados fueron: Mezclador de rodillos internos C.W. Brabender equipado con rotores tipo bambury de alta cizalla a diferentes rpm, de acuerdo al diseño experimental durante 10 minutos a 120°C, hasta estabilización de la curva reométrica. Para llevar a cabo el proceso de vulcanización se empleo un Reómetro de disco móvil rheoTECH MD+ modelo 102203 a diferente temperatura de vulcanizado.

#### 3.2. Preparación del material

La primera fase de las mezclas, consiste en la preparación de los materiales en el mezclador interno Brabender con MBTS (1, 1.5 y 2 PCH), TMTD (0.25, 0.5, 0.75 PCH) y azufre (4, 6 y 8 PCH). Así mismo, se procesaron a diferentes velocidades de mezclado (20, 30 y 40 rpm). La temperatura de mezclado en el reómetro de disco móvil fue de 165, 170 y 175°C, de acuerdo al diseño experimental preestablecido.

La secuencia en el mezclado de componentes fue de 3 minutos para fundir el EPDM más 2 minutos para adicionar el ácido esteárico y el óxido de zinc simultáneamente, 2 minutos para adicionar y mezclar el MBTS y TMTD y por último 3 minutos para adicionar y mezclar el azufre. Posteriormente se realizó una laminación en un mezclador de rodillos externo a 120°C, 20 rpm y 3 minutos.

#### 3.3. Caracterización

La evaluación de scorch time (Y1) y tiempo del 90% de vulcanizado (Y2) se realizó en el reómetro de disco móvil a la temperatura (165, 170, 175°C) respectivamente según el arreglo del DOE después de 8 horas de haberse mezclado.

#### 3.4. Metodología de diseño de experimentos

El diseño de experimentos es una herramienta fundamental en el ámbito de la ingeniería para mejorar el desempeño de un proceso de



manufactura y la fabricación de la formulación del EPDM de forma más sencilla y en tiempos más cortos. En un DOE de caracterización se determinan las variables de proceso que afectan a la variable de respuesta. Y el siguiente paso es la optimización, o sea, la determinación de la región experimental de los factores importantes que lleven a la mejor respuesta. En el presente trabajo se empleo un diseño factorial fraccionado  $2^{5-1}$  con 4 puntos al centro y para la optimización se utilizó el método de la función deseabilidad para que nos diera una solución compromiso que satisfaga a ambas variables de respuesta.

#### 4. Genes catabólicos de PCB's

##### 4.1. Diseño de experimentos factorial fraccionado $2^{5-1}$ con puntos al centro

Como se comento anteriormente, el diseño usado en el presente estudio es un diseño factorial fraccionado  $2^{5-1}$  con 4 puntos al centro proporcionando un total de 24 experimentos.

En la tabla 1 se muestra los factores de estudio, niveles, variables de respuesta y unidades de medición. Se utiliza un diseño factorial fraccionado  $2^{5-1}$  no replicado, con dos bloques y cuatro puntos al centro, donde los factores son de tipo cuantitativo, con el objetivo de determinar si el cambio en el nivel de esos factores operacionales tiene un efecto estadístico significativo sobre cada variable de respuesta Y1 y Y2.

**Tabla 1. Factores experimentales, niveles y unidades de medición.** (Fuente: Tabla propia)

Factores	Niveles			Scorch Time	Tiempo 90% vulcanizado	Un.
	Bajo	Medio	Alto			
	-1	0	+1	Y1	Y2	
A: Temperatura de vulcanizado	165	170	175			°C <sup>a</sup>
B: Velocidad de rodillos	20	30	40			rpm <sup>b</sup>
C: MBTS	1	1.5	2			PCH <sup>c</sup>
D: TMTD	0.25	0.5	0.75			PCH
E: Azufre	4	6	8			PCH

<sup>a</sup> Grados Centígrados

<sup>b</sup> revoluciones por minuto

<sup>c</sup> Cien Partes de Hule

La tabla 2 muestra las combinaciones experimentales y resultados, en orden aleatorio y sus niveles utilizados en cada experimento en unidades codificadas.

**Tabla 2. Diseño factorial fraccionado  $2^{5-1}$  y sus resultados.** (Fuente: Tabla propia)

Exp.	Variables Naturales				Variables Codificadas					Respuestas		
	Temp. de vulc.	Vel. de rodillos	MBTS	TMTD	(S)	A	B	C	D	E	Tiempo de quemado Y1	Tiempo 90% vulcanizado Y2
1	175	40	1	0.75	4	1	1	-1	1	-1	1.44	3.85
2	165	20	2	0.25	4	1	-1	1	-1	-1	4.3	8.41
3	175	40	2	0.25	4	1	1	1	-1	-1	2.03	5.78
4	175	20	2	0.25	8	1	-1	1	-1	1	1.7	9.41
5	165	40	1	0.75	8	1	1	-1	1	1	1.9	4.27
6	165	20	1	0.75	4	1	-1	-1	1	-1	2.74	4.64
7	165	40	2	0.25	8	1	1	1	-1	1	2.72	7.66
8	175	20	1	0.75	8	1	-1	-1	1	1	1	1.75
9	170	30	1.5	0.5	6	0	0	0	0	0	1.66	6.27
10	170	30	1.5	0.5	6	0	0	0	0	0	1.74	6.61
11	170	30	1.5	0.5	6	0	0	0	0	0	1.87	4.11
12	170	30	1.5	0.5	6	0	0	0	0	0	2.29	4.07
13	175	40	1	0.25	8	1	1	-1	-1	1	1.24	4.64
14	175	20	1	0.25	4	1	-1	-1	-1	-1	1.81	4.53
15	165	20	2	0.75	8	1	-1	1	1	1	2.06	7.48
16	175	20	2	0.75	4	1	-1	1	1	-1	1.66	5.58
17	165	40	2	0.75	4	1	1	1	1	-1	2.92	4.52
18	165	20	1	0.25	8	1	-1	-1	-1	1	2.58	4.11
19	165	40	1	0.25	4	1	1	-1	-1	-1	3.52	9.18
20	175	40	2	0.75	8	1	1	1	1	1	1.3	8.03
21	170	30	1.5	0.5	6	0	0	0	0	0	2.04	7.76
22	170	30	1.5	0.5	6	0	0	0	0	0	2.02	7.97
23	170	30	1.5	0.5	6	0	0	0	0	0	1.98	7.98
24	170	30	1.5	0.5	6	0	0	0	0	0	1.98	7.98

El software Statgraphics fue usado para analizar los datos. Como se aprecia en la tabla 3 ANOVA los efectos son significativos, siempre y cuando tengan un valor-p menor o igual a 0.05, lo que significa que influyen en las variables de respuestas “Y” (1) (2).

Se obtuvo el mejor análisis de varianza ANOVA de los datos de la variable de respuesta Y1, los cuales se muestran en la tabla 3.

**Tabla 3. ANOVA de la variable Y1.** (Fuente: Tabla propia)

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Fo	Valor-P
A:Temp_Vul	6.9696	1	6.9696	112.07	0
B:Vel_Rod	0.038025	1	0.038025	0.61	0.4543
C:MBTS	0.378225	1	0.378225	6.08	0.0358
D:TMTD	1.4884	1	1.4884	23.93	0.0009
E:Azufre	2.1904	1	2.1904	35.22	0.0002
AB	0.013225	1	0.013225	0.21	0.6556
AD	0.2809	1	0.2809	4.52	0.0625
AE	0.3969	1	0.3969	6.38	0.0324
BC	0.0324	1	0.0324	0.52	0.4887
BD	0.060025	1	0.060025	0.97	0.3516
BE	0.011025	1	0.011025	0.18	0.6836
CD	0.034225	1	0.034225	0.55	0.4771
CE	0.007225	1	0.007225	0.12	0.741
DE	0.0529	1	0.0529	0.85	0.3804
Total error	0.559708	9	0.0621898		
Total (corr.)	12.5132	23			

$R^2 = 95.5271\%$        $R^2$  (ajustado) = 88.5691 %

En el ANOVA de Y1 se aprecia que son cuatro factores operacionales principales (A, C, D y E) los que son menores a 0.05. Estos efectos de Y1 explican, el estadístico  $R^2 = 95.5271\%$  de la variabilidad observada y el  $R^2_{ajustado} = 88.5691\%$ .

Esto significa que los factores estudiados, son responsables en gran medida de variabilidad observada en la variable de respuesta Y1.

Los experimentos del diseño factorial fraccionado  $2^{5-1}$  con puntos al centro, mostrados en la tabla 2, fueron analizados mediante un modelo de regresión (Ec.1) para Y1.

Para la predicción de Y1 y determinar cuál es el mejor experimento, se obtiene el modelo de regresión relacionado al ANOVA Y1, el cual se presenta a continuación:

$$\begin{aligned}
 Y1 = & 2.10417 - 0.66*A - 0.04875*B + 0.15375*C - 0.305*D - \\
 & 0.37*E + 0.02875*A*B + 0.1325*A*D + 0.1575*A*E - \\
 & 0.045*B*C + 0.06125*B*D + 0.02625*B*E - 0.04625*C*D - 0.02125*C*E + \\
 & + 0.0575*D*E
 \end{aligned}$$

(Ec.3)

Con la (Ec. 3), modelo de regresión de Y1 se calcularon los valores estimados para la respuesta esperada de los 24 experimentos, como se muestran en la tabla 4.

**Tabla 4. Resultados estimados para Y1.** (Fuente: Tabla propia)

Exp.	Valores Observados	Valores Ajustados
1	4.3	4.21792
2	1.7	1.62542
3	2.72	2.63792
4	2.03	1.95542
5	2.74	2.66542
6	1	0.917917
7	1.9	1.82542
8	1.44	1.35792
9	1.66	2.10417
10	1.74	2.10417
11	1.87	2.10417
12	2.29	2.10417
13	2.58	2.50542
14	1.81	1.72792
15	3.52	3.44542
16	1.24	1.15792
17	2.06	1.97792
18	1.66	1.58542
19	2.92	2.83792
20	1.3	1.22542
21	2.04	2.10417
22	2.02	2.10417
23	1.98	2.10417
24	1.98	2.10417

En esta tabla 4 se determinó que el valor máximo estimado para Y1 es de 4.21792 minutos, es el valor corresponde al experimento 1. En la tabla 5 se muestra el arreglo de los factores que maximizan la Y1.

**Tabla 5. Respuesta óptima para la Y1.** (Fuente: Tabla propia)

Valor Optimo = 4.21792

Factor	Bajo	Alto	Optimo
A:Temp_Vul	-1	1	-1
B:Vel_Rod	-1	1	-1
C:MBTS	-1	1	1
D:TMTD	-1	1	-1
E:Azufre	-1	1	-1

Con los resultados arrojados del análisis de Y1 se sabe que 4 factores operacionales de los 5 que se han estudiado tienen un efecto estadísticamente significativo sobre la Y1, ahora se conoce en qué nivel se debe de correr cada factor de la formulación: A=165°C, B=20 rpm, C=2 PCH, D=0.25 PCH y E=4 PCH.

Se obtuvo del mejor análisis de varianza ANOVA de los datos de la variable de respuesta Y2, los cuales se muestran en la tabla 6.

**Tabla 6. ANOVA de la variable Y2.** (Fuente: Tabla propia)

Fuente	Suma de Cuadrados	GI	Cuadrado Medio	Fo	Valor-P
A:Temp_Vul	2.80562	1	2.80562	1.37	0.269
B:Vel_Rod	0.255025	1	0.255025	0.12	0.7315
C:MBTS	24.7506	1	24.7506	12.08	0.006
D:TMTD	11.56	1	11.56	5.64	0.0389
E:Azufre	0.046225	1	0.046225	0.02	0.8836
AC	4.1616	1	4.1616	2.03	0.1845
AD	0.680625	1	0.680625	0.33	0.577
AE	3.3489	1	3.3489	1.64	0.2299
BC	8.7025	1	8.7025	4.25	0.0662
BE	0.1764	1	0.1764	0.09	0.7752
CD	0.330625	1	0.330625	0.16	0.6963
CE	15.4449	1	15.4449	7.54	0.0206
DE	1.57503	1	1.57503	0.77	0.4011
Total error	20.4816	10	2.04816		
Total (corr.)	94.3197	23			

$R^2=78.2849\%$   $R^2$  (ajustado) = 50.0553%

En el ANOVA de Y2 se observa que son dos factores operacionales principales (C y D), más la interacción (CE) los factores menores a 0.05. Por otra parte para la Y2, el estadístico  $R^2=78.2849\%$ , de la variabilidad observada, el  $R^2_{ajustado}= 50.0553\%$ . Lo que significa que los

factores estudiados, son responsables de un alto porcentaje de variabilidad observada en la variable de respuesta Y2.

Para predecir la Y2 y determinar cuál es el mejor experimento, se obtiene el modelo de regresión relacionado al ANOVA Y2, el cual se presenta a continuación:

$$Y2=6.07958-0.41875*A+0.12625*B+1.24375*C-0.85*D+0.05375*E+0.51*A*C+0.20625*A*D+0.4575*A*E-0.7375*B*C+0.105*B*E+0.14375*C*D+0.9825*C*E+0.31375*D*E$$

(Ec. 4)

Con la (Ec. 4), el modelo de regresión de Y2 se calcularon los valores estimados para la respuesta esperada de los 24 experimentos, como se muestran en la tabla 7.

**Tabla 7. Resultados estimados para Y2.** (Fuente: Tabla propia)

Exp.	Valores Observados	Valores Ajustados
1	8.41	8.59583
2	9.41	9.60083
3	7.66	7.90333
4	5.78	6.01833
5	4.64	4.87833
6	1.75	1.99333
7	4.27	4.46083
8	3.85	4.03583
9	6.27	6.07958
10	6.61	6.07958
11	4.11	6.07958
12	4.07	6.07958
13	4.11	4.29583
14	4.53	4.72083
15	9.18	9.42333
16	4.64	4.87833
17	7.48	7.71833
18	5.58	5.82333
19	4.52	4.71083
20	8.03	8.21583
21	7.76	6.07958
22	7.97	6.07958
23	7.98	6.07958
24	7.3	6.07958

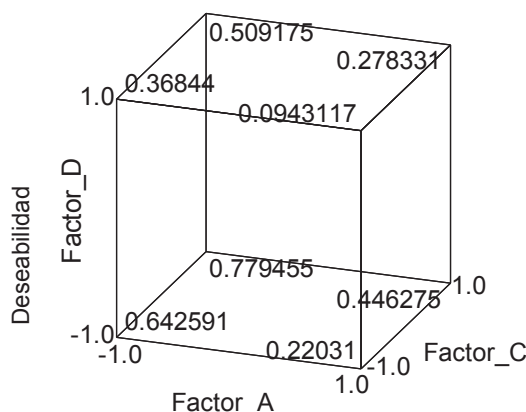
En esta tabla 7 se determina que el valor máximo estimado para Y2 es de 1.99333 minutos, este valor corresponde al experimento 6. En la tabla 8 se muestra el arreglo de los factores operacionales que minimicen la Y2.

**Tabla 8. Respuesta óptima para la Y2.** (Fuente: Tabla propia)

Valor Optimo = 1.99333			
Factor	Bajo	Alto	Optimo
A:Temp_Vul	-1	1	1
B:Vel_Rod	-1	1	-1
C:MBTS	-1	1	-1
D:TMTD	-1	1	1
E:Azufre	-1	1	1

Con los resultados mostrados del análisis de Y2 se sabe que 2 factores de los 5 que se han estudiado tienen un efecto estadísticamente significativo sobre la Y2, ahora se conoce en qué nivel se debe de correr cada factor de la formulación: A=175°C, B=20 rpm, C=1 PCH, D= 0.75 PCH y E=8 PCH.

El siguiente paso consiste en buscar una función de deseabilidad global D, que responda en forma simultánea a las variables de respuestas Y1 y Y2, ver figura 1.



**Figura 1. Gráfica de función de deseabilidad global.** (Fuente: Figura propia)

En la figura 1, se muestra la gráfica de deseabilidad en forma cubica con los tres factores más significativos, siendo estos factores

operacionales: A=-1, C= 1 y D=-1. (165°C, 1PCH, 0.25 PCH respectivamente).

En la tabla 9, con el objetivo de saber cuál es el mejor arreglo para ambas variables de respuesta se recurre a la técnica de optimización simultánea para Y1 máxima y Y2 mínima. La optimización simultánea de las variables de respuesta se realizó de la siguiente forma, primero se analiza estadísticamente en forma separada cada una de las variables de respuesta, después se propone una solución compromiso para ambas variables de respuesta, poniendo a una sola escala el criterio para maximizar la función de deseabilidad y dar esa solución que incluye el compromiso de ambas variables de respuesta (1).

**Tabla 9.** Respuesta óptima simultánea para Y1 y Y2. (Fuente: Tabla propia)

Valor Optimo		0.933532		
Factor	Bajo	Alto	Optimo	
A:Temp_Vul	-1	1	-1	
B:Vel_Rod	-1	1	-1	
C:MBTS	-1	1	1	
D:TMTD	-1	1	-1	
E:Azufre	-1	1	-1	
Respuesta	Optimo			
Y1	4.21792			
Y2	8.59583			

Con esta tabla 9 se da por terminado el análisis estadístico para las dos variables de respuesta planteadas inicialmente donde el arreglo óptimo de los factores en forma simultánea es: A =165°C, B=20 rpm, C=2 PCH, D=0.25 PCH y E=4 PCH. Para poder maximizar la Y1 y minimizar al mismo tiempo la Y2.

### 5. Conclusiones

El diseño factorial fraccionado  $2^{5-1}$  con puntos al centro fue aplicado con el objetivo de determinar el nivel óptimo de 5 factores operacionales que maximicen Y1 y minimicen Y2.

Por la evidencia estadística mostrada en los resultados y discusión se puede concluir:

- El proceso de manufactura del EPDM utilizado requiere de un procedimiento preciso y controlado, ya que los experimentos presentan la complejidad que representa trabajar con el caucho.



- De los 5 factores operacionales analizados sólo 4 factores ejercen un efecto estadísticamente significativo sobre las variables scorch time (Y1) y tiempo de 90% de vulcanizado (Y2).
- Los resultados revelaron que el arreglo óptimo al que se tiene que correr cada uno de los factores es (A=-1, B=-1, C=1, D=-1, E=-1) para que el scorch time y el tiempo de 90% de vulcanizado sean 4.21 y 8.59 minutos respectivamente.
- La realización de este trabajo en cuanto al proceso de manufactura y la optimización de dos tiempos críticos en el proceso del caucho, revelan una gran oportunidad de mejora para el desarrollo de algún compuesto.
- La metodología del diseño de experimentos, es una herramienta altamente efectiva en la optimización de tiempos críticos del proceso de manufactura del caucho.
- El apoyo de la herramienta de optimización simultánea, permitió dar una respuesta global, para ambas variables de respuesta, ayudó a despejar dudas del análisis por separado que se hizo de cada variable Y1 y Y2 al englobar en forma simultánea en una sola respuesta.

Se trabajó en la región experimental de los factores de operación, en el espacio delimitado por los rangos de estos factores, sin embargo existe la posibilidad de desplazarse para trabajar un estudio fuera de esta área y trabajar en el área de operabilidad.

## 6. Referencias

- [1] Salazar, Humberto Gutiérrez Pulido- Román de la Vara. Análisis y diseño de experimentos. Introducción al diseño de experimentos. México : McGraw-Hill Interamericana, 2008.
- [2] Montgomery, Douglas C. Diseño y análisis de experimentos. Diseño factorial. México : Limusa Wiley, 2004.
- [3] Prediction and optimization of mechanical properties of polypropylene/waste tire powder blends using a hybrid artificial neural network-genetic algorithm (GA-ANN). Maridass Balasubramanian, Marissa A. Paglicawan, Zhen-Xiu Zhang, Sung Hyo Lee, Zhen-Xiang Xin and Jin Kuk Kim. 2008, Vol. 21. 51-69.
- [4] Use of DOE for designing formulations for direct injection foams. T. A. Duever, C. Mahabir, R. Janiczak, J. Lee y P. Rossignoli. 2986-2990, 1998.

- [5] Central composite design-an aid to weld optimization. Froment, Ian D. 1055-1059, 1998, Vol. 1.
- [6] Effect of variables on the mechanical properties and maximization of polyethylene-aspen composites by statistical experimental design. Ruijun Gu, Bohuslav V. Kokta, Gabriela Chalupova. 633-649, 2009, Vol. 22.
- [7] Effect of processing parameters on PP/EPDM/Organoclay nanocomposites using Taguchi analysis method. Ramin Khosrokhavar, Ghasem Naderi, Gholam Reza Bakhshandeh, Mir Hamid Reza Ghoreishy. 41-53, 2011, Vol. 1.
- [8] Modelling and analysis of abrasive wear performance of composites using Taguchi approach. S. S. Mahapatra, Vedansh Chaturvedi. 123-135, 2009, Vol. 1.
- [9] Ternary composites based on PP-EPDM blends reinforced with flax fibers. Part I: Processing and thermal behavior. M. A. López Manchado, J. Biagiotti, M. Arroyo, J. M. Kenny. 1018-1030, 2003, Vol. 5.
- [10] Effect of formulation variables on cure kinetics, mechanical, and electrical properties of filled peroxide cured, ethylene-propylene-diene monomer compounds. Saurav Sengupta, Mohamed Esseghir, Jeffrey M. Cogen. 2191-2200, 2010, Vol. 120.
- [11] Optimizing properties of nanoclay-nitrile rubber (NBR) composites using face centred central composite design . Meera Balachandran, Sriram Devanathan, R. Muraleekrishnan, S. S. Bhagawan. 1-9, 2011.
- [12] Statistical methods in rubber research and development, rubber chemistry and technology. Derringer, G. C. 377-421, 1998, Vol. 3.
- [13] Optimization of physical and mechanical properties of rubber compounds by response surface methodology-two component modeling using vegetable oil and carbon black. Kukreja, T. R. Kumar, D. Prasad, K. Chauhan, R. C., Choe, S. and Kundu, P. P. 1417-1422, 2002, Vol. 7.
- [14] Royo, Joaquín. Manual de tecnología del caucho. 1989. 3-6.
- [15] Macías, Carlos Eduardo Corral. Formulación y vulcanización de hules. México : s.n., 2006.

- [16] Dynamically vulcanized blends of polyethylene-octene elastomer and ethylene-propylene-diene terpolymer. Zhaobo Wang, Xiangkun Cheng, Jian Zhao. 2011, Vol. 126. 272-277.



**E.4-19**