

# **3 ANTECEDENTES**

## 3. ANTECEDENTES

---

### 3.1 Poliéster

Fibra fabricada en la cual la sustancia que forma la fibra es cualquier cadena larga de polímero sintético, compuesta de al menos el 85% por peso de un éster ácido de un sustituto de ácido carboxílico aromático, inclusive sustituido por unidades de teraflalato.<sup>1</sup>

En la industria textil, las materias primas usadas son las fibras textiles. Las fibras textiles se clasifican según su procedencia, y pueden ser naturales o químicas.

Las fibras naturales son aquellas que nos proporciona la naturaleza, pueden ser de origen vegetal, animal o mineral. Las más importantes son el algodón, la lana, el lino y la seda.

Las fibras químicas son producidas por el hombre y se obtienen en instalaciones químicas. Dos tipos: artificiales y sintéticas; ambas tienen un proceso de fabricación muy similar. Las artificiales se obtienen de materias naturales, como la celulosa, que han sido transformadas en fibras textiles. La más importante es el *rayón viscosa*. Las sintéticas se obtienen del petróleo a base de reacciones químicas. Suelen mezclarse con fibras naturales y aportan a los artículos sus ventajas. Las más importantes son el poliéster, la poliamida o nylon y las fibras acrílicas.

---

<sup>1</sup> Fibra de Poliéster. Dictionary of Fiber & Textile Technology. Ed. Kosa. 7th Edición. United States of America, 1999. Pag. 145.

### 3.1.1 Historia.

Con la Segunda Guerra Mundial comienza la producción de fibras sintéticas. En 1939, Wallace Carother obtiene una fibra, a partir de una poliamida, con gran capacidad de estiramiento, se trata del nylon. Ligeros cambios en la química del nylon provocaron que descubriera nuevas fibras como el poliéster, el acrílico, el elastano, etc. Junto con su compañero James Dickinson, crearon lo que al principio se conoció como PET (polímero para la fabricación de fibras).

El PET (polietilen tereftalato) es producido por la reacción de glicol de etileno con ácido tereftalato o sus derivados. Es el polímero de poliéster más utilizado en la producción de fibras.

Su desarrollo continuó en secreto durante el transcurso de la Segunda Guerra Mundial. En 1946, Carothers y Dickinson cedieron los derechos de fabricación a DuPont (para Estados Unidos) e ICI (para el resto del mundo). El poliéster se utilizó inicialmente para producir fibras y se convirtió en tejidos sintéticos revolucionarios. Al inicio de los años 50, se asignó la marca Dacron® a los primeros tejidos sintéticos del mundo lavables y que no necesitaban plancha.

Para 1970, el 87% de todo el poliéster producido en el mundo era fabricado en Estados Unidos, Japón y el Oeste de Europa. Esto continuó hasta que la patente del poliéster expiró; es entonces cuando países Asiáticos estuvieron habilitados para comprar plantas completas de poliéster y comenzaron a producir en grandes cantidades.

### 3.1.2 Proceso de producción.

El proceso del "melt spinning"<sup>2</sup> es usado en la formación de fibras de poliéster. El poliéster granulado es obtenido en primera instancia en la poli-condensación y posteriormente en el proceso discontinuo. Antes de que el granulado sea derretido, debe ser secado. Este proceso es efectivo, en cuanto a costos se refiere, para pequeños lotes, en particular por especialidad.

El proceso continuo, también llamado hilado directo, es usado para la producción de hilos estándar y fibras en grandes lotes (arriba de 150 t/día). En este proceso el fundido, el cual ha sido producido en el reactor poli-condensador, es extraído directo en una planta.

En el pasado, el granulado era derretido en el proceso de hilado por rejilla. En este proceso el granulado seco, que es alimentado por un tanque de reserva, será derretido a lo largo de tubos calientes. El derretimiento gotea en la tapa. Por medio de una bomba de presión y un filtro, el derretido es llevado al hilado por boquilla al dejar la tapa. La temperatura de hilado está alrededor del rango de los 280° a 300°C.

En la actualidad, el hilado por rejilla ha sido remplazado por el hilado de extrusión. En él, el fundido del granulado, el incremento de la presión y la homogeneización del fundido, son obtenidos por medio de un "screw extruder". Las ventajas de esto son el alto desempeño al derretido (> 1 t/día) y el corto tiempo de exposición durante incrementos de presión simultáneos. El extruder alimenta varias válvulas de presión. Estas válvulas están situadas juntas en algo llamado hilado por láser y proveen a los inyectores el derretido exacto requerido. Los filtros son de acero inoxidable. Además de

---

<sup>2</sup> Proceso de Hilado por fusión. Solidificación rápida.

retener posibles impurezas, estos filtros también sirven para retener una mezcla del derretido con un compuesto de gel. Los inyectores tienen agujeros de 0.01 a 1 mm. de diámetro. El eje del flujo de aire y el eje de hilado están situados debajo de los inyectores.

### 3.1.3 Propiedades.

Las fibras de poliéster son 50% cristalinas y el ángulo de sus moléculas puede variar. Sus propiedades son muy sensibles a los procesos termodinámicos. Básicamente, el poliéster, a través de modificaciones químicas y físicas, puede ser adaptado hacia el uso final que se le va a dar, como puede ser fibras para ropa, textiles para el hogar o simplemente filamentos o hilos.

Una característica importante del poliéster es su alta elasticidad, que hace que éste sea más conveniente para artículos que no cambien mucho de forma como ropa interior o para exterior, ya que tienen que mostrar alta estabilidad y forma consistente.

Las principales propiedades del poliéster son (Carty, 1996):

- ✓ Bajo amplificación, la fibra parece lisa y en forma de barra. Usualmente es circular en las zonas transversales.
- ✓ Es usado como un filamento continuo (usualmente texturizado).
- ✓ Normalmente tiene mucho brillo, pero es menos vidrioso en apariencia que el nylon.
- ✓ Las fibras de poliéster son extremadamente fuertes (tenacidad<sup>3</sup> = 3.6 to 4.5 g dtex<sup>-1</sup>, 0.35 to 0.45 N tex<sup>-1</sup>) y resistentes a la abrasión<sup>4</sup>.

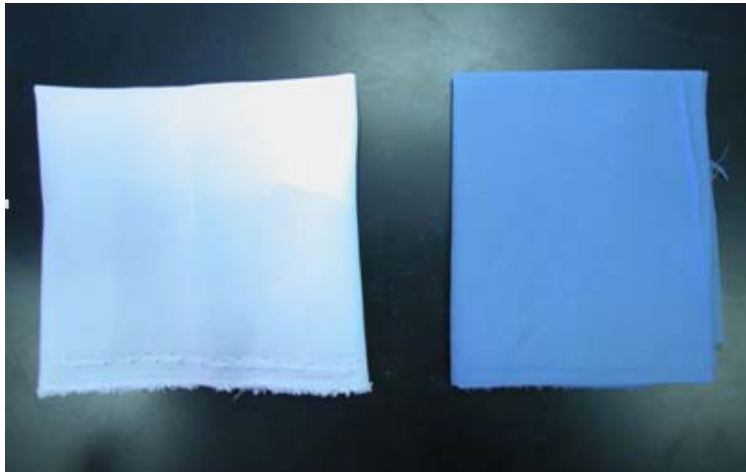
---

<sup>3</sup> Tenacidad. Diccionario de tecnología aplicada a fibras y tejidos. Ed. Celanese Mexicana. México, 1990. Pag. 187. Fuerza de tracción a la rotura de una muestra (fibra, filamento, hilo, cordón o estructura similar) expresado como N por tex, gramos-fuerza por tex o gramos-fuerza por denier.

- ✓ Es extensible y no se arruga fácilmente. También es resistente al estiramiento.
- ✓ Conserva mejor el calor que el algodón y el lino.
- ✓ El poliéster es no absorbente.
- ✓ Las fibras de poliéster son resistentes a las manchas. El agua no se absorbe en la fibra y puede ser retirada fácilmente. Por el contrario, el aceite y la grasa sí son absorbidos por la fibra y es difícil retirarlos.
- ✓ Es resistente a los ácidos, álcalis y blanqueadores.
- ✓ El poliéster es termoplástico. Con ayuda del calor, se pueden producir plisados y pliegues permanentes en la tela.
- ✓ Tiene un punto de fusión de 250°C y una temperatura recomendable de planchado de 135°C.
- ✓ Las fibras de poliéster no son atacadas por bacterias, moho o polillas.
- ✓ Es más resistente que cualquier otra fibra a la luz del sol.
- ✓ El poliéster no puede ser teñido con colorantes normales solubles en agua. Se utilizan colorantes dispersos.
- ✓ Es flamable (LOI = 20.6)
- ✓ El poliéster tiene un excelente pliegue y resistencia a la abrasión. Las combinaciones de poliéster con algodón son comunes debido a su habilidad para resistir a las arrugas y su facilidad para el lavado y secado.
- ✓ Tiene un módulo inicial mayor al del nylon, y por lo tanto, es resistente a la deformación.

---

<sup>4</sup> Abrasión. Diccionario de tecnología aplicada a fibras y tejidos. Ed. Celanese Mexicana. México, 1990. Pag. 1 Cambios de color en áreas localizadas de las prendas a causa de un desgaste disparejo.



**Figura 3.1 Muestra del poliéster utilizado en el experimento. Antes y después de la tintura.**

La gran ventaja del poliéster sobre otras fibras es su versatilidad (Textile Horizons June 1993). El principal objetivo del desarrollo de fibras hechas por el hombre, es hacer fibras que se parezcan y se comporten como fibras naturales, quizá con algunas propiedades añadidas.

Algunas desventajas de las fibras de poliéster:

- ✓ Afinidad a la tierra, grasa y aceite.
- ✓ Tiene una fuerte carga electrostática lo que favorece a que se ensucie rápidamente.
- ✓ Dificultades en la tintura sin tener en cuenta su uso final.
- ✓ Tiene propiedades bajas de absorción de agua y sudor, lo que afecta su utilización en ropa.
- ✓ Tendencia al pilling.

### **3.1.4 Aplicaciones.**

El poliéster, que puede ser producido con una alta tenacidad y un módulo grande, es ideal para muchas aplicaciones. Aunque las otras fibras hechas por el hombre pueden encontrar mercado en algunas aplicaciones, el poliéster lo encuentra en casi todas. Es extensamente utilizado para un gran número de telas, con las que se fabrican principalmente vestidos, blusas, trajes, ropa impermeable, ropa deportiva, ropa interior y lencería. También es muy utilizado en textiles para el hogar y alfombras.

También es utilizado para la fabricación de pinturas, barnices, películas y materias plásticas apropiadas para obtener piezas de grandes dimensiones.

## **3.2 Color y Colorantes.**

El color es la sensación producida en el ojo por los rayos de la luz descompuesta de un objeto.<sup>5</sup> Esta sensación visual, está directamente relacionada con la estructura molecular de las fibras, más que con las propiedades superficiales o los arreglos espaciales de las mismas.

El color es un fenómeno físico que cuenta con infinitas combinaciones de la luz, relacionado con las diferentes longitudes de onda en la zona visible del espectro electromagnético, que perciben las personas y algunos animales a través de los órganos de la visión,

---

<sup>5</sup> Demir, Ali. Behery, H. Mohamed. "Synthetic Filament Yarn. Texturing Technology". Prentice Hall. USA, 1997. Pp. 335.



como una sensación que nos permite diferenciar los objetos del espacio con mayor precisión.<sup>6</sup>

Se define como colorante a “toda sustancia con color, estable frente a la luz y que se pueda adherir a otros materiales, dándoles su misma tonalidad”.<sup>7</sup> Para que el tinte sea constante, estas sustancias deben presentar resistencia al lavado y a la acción de los fenómenos abrasivos y erosivos.

En la actualidad, las materias colorantes, que tradicionalmente se extraían de principios vegetales o animales, tiene en su mayor parte un origen sintético y se preparan a partir de compuestos hidrocarbonados.

En los colorantes, las moléculas orgánicas poseen grupos de átomos llamados cromóforos, que son susceptibles de absorber un determinado color. Por tanto, en una molécula, la presencia de varios grupos cromóforos intensifica la coloración. Para que el proceso de unión entre las sustancias colorantes y lo que se desea colorear sea satisfactoria, es necesario que el colorante posea en su composición otro conjunto de átomos llamados auxocromos, cuya función es la fijación de la molécula de colorante al tejido.

### **3.2.1 Colorantes dispersos.**

Los colorantes dispersos se utilizan para teñir y estampar materiales sintéticos. Tienen una composición orgánica no iónica. Son casi insolubles en agua, es por eso que para su aplicación se

---

<sup>6</sup> Color. Enciclopedia Wikipedia. (2007, Abril 10). Wikimedia Foundation, Inc. [www.wikipedia.org](http://www.wikipedia.org).

<sup>7</sup> Colorante. Enciclopedia Hispánica. Ed Británica. 1991 Vol. 4

presentan finamente molidos para hacer posible la dispersión. Las partículas se disuelven en la fibra, y por esta acción la tela es teñida.

Fueron descubiertos en 1920, cuando se trataba de resolver el problema de la tintura de materiales celulósicos, los cuales eran imposibles de teñir con los colorantes disponibles, debido a su solubilidad en agua. Fueron desarrollados originalmente para la tintura de fibras de acetato, y desde su descubrimiento se han aplicado en la tintura del nylon, poliéster, acrílico, entre otros. Son especialmente diseñados para proporcionar una amplia gama de colores y solidez al lavado, luz y frotamiento.

Son los colorantes más empleados para la tintura de poliéster y ha habido muchos desarrollos, tanto en maquinaria y materiales de tintura, en los últimos años.

Para la investigación se utilizaron colorantes dispersos de la marca Foron®, donados por la empresa Clariant para la realización de los experimentos. Las fichas técnicas de los colorantes, así como las de los auxiliares se encuentran en el Apéndice 1.

### **3.3 Procesos de tintura textil.**

La tintura es una operación consistente en aplicar una materia colorante a una sustancia, por inmersión o impregnación en una solución o dispersión del colorante, con el fin de colorearla o de cambiar su color.

En la industria textil, la tintura es aquel proceso durante el cual una materia textil puesta en contacto con la solución o dispersión de

un colorante, absorbe a éste de tal forma que el cuerpo teñido tiene alguna resistencia a devolver la materia colorante del baño del cual la absorbió.

Tal resistencia a devolver el colorante es una consecuencia de la energía de su unión, dependiendo a su vez de las relaciones existentes entre las estructuras moleculares de dichos cuerpos y de la forma como se ha efectuado la tintura. El colorante penetra en el interior de la fibra y, cuanto más penetra, más íntima es su unión y más resistencia opone a ser apartado de ella.

Dentro de la producción textil, la tintura se encuentra en los procesos de ennoblecimiento, que son los encargados de proporcionar a los textiles propiedades que los hacen más apreciados por su duración y estética.

La tintura proporciona el coloreado en su totalidad de las materias textiles. La tintura se puede realizar en masa, hilo, cintas, madeja, bobina, tela, fibra o prenda.

La manera convencional de realizar la tintura es por agotamiento. El colorante es absorbido por la materia, quedando fijado sobre la misma. Se coloca la tela en baño y se mide la cantidad de colorante que se agota; el agotamiento se mide en el baño sobrante del proceso. En el baño inicial se disuelve agua, colorantes y sustancias químicas, tales como: electrolito (contrarresta la electricidad, deja que el colorante que acerque a la fibra), fijador, dispersante, lubricante. Generalmente se utiliza este tipo de tintura en el poliéster, algodón, lino, hilos, tejido de punto. Durante el proceso se mantienen constantes la temperatura y presión. Se utilizan máquinas como Jet y Jigger.

Las fuerzas que fijan las moléculas del colorante a las fibras del textil son muy complejas, y el estudio de ellas ha atraído a muchos investigadores. El proceso consiste en tres etapas (Trotman, 1970):

1. Migración del colorante de la solución a la interfase, acompañado por la absorción en la superficie de la fibra.

2. Difusión del colorante de la superficie hacia el centro de la fibra.

3. Fijado de las moléculas del colorante por medio de enlaces covalentes u otras fuerzas de la naturaleza física.

### **3.3.1 Tintura del poliéster.**

La tintura de fibras de poliéster es difícil, debido a la carencia de sitios hidrofílicos y a la rigidez de sus moléculas. Debido a la alta temperatura de transición vítrea del poliéster y de la estructura fisicoquímica de la fibra, la difusión del colorante en la fibra es muy lenta.

Consecuentemente dos nuevas técnicas de tintura para poliéster fueron desarrolladas para sistemas de teñir por agotamiento. Tintura transportadora (carrier) y el uso de altas temperaturas y presión en la máquina de tintura.

- Tintura transportadora: Utiliza compuestos orgánicos que abren la estructura de la fibra, permitiendo que la tela de poliéster o poliéster/lana sea teñida a 100°C. Sin embargo, es poco benéfico para el medio ambiente ya que el transportador es absorbido por la

fibra, y normalmente es removido de la tela durante el ajuste del calor creando gases.

- Tintura con altas temperaturas: Introdujo el uso de equipo de tintura presurizado (máquinas que mantienen constante la presión dentro de los tanques de tintura). En esta operación de teñido, los baños de tintura acuosos se mantienen a temperaturas superiores a los 100°C mediante el uso de equipos presurizados. Se utiliza principalmente para fibras artificiales.<sup>8</sup>

Existen varios factores que afectan la accesibilidad y la disposición de las fibras de poliéster ante colorantes dispersos<sup>9</sup>. Las diferencias en la accesibilidad de la fibra influyen en el índice de tintura, particularmente en las primeras etapas. Las diferencias en la disposición de la fibra influyen en el grado del teñido que puede ser alcanzado en el equilibrio

La tintura de las fibras de poliéster es lenta en ebullición. Por debajo de los 70-80°C, es imposible que sea teñido. Esto deja únicamente de 20 a 30°C para que el índice de difusión pueda incrementarse antes de que se alcance la temperatura de ebullición atmosférica.

Aún cuando el índice de difusión se incrementa muy rápido, inclusive exponencialmente, por encima del rango de 70-80°C pocos colorantes se dispersarán lo suficientemente rápido en la ebullición para alcanzar el agotamiento durante el tiempo normal de tintura, si no hay un portador presente.

---

<sup>8</sup> Teñido a alta temperatura. Diccionario de tecnología aplicada a fibras y tejidos. Ed. Celanese Mexicana. México, 1990. Pag. 189

<sup>9</sup> J.R. ASPLAND, School of Textiles, Clemson University, Clemson, S.C. "Disperse Dyes and their application to polyester". Diciembre, 1992.

### 3.4 Equipo de Tintura.

El equipo de tintura que se ocupará para el teñido es el LABOMAT Mathis, Tipo BFA-8<sup>10</sup>.

El LABOMAT Mathis es un aparato de tintura-HT para el teñido de muestras en recipientes cilíndricos. Por el sistema de calefacción por radiadores de infrarrojos, es obtenida una manipulación limpia y rápida de los recipientes. Eso resulta en óptimas condiciones de tintura; a través de ello, reproducibles en la producción. Tiene un microprocesador para el desarrollo automático del programa de temperatura, agitación, gradientes y tiempo total de tintura.

Las características de la máquina se encuentran especificadas en la Tabla 3.1.

Permite adiciones de productos químicos sin problemas con inyector manual o diluidor automático. La capacidad de adición del inyector manual es 0-5, 0-10, 0-20 ml. Contiene un diluidor con selección de 14 programas según la capacidad de adición; el diluidor también tiene inyector múltiple para la adición de varios productos químicos. Parecido a la adición de productos químicos se puede también sacar una cantidad de baño, por ejemplo para el control del pH.

---

<sup>10</sup> Catálogo Mathis, Aparatos de Laboratorio. Werner Mathis USA, Inc.

<b>Característica</b>	<b>BFA-8</b>
Cantidad de vasijas	8
Contenido de vasija	50, 100, 200, 300, 400, 500, 1000 ml
Ámbito de Temperatura	20 - 140 °C
Calefacción	2,25 kW
Gradiente de calefacción	0,3 - 4 °C/min
Refrigeración	Aire de circ./agu
Giros del soporte de vasijas	5-65 / min
Espacio necesario	Aprox. 50 x 62 cm.

**Tabla 3.1 Características del Labomat Mathis.**

**Fuente: Mathis, Aparatos de Laboratorio.**



**Figura 3.2 Equipo de Tintura Labomat Mathis.**

### 3.5 Espectrofotómetro.

Un espectrofotómetro es comúnmente usado para estudiar soluciones. Una solución conteniendo un material absorbente es comparada con una solución de referencia del mismo solvente, pero sin materiales absorbentes.

La fuente de luz es generalmente una lámpara de hidrógeno o de deuterio para las medidas uv, y una lámpara del tungsteno para las medidas visibles. Los espectros son obtenidos explorando el separador de la longitud de onda y las medidas cuantitativas se pueden hacer de un espectro o en una sola longitud de onda.

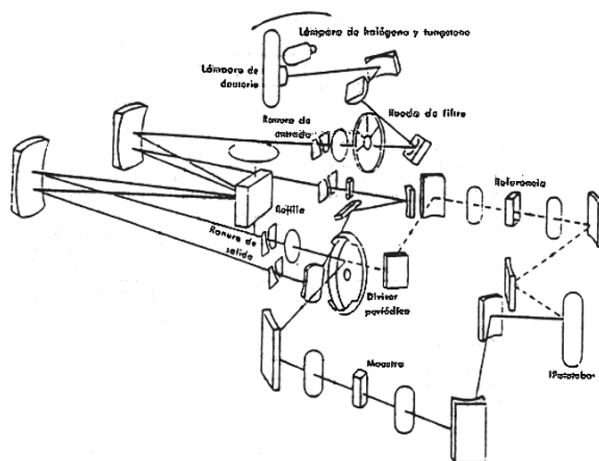


Figura 3.3 Esquema de funcionamiento de un espectrofotómetro UV de doble haz.<sup>11</sup>

<sup>11</sup> Valladares, Sergio. (1993). Espectrofotometría de absorción molecular ultravioleta visible. Depósito de Documentos de la FAO. <http://www.fao.org/docrep/field/003/AB482S/AB482S03.htm>



### **3.5.1 Espectro**

Se llama espectro a la descomposición de la luz en sus componentes, pudiéndose determinar la longitud de dichos componentes.

El espectro de absorción es aquél en que una radiación pasa a través de una solución o de un gas obteniéndose el espectro, al faltar algunas de las longitudes de onda de luz inicial.

Al examinar el espectro de absorción podemos deducir la longitud de onda más adecuada para las determinaciones fotocolorimétricas de la solución de colorante que estamos estudiando.

### **3.5.2 Espectro Ultravioleta-visible.**

La espectroscopia ultravioleta- visible es la medida de la longitud de onda e intensidad de la absorción de la luz ultravioleta cercana y visible al lado de una muestra. La espectroscopia ultravioleta visible se aplica generalmente a las moléculas y los iones o los complejos inorgánicos en la solución.

Los espectros ultravioleta visibles tienen amplias características de uso limitado para la identificación de muestra, pero son muy útiles para las medidas cuantitativas. La concentración en la solución puede ser determinada midiendo la absorbancia en una cierta longitud de onda y aplicando la ley de Beer Lambert.

Un espectro ultravioleta-visible es esencialmente un gráfico de la absorbancia ligera contra longitud de onda en una gama de las

regiones ultravioletas o visibles. La longitud de onda es representada a menudo por el símbolo  $\lambda$ . Para la sustancia dada, ocurre la longitud de onda en la cual la absorción es máxima; se llama "lamda máxima"

La región visible del espectro consiste en los fotones con longitudes de onda de aproximadamente 400 a 700 nm.

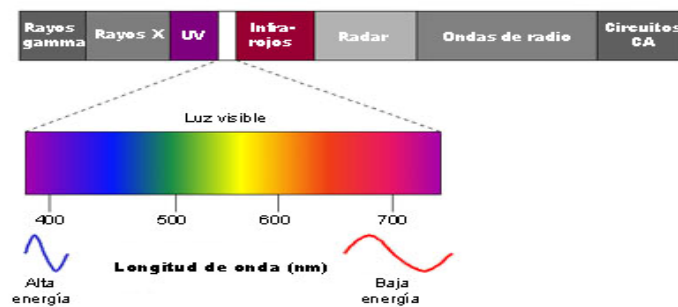


Figura 3.4 Tabla de colores del espectro visible, longitud de onda (nm) y color<sup>12</sup>.

### 3.5.3 Agotamiento.

Es la medida de la cantidad de colorante que es absorbida por la tela durante el proceso de tintura. Se mide en el baño resultante, no en la tela. A través del espectrofotómetro se obtiene la absorbancia de la muestra, y con esto se calcula la concentración de la misma, así como la curva de calibración. Conociendo este dato y la concentración inicial, se puede calcular el agotamiento.

<sup>12</sup> Arévalo, Rosa. La detección del color. Diputación de Barcelona. Última actualización: Abril 6, 2003. <http://www.a-diba.net/es/arevalo1.php>

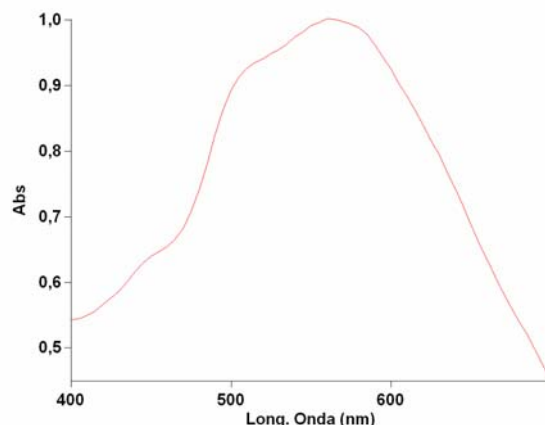
$$\text{Agotamiento} = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100\%$$

#### **3.5.4 Absorbancia.**

Es la cantidad de luz que es absorbida por la muestra. Una solución diluida de un colorante tiene una característica de espectro de absorción en la región visible (400-700 nm) del espectro de electromagnetismo y la posición y forma de ésta determina el color de la solución. La intensidad de absorción cambia con la concentración del colorante y la longitud de la solución a través del cual la luz pasa.

La mayor parte de los trabajos analíticos se realizan con soluciones. Por ello, se muestra la relación que existe entre la concentración de la solución y su capacidad de absorber radiación.

La absorbancia es adimensional. Obtenida la absorbancia de la muestra, es posible hallar la concentración de la especie de interés. Generalmente la concentración se obtiene por interpolación de la absorbancia en gráficas de Absorbancia vs. Concentración, o curvas de calibración, que permitan obtener una relación lineal, que asegure que es constante para las condiciones experimentales; además de que permiten controlar otras variables experimentales.



**Figura 3.5 Ejemplo de una gráfica Absorbancia Vs. Longitud de onda.**

**Fuente: Espectrofotómetro Varian Cary 50.**

### 3.5.5 Espectrofotómetro UV Varian Cary 50.

Para el presente trabajo de investigación, se utilizó un espectrofotómetro UV marca Varian modelo Cary 50<sup>13</sup>. Este modelo incorpora una lámpara de flash de Xenón, lo que ofrece muchas ventajas sobre los espectrofotómetros UV tradicionales. El aparato es controlado por un software llamado Cary WinUV. El software puede ser ejecutado desde una plataforma Windows, lo que facilita su utilización.

Características:

- ✓ El máximo índice de escaneo es de 24000 nm por minuto. Significa que puede barrer todo el espectro entre 190-1120 nm en menos de 3 segundos.
- ✓ Puede medir muestras de hasta 3 absorbancias, lo que facilita que no se tenga que diluir tan seguido.

<sup>13</sup> Espectrofotómetro UV Varian Cary 50. (2007) Varian, Inc. [www.varianinc.com](http://www.varianinc.com).

- ✓ La lámpara de Xenón destalla únicamente al adquirir un punto de referencia.
- ✓ Es ideal para trabajo fibro óptico.
- ✓ No es afectado por la luz del ambiente. Puede funcionar con el compartimiento de las muestras abierto o cerrado sin que se note la diferencia.

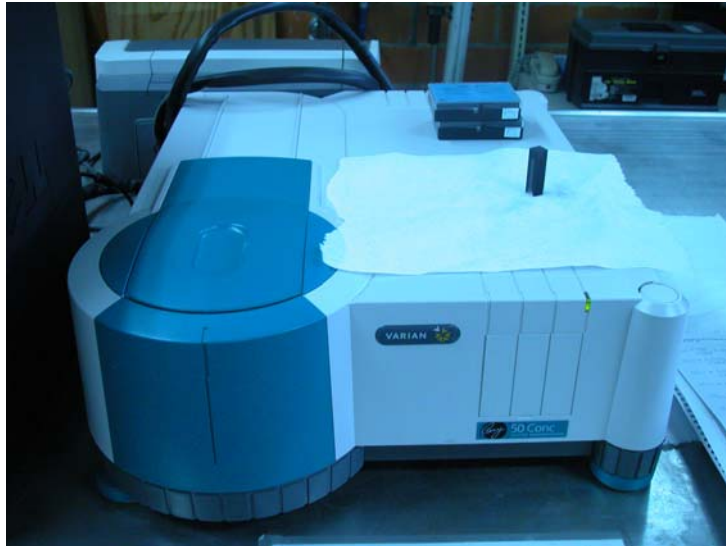


Figura 3.6 Espectrofotómetro Varian Cary 50

### 3.6 Revisión Bibliográfica

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.<sup>14</sup>

---

<sup>14</sup> Montgomery, Douglas. *Diseño y Análisis de Experimentos*. Limusa Wiley, 1991. 2nd ed. Universidad Estatal de Arizona.

Los diseños de experimentos han probado ser una herramienta muy poderosa en ciencia y tecnología para investigar y optimizar productos y procesos.<sup>15</sup> Usando estas técnicas es posible investigar de manera sistemática y eficiente las variables principales de un proceso, así como la interacción entre las mismas. Esto ha probado superioridad sobre los métodos tradicionales de análisis de una variable a la vez, en la cual las interacciones entre las variables pueden ser omitidas.

En general, los experimentos se usan para estudiar el desempeño de procesos y sistemas. El proceso puede por lo general visualizarse como una combinación de máquinas, métodos, personas u otros recursos que transforman cierta entrada en una salida que tiene una o más respuestas observables.

El diseño experimental presenta muchas ventajas. Primero, puede ser útil para identificar las variables claves de decisión que no sólo mantienen un proceso en control, sino que lo mejoran. En segundo lugar, en el desarrollo de nuevos procesos de los que no se poseen datos históricos, el diseño experimental, aplicados en esta etapa de desarrollo, puede identificar los factores importantes, y sus niveles asociados, que maximizan la producción y reducen los costos.

El enfoque correcto para trabajar con varios factores 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. Este diseño experimental permitiría al experimentador investigar los efectos individuales (o los efectos principales) de cada factor y determinar si existe alguna interacción entre los factores.

---

<sup>15</sup> Orszulik, Stefan T. *The Decomposition of Effects in Full Factorial Experimental Designs into Individual Treatment Combination*. Quality Engineering, Philadelphia, 1 (19): 39-52. Marzo, 2007.

### 3.6.1. Aplicaciones típicas del Diseño de Experimentos.

El diseño de experimentos no es específico de ningún área, sino que puede ser aplicado a casi todo problema que se presenta en la vida cotidiana.

Los diseños de experimentos tradicionales dan información muy valiosa de los principales efectos e interacciones, pero pueden ser difíciles de interpretar porque los efectos promedio y los contrastes están siendo calculados (Orszulik, 2007). En orden de obtener sentido de los datos, los científicos experimentales emplean un gran número de técnicas, incluyendo la examinación de las medias, gráficas de interacción y transformación de los datos.

En el análisis de datos experimentales, la mayor atención ha estado enfocada en los parámetros de localización de medias; pero recientes desarrollos en calidad y métodos de ingeniería para mejorar la productividad, han hecho que el interés se vuelva hacia el análisis de los efectos de la dispersión en los diseños experimentales.

Con el fin de conocer en que se ha enfocado el diseño de experimentos en los últimos años, se realizó una revisión bibliográfica de las publicaciones científicas que difunden dichos estudios. El fin de la revisión es darle al lector una idea de las aplicaciones del diseño en la actualidad, un panorama de lo que tratan los artículos y la bibliografía donde pueden encontrarlos completos.

Por un lado, autores como Orszulik (2007) han realizado investigaciones acerca de la manera en que se pueden estudiar de manera más simple los diseños factoriales. En su artículo *"The Decomposition of Effects in Full Factorial Experimental Designs into*

*Individual Treatment Combination*", publicado en la revista trimestral Quality Engineering (Marzo, 2007), el autor examina la descomposición de todos los efectos dentro de sus combinaciones de tratamientos individuales, y discute los resultados de las ecuaciones lineales. Esto permite que sean identificados los efectos significativos y los efectos de mayor orden sin la necesidad de transformar los datos. Sorpresivamente, modelos simples pueden ser obtenidos por el uso de efectos descompuestos, aún cuando los sistemas complejos están siendo analizados.

Otro enfoque que se le ha dado al diseño de experimentos, es el publicado por C. Polo y M. Pepio.<sup>16</sup> En su artículo "*Global Modeling of a Textile Process*", los autores proponen un diseño aplicado al control de calidad. Los últimos estudios en el control de calidad, tratan con la posible relación funcional entre la variabilidad de la respuesta de los procesos y sus regresores (variables experimentales controladas por el experimentador y medidos con un error insignificante). En el pasado, el análisis de datos experimentales generalmente se enfocaba en la localización de parámetros y la variabilidad era sólo tomada en cuenta para aplicar los cuadrados medios. Sin embargo, actualmente los parámetros de dispersión son estimados usando un análisis de cuadrados medios del logaritmo de la suma de las desviaciones al cuadrado sin réplicas. La dispersión adoptada es usada a partir de entonces para encontrar un modelo, el cual ayudará a averiguar las condiciones para hacer el mejor proceso, por ejemplo, variaciones mínimas, cercanía al objetivo y robustez al ruido.

---

<sup>16</sup> C. Polo y M. Pepio. *Global Modeling of a Textile Process*. Textile Research Journal. Laboratory of Statistics, Universitat Politècnica de Catalunya, Terrassa, España, Febrero, 1991: 114-118.



Estos dos enfoques diferentes nos dan una idea de las múltiples aplicaciones que en la actualidad está teniendo el diseño de experimentos. A continuación se presenta un breve esquema del trabajo realizado para cada autor, con el fin de entender a fondo en que consisten sus propuestas.

Los efectos calculados en diseños de experimentos son los efectos medios, mejor conocidos como contrastes. Cuando hay presentes interacciones fuertes, hasta la evaluación de los efectos principales puede ser un problema, debido a que el efecto de cambiar una variable depende del nivel de la otra variable. El propósito del artículo de Orszulik (Quality Engineering, 2007) es presentar un método basado en la combinación de tratamientos de los efectos, más que de los contrastes, permitiendo evaluar los efectos principales sin interferencia de interacciones fuertes.

El método de la combinación de tratamientos provee una solución al problema de las combinaciones críticas. Este método trata a todas las combinaciones como potencialmente críticas. Como se discute en el artículo de Orszulik (2007), un modelo factorial tradicional trabaja bien si hay una relación plana que puede ser aproximada con órdenes polinomiales bajas. Cuando no es el caso, por ejemplo cuando hay actividad en las combinaciones de los niveles altos (combinaciones críticas), los métodos factoriales estándar pueden difícilmente ser modelados como sistemas planos.

El método separa los efectos de las interacciones en posibles combinaciones de tratamientos. Debido a que hay grados de libertad insuficientes para calcular todos los efectos de una manera convencional, una estrategia es estimar los efectos principales antes que los efectos de la interacción de los tratamientos. Al descomponer las interacciones en efectos de combinaciones de tratamientos

individuales, se obtiene información valiosa de las interacciones. Esto ayudará a los científicos a entender las causas físicas o químicas de una interacción. En la práctica, es encontrado frecuentemente que los efectos de la combinación de tratamientos son inactivos, y por lo tanto, un modelo simplificado del sistema puede ser presentado.

El nuevo enfoque del método de combinación de tratamientos, también puede proveer soluciones a un diseño  $2^4$ , sugiriendo que esta técnica puede tener amplias aplicaciones en el diseño experimental.

En su artículo, Orszulik (2007) menciona un ejemplo de cómo autores como Bisgaard y Brownlee hacen un análisis de dos niveles y cuatro factores. El ejemplo trata un experimento factorial en un proceso de purificación química. Para analizar los resultados, se utilizaron gráficas como la de cubo y la de probabilidad normal. Para este análisis, se tuvieron que transformar los datos, lo que lleva más trabajo.

Para no realizar la transformación, los autores propusieron analizarlo con el método de la combinación de tratamientos. En un diseño  $2^4$  hay normalmente seis interacciones dobles, cuatro interacciones triples y una interacción cuádruple. El análisis se realizó mediante una programación en macros y con la ayuda de las mismas gráficas.

Con el resultado obtenido, fue demostrado un nuevo método que permite efectos individuales, basado en los varios efectos de combinación de tratamientos posibles. La evaluación de esos efectos individuales, prueba ser de valor para el entendimiento y desarrollo de nuevos productos y procesos. El diseño experimental tradicional, es algunas veces incapaz de identificar y cuantificar fácilmente las

interacciones, y puede requerir que los datos sean transformados o el uso de box plots y la examinación de las medias para entender los resultados. El método mostrado demuestra que información útil puede ser obtenida del mismo set de experimentos a través de ajustar los datos a efectos individuales basados en las posibles combinaciones. Ya que muchos de los efectos basados en la combinación de tratamientos resultaron ser inactivos, los modelos derivados de utilizar este método pueden, sorpresivamente, ser más simples que los métodos estándar.

Los autores C. Polo y M. se basaron en estudios hechos por Pepio Box y Meyer, quienes introdujeron una técnica de unión para experimentos de dos niveles sin réplica. Nair y Pregibon lo extendieron para experimentos para dos niveles con réplica, comparando su funcionamiento con el análisis de cuadrados medios. La técnica de unión era generalmente parcial y por lo tanto no recomendada para la identificación del modelo. El análisis de los cuadrados medios actúa bien como una herramienta de identificación del modelo, pero los estimadores pueden ser ineficientes. En ambos casos, los autores recomiendan que los parámetros para identificar sus modelos sean estimados por la máxima verosimilitud.

Una vez que la dispersión de los efectos es estimada la localización de éstos es analizada por medio de los cuadrados medios ponderados para obtener un modelo global. Se utilizó un experimento de optimización de procesos textiles para ilustrar los resultados.

Primero, se consideró el análisis de la dispersión de los efectos de un experimento factorial de dos niveles. Sea  $Y_{ij}$  ( $i=1,\dots,n$ ;  $j=1,\dots,r$ ) la variable de respuesta para  $r$  réplicas de un experimento factorial  $2^k$ . Los datos son supuestos como:

$$Y_{ij} = m_i + \sigma_i \varepsilon_{ij}, \quad i = 1, \dots, n, \quad j = 1, \dots, r \quad (1),$$

donde los errores  $\varepsilon_{ij}$  son independientes, normalmente distribuidos con media cero y con varianzas iguales. El modelo relaciona las medias  $m_i$  y las varianzas  $\sigma_i^2$  con los efectos localizados  $\beta_k$  y los efectos de dispersión  $\theta_k$  mediante:

$$g(m) = A\beta, \quad h(\sigma^2) = A\theta \quad (2),$$

donde  $m$  y  $\sigma^2$  son los vectores de medias y varianzas,  $\beta$  y  $\theta$  son los vectores de los parámetros desconocidos,  $A$  es la matriz ortogonal  $n \times n$  asociadas al diseño factorial con sus columnas ordenadas según el método Yates.

Se analizó un proceso químico donde los tratamientos principales son concentración de Enzima, pH, Temperatura y tiempo de reacción. Se realizaron dos réplicas del experimento. La respuesta  $Y$  es un porcentaje de almidón por peso.

Se obtuvieron los cuadrados medios, gráficas de probabilidad normal y superficies de respuesta para analizar los resultados. Con efectos de dispersión significativos, los efectos localizados son estimados por los cuadrados medios a partir de la transformación  $W_i = Y_i / \sigma_i$ , ya que esto garantiza la igualdad de las varianzas para los estimadores, con el fin de aplicar la prueba de significancia de Daniel. El objetivo es obtener variables de respuesta tan grandes como sea posible, mientras se mantiene la dispersión tan pequeña como es posible. Además de esto, se utilizaron superficies de respuesta y gráficas de contorno para analizar los resultados.

Los autores concluyeron que al analizar los efectos de dispersión antes de la localización de los efectos, proporciona un mayor entendimiento del proceso mediante el modelo completo.

Aunque en este caso, con únicamente dos réplicas, el funcionamiento del proceso instalado es mejorado.

Así como estos ejemplos, existen un gran número de estudios que pueden ser encontrados en revistas especializadas. El estudio de estos artículos es de gran importancia para la aplicación de diseños experimentales que cada vez nos acercan más al conocimiento del comportamiento de las variables dentro de un proceso.

El propósito de esta revisión, además de darnos una idea de lo que podía ser aplicado en nuestro estudio, fue poder presentar información para estudios futuros sobre procesos textiles.