

4 INVESTIGACIÓN Y METODOLOGÍA

4. INVESTIGACIÓN Y METODOLOGÍA

La metodología propuesta en este trabajo de investigación, está basada en las pautas generales para diseñar un experimento planteadas por Douglas C. Montgomery (1996).

4.1 Identificación y enunciación del problema.

El primer paso para el planteamiento del diseño adecuado, es el desarrollo de todas las ideas acerca de los objetivos del experimento. En este caso, fue necesario solicitar aportaciones tanto del área textil como del área estadística. Esto es lo que se conoce como enfoque de equipo.

Una vez planteadas las ideas generales, se definió el objetivo general del experimento, que es encontrar qué factores afectan de manera significativa la tintura del poliéster.

4.2 Elección de la variable de respuesta.

Para saber si la tintura se realizó de manera correcta y bajo las mejores condiciones, se puede utilizar la variable **agotamiento** para calcular la cantidad de colorante que fue absorbido por la tela. Mientras más alta sea esta variable, que se expresa en porcentaje, mejor habrán sido las condiciones en las que se realizó el

experimento, lo que nos lleva a ahorros en costos y tiempo de tintura.

4.3 Elección de los factores del diseño.

En esta etapa, se declararon cuales podrían ser los factores potenciales del diseño, es decir, aquellos factores que se pueden considerar perturbadores y son los que nos interesa variar al realizar el experimento.

Después de realizar un estudio preliminar del proceso de tintura del poliéster, se definieron las principales variables involucradas en el mismo. La Figura 4.1 muestra las variables encontradas.

Principales variables en el proceso de tintura
1. Temperatura
2. Dispersante
3. Acido acético
4. RPM
5. Concentración de colorante
6. Relación de Baño
7. Tiempo Total de Tintura
8. Gradiente
9. pH

Figura 4.1 Variables del proceso de Tintura.

De estas variables propuestas, se eligieron aquellas que se considera pueden causar variaciones en la variable de respuesta seleccionada, en este caso el agotamiento.

Con la experiencia adquirida en ensayos previos, se sabe que las variables 3, 4, 5, 7 y 9 no influyen en el agotamiento del colorante, por lo que pueden mantenerse constantes. La concentración de colorante debe ir de acuerdo a la receta que nos proporcionaron, por lo que se mantendrá constante. El tiempo total de tintura es una variable que depende de las temperaturas que se deseen alcanzar y el gradiente que se aplique.

Por lo tanto, se seleccionaron como **factores del experimento** la temperatura, el dispersante, el gradiente y la relación de baño.

4.4 Elección del diseño experimental.

La elección del diseño implica la consideración del tamaño de la muestra (número de réplicas), la selección de un orden de corridas adecuado para los ensayos experimentales y la determinación de si entran en juego o no la formación de bloques u otras restricciones sobre la aleatorización.

El proceso de tintura del poliéster presenta varios factores que pueden variar, por lo que en primera instancia se decidió que el mejor diseño a aplicar era un diseño factorial, debido a que es necesario estudiar el efecto conjunto de los factores sobre una respuesta.

Dentro de los diseños factoriales, existen casos especiales que son importantes debido a su uso generalizado en el trabajo de investigación y porque constituyen las bases de otros diseños de gran valor práctico. Uno de estos es el diseño factorial 2^k , donde cada factor k presenta únicamente dos niveles. Estos niveles pueden ser cuantitativos o cualitativos.

En un diseño con dos niveles para cada factor, se supone que la superficie de respuesta es aproximadamente lineal en el rango elegido para los niveles de los factores. Por experiencia se sabe que los procesos textiles, bajo condiciones controladas, presentan muy poca variabilidad, por lo que su superficie de respuesta puede ser casi lineal.

Por lo anterior, y debido a las limitaciones que tenemos para realizar el experimento, como por ejemplo el tiempo, se decidió aplicar un diseño factorial 2^k para conocer los efectos de las variables, anteriormente seleccionadas, en la tintura del poliéster.

El diseño resultante es un 2^4 , lo que requiere realizar 16 observaciones. Se decidió realizar dos réplicas del experimento. Los niveles escogidos para cada factor se muestran en la tabla 4.1. A los dos niveles presentes en estos experimentos se les denomina “bajo” y “alto”. Para efectos prácticos, el número 0 indica cuando el factor está en nivel bajo y el 1 cuando se encuentra en nivel alto. Cada factor es asignado a una letra.

Nivel	Factor A	Factor B	Factor C	Factor D
	<i>Temperatura</i>	<i>Dispersante</i>	<i>Relación de Baño</i>	<i>Gradiente</i>
<i>Bajo</i>	125 °C	Sin	1:7	2°/min
<i>Alto</i>	135 °C	Con	1:13	4°/min

Tabla 4.1 Niveles de cada factor.

El modelo que describe el experimento es:

$$Y_{ijklm} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \gamma_k + \delta_l + (\alpha\beta)_{ij} + (\alpha\gamma)_{ik} + (\alpha\delta)_{il} + (\beta\gamma)_{jk} + (\beta\delta)_{jl} + (\gamma\delta)_{kl} + (\alpha\beta\gamma)_{ijk} + (\alpha\beta\delta)_{ijl} + (\alpha\gamma\delta)_{ikl} + (\beta\gamma\delta)_{jkl} + (\alpha\beta\gamma\delta)_{ijkl} + \rho_m + \varepsilon_{ijklm}$$

Si bien las condiciones experimentales se aplican en un orden aleatorio durante el experimento, si se desea analizar los resultados conviene seguir un orden estándar, como se muestra en la tabla 4.2. Cada factor está relacionado con una letra minúscula.

Condición experimental (orden estándar)	Factor A	Factor B	Factor C	Factor D
	a	b	c	d
1	0	0	0	0
a	1	0	0	0
b	0	1	0	0
ab	1	1	0	0
c	0	0	1	0
ac	1	0	1	0
bc	0	1	1	0
abc	1	1	1	0
d	0	0	0	1
ad	1	0	0	1
bd	0	1	0	1
abd	1	1	0	1
cd	0	0	1	1
acd	1	0	1	1
bcd	0	1	1	1
abcd	1	1	1	1

Tabla 4.2 Orden estándar.

4.5 Realización del experimento.

Cuando se lleva a cabo el experimento es vital monitorear con atención el proceso a fin de asegurarse de que todo se esté haciendo conforme a la planeación. Los errores en el procedimiento

experimental en esta etapa destruirán por lo general la validez experimental.

Como Montgomery propone (1996), antes de llevar a cabo el experimento se realizaron algunas corridas piloto o de prueba. Estas corridas proporcionaron información acerca de la consistencia del material experimental, una comprobación del sistema de medición, una idea aproximada del error experimental y la oportunidad de poner en práctica la técnica experimental global, en este caso, la manera en que se realiza la tintura. Esto ofreció también una oportunidad para revisar, de ser necesario, las decisiones tomadas en los pasos 1 al 4.

Los resultados obtenidos en estas pruebas, demostraron la factibilidad de llevar a cabo el experimento como se planteó en un inicio.

4.5.1 Metodología de Tintura del poliéster.

Este apartado muestra el proceso que se debe seguir para realizar la tintura. Este proceso se divide en dos etapas: etapa de preparación de soluciones y material y etapa de tintura.

4.5.1.1 Preparación de soluciones y material.

Con el fin de agilizar el proceso de tintura, se prepararon soluciones¹ de colorantes y auxiliares, de los cuales se tomarán los

¹ Una solución es la combinación de los colorantes o auxiliares con el agua. Pasarlos del estado sólido a uno líquido más fácil de manejar.

mililitros necesarios para teñir, de acuerdo a las condiciones de cada experimento.

El color para la tintura es una tricromía formada por los colores: Rubí RD-GFL 200, Amarillo RD-4GRL y Azul RD-GLF. El color resultante de la tricromía es un azul (Figura 4.2). Los colorantes fueron donados por la empresa Clariant® y son de la marca Foron®. La misma empresa proporcionó la receta para la preparación de la tricromía (tabla 4.3).

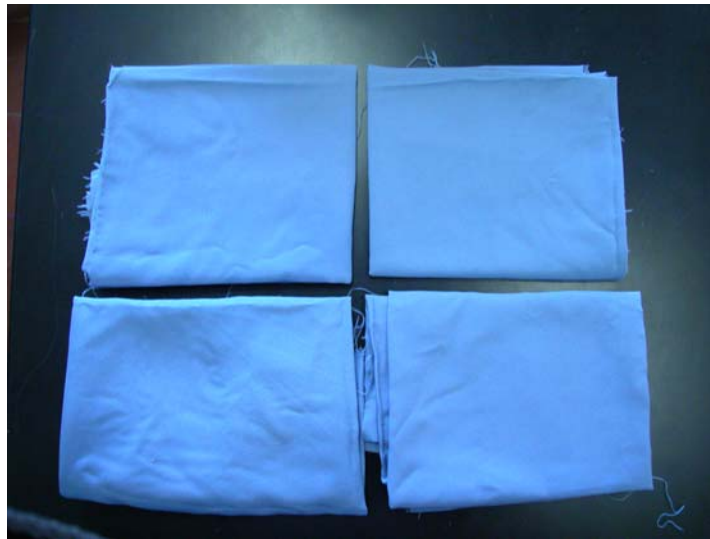


Figura 4.2 Muestras de Telas teñidas.

Colorante	% sobre peso de fibra.
Amarillo RD-4GRL	0.028 %
Rubí RD-GFL 200	0.020 %
Azul RD-GLF	0.185%

Tabla 4.3 % spf de cada colorante de la tricromía.

Para lograr con éxito la tintura, es necesario añadir ciertas sustancias que mejoran las características del mismo. Para algunos experimentos se utiliza un dispersante con el fin de lograr el pH deseado. La empresa Clariant® proporcionó un dispersante de la marca Eganal. También es importante añadir un lubricante para evitar rupturas en la fibra; se utilizó la marca Imanol MPE.

Las soluciones de cada colorante se prepararon con una relación de 1 gr. por cada 100ml de agua bi-destilada. Es importante disolver los colorantes en frío. En el caso de los auxiliares, la relación es de 1 gr. por litro de agua.

Los experimentos se realizaron en muestras de poliéster de aproximadamente 35 x 50 cm. y un peso de aproximadamente 10 gr. Se acepta una variación en el peso de la tela de ± 0.3 gr.

Es necesario para cada tintura que se realice, lavar el material con agua bi-destilada para eliminar partículas, como el polvo, que pueden influir en el resultado del mismo.

Material y equipo:

- ✓ Colorante disperso para poliéster (Foron de Clariant®).
- ✓ Agua bi-destilada.
- ✓ Dispersante.
- ✓ Lubricante.
- ✓ Probetas.
- ✓ Vasos de precipitados.
- ✓ Muestras necesarias de poliéster.
- ✓ Balanza analítica.
- ✓ Pipeta.
- ✓ Tanques de tintura.
- ✓ Labomat Mathis

4.5.1.2 Tintura del poliéster.

Para empezar el experimento, se debe pesar cada muestra de poliéster, en la balanza analítica, y se calculan los mililitros de cada colorante, de acuerdo a la receta anteriormente presentada, que son requeridos para lograr la tintura adecuada.

Los mililitros se calculan realizando una conversión, primero a gramos de colorante y posteriormente a mililitros. La relación queda expresada de la siguiente manera:

$$\text{Colorante}(ml) = \frac{\text{PesodeFibra}(gr) \times \%colorante}{100\%} \times \frac{100ml}{1gr}$$

Esta fórmula se aplica por separado para los tres colorantes que integran la tricromía.

El cálculo de los mililitros de auxiliar que son necesarios en cada experimento, se hace de acuerdo a la relación de baño planteada para cada uno. Las relaciones que se utilizarán para los experimentos son de 1:7 y de 1:13. De esta manera, la relación se expresa de la siguiente manera:

$$\text{Auxiliar}(ml) = \frac{\text{PesoFibra}(g) \times 7ml}{1g} \times \frac{0.1g}{\text{PesoFibra}}$$

ó

$$\text{Auxiliar}(ml) = \frac{\text{PesoFibra}(g) \times 13ml}{1g} \times \frac{0.1g}{\text{PesoFibra}}$$

Los auxiliares se utilizarán únicamente en los experimentos que lo requieran, de acuerdo al arreglo mostrado en el diseño del experimento.

Para calcular la cantidad de agua que debe llevar la tintura, se multiplica el peso de fibra por los mililitros correspondientes a la relación de baño.

Los tanques de tintura deben ser colocados en su charola. Se enumeran de izquierda a derecha y se asigna cada muestra, anteriormente numerada, al tanque correspondiente.

Ya que se encuentran colocados los tanques, se agregan los mililitros de agua calculados, para cada muestra en particular, y se introduce la tela (doblada en triángulo). Posteriormente, se pipetea los mililitros de colorante y auxiliar, cuando es necesario, para cada muestra. Al finalizar el pipeteo, se cierran los tanques con las tapas herméticas. La tapa con el censor debe ser colocada en el tanque 1, de esta manera siempre se sabrá por que tanque se empieza.

Los tanques se colocan en el Labomat. Se introduce cada tanque en la ranura correspondiente y se gira a la derecha para asegurarlo. Una vez que están colocados los tanques y conectado el censor, se cierra la puerta y se programa la máquina de la siguiente manera:

Load program → número 2 → program → numero 1.

Debe aparecer en la parte superior de la pantalla la leyenda Labomat 2 y en la parte central las variables: RPM, TIM, GRAD, SOL. Las variables se llenan de izquierda a derecha. La primera, SOL, se refiere a la temperatura que se desea alcanzar en esa corrida. GRAD

se refiere al gradiente (número de °C que queremos que levante por minuto hasta llegar a la temperatura deseada); TIM es el tiempo, en minutos, que deseamos que se mantenga la temperatura alcanzada; y posteriormente RPM se refiere a las revoluciones por minuto. Una vez llenada la pantalla, se pone en marcha la máquina. El procedimiento de programar la máquina se debe realizar para cada etapa presentada en la gráfica del proceso (figura 4.3).

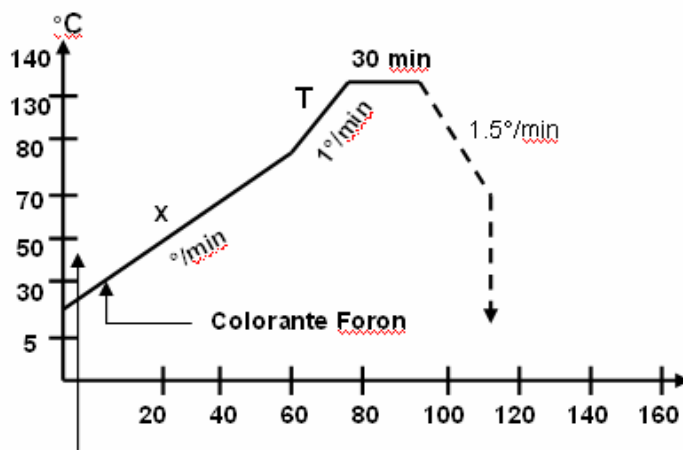


Figura 4.3 Gráfica del proceso de tincura para el poliéster con colorantes Foron®.

Donde T es la temperatura máxima y x es el gradiente para la primera etapa de tincura. Ambos valores se toman de acuerdo a las variables planteadas para el diseño de experimentos.

Como podemos observar, se presentan 3 etapas en la gráfica:

En la primera, se eleva la temperatura hasta 80°C con un gradiente x (de acuerdo al planteado en el diseño del experimento), no se mantiene ninguna temperatura.

La segunda etapa consiste en elevar la temperatura hasta $T^{\circ}\text{C}$ (de acuerdo al diseño) con un gradiente de $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$; en este caso la temperatura alcanzada debe ser mantenida durante 30 min.

En la tercera etapa, la temperatura desciende hasta 70°C con un gradiente de 1.5°C . Después de esta etapa, se deja que la temperatura disminuya naturalmente, hasta que sea posible retirar los tanques.

La tabla 4.4 muestra a detalle estas variables, de acuerdo a como se presentan en la pantalla del Labomat.

****LABOMAT 2****				
	rpm	TIM	GRAD	SOL
1.	70	---	x	80°
2.	70	30	1	T$^{\circ}$
3.	70	---	1.5	70°

Tabla 4.4 Programación de la máquina.

Al concluir las tres etapas, apagar la máquina y dejar enfriar los tanques antes de retirarlos. Utilizar guantes, ya que los tanques se encuentran a más de 50°C . Una vez retirados, abrir los tanques con cuidado y vaciar el baño sobrante en envases de plástico, debidamente lavados e identificados para cada experimento. Tapar el envase para evitar que se evapore el contenido.

Por último, las muestras deben ser analizadas en el espectrofotómetro para obtener las absorbancias correspondientes, y con esos datos poder calcular el agotamiento, que es la variable a estudiar en el experimento.

4.5.2 Medición de la variable de respuesta.

Para medir la variable de respuesta, es necesario conocer primero la absorbancia del baño sobrante de cada tintura. Esta absorbancia se mide en el espectrofotómetro, con una longitud de onda (λ máxima) obtenida de las soluciones base. Cada muestra se compara con estas soluciones base, que contienen agua y lubricante o agua y dispersante, de acuerdo a las condiciones de entrada de la muestra que se vaya a medir. El aparato compara la muestra base con el baño sobrante y arroja la absorbancia de la muestra.

La absorbancia obtenida se busca en unas curvas de calibración, anteriormente calculadas, y con esto se conoce la concentración final de la muestra. Con esta concentración final y la concentración inicial de la misma, que es conocida, se calcula el agotamiento.

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

Donde C_i es la concentración inicial de colorante y C_f la concentración final.

4.5.2.1 Preparación de soluciones base.

Las soluciones base son aquellas que se ocupan para trazar las curvas de calibración. Se obtienen a partir de una solución general que contiene la concentración total de colorante y auxiliares. Las relaciones para dichas soluciones son de 1gr. de colorante o auxiliar por cada 1000ml de agua.

El gramo de colorante debe contener las proporciones de los tres colores que forman la tricromía. En total, los tres colorantes equivalen a 0.233%. Esta cantidad se toma como el 100% de colorante y a partir de ella se calculan los gramos de cada uno de los colores.

Para el color amarillo (0.028% spf):

$$\frac{0.028 \times 100}{0.233} = 12.020\% \quad \Rightarrow \quad \frac{1 \text{ gr} \times 12.020\%}{100\%} = \mathbf{0.1202 \text{ gr/l}}$$

Para el color Rubí (0.020% spf):

$$\frac{0.020 \times 100}{0.233} = 8.58\% \quad \Rightarrow \quad \frac{1 \text{ gr} \times 8.58\%}{100\%} = \mathbf{0.0858 \text{ gr/l}}$$

Para el color Azul (0.185%):

$$\frac{0.185 \times 100}{0.233} = 79.4\% \quad \Rightarrow \quad \frac{1 \text{ gr} \times 79.4\%}{100\%} = \mathbf{0.794 \text{ gr/l}}$$

Pesar en la balanza analítica los gramos de cada colorante calculados, y combinarlo con 1000ml de agua bidestilada. Se preparan dos soluciones con estas características, a ambas se le añade el lubricante y únicamente a una el dispersante.

A partir de estas soluciones, se preparan unas nuevas a diferentes concentraciones para construir las gráficas. Por cuestiones prácticas, se prepararon únicamente 50ml de cada una de ellas. Las concentraciones utilizadas fueron: 0.00626, 0.0125, 0.05, 0.1 y 0.2 g/l. Para hacer la conversión a mililitros se utiliza la expresión:

$$50ml \times \frac{\text{Concentración}(g/l)}{1000ml} \times \frac{1000ml}{1gr}$$

La tabla 4.5 muestra las concentraciones resultantes en mililitros.

Concentración g/l	Concentración ml
0.00625	0.3125
0.0125	0.625
0.025	1.25
0.05	2.5
0.1	5
0.2	10

Tabla 4.5 Concentraciones en mililitros para la curva de calibración

Se pipetea en cada uno de los matraces de 50ml la concentración calculada y se completa con agua bidestilada los 50 mililitros.

4.5.2.2 Curva de calibración.

Para trazar las curvas de calibración, se mide en el espectrofotómetro la absorbancia de cada solución preparada. Las sustancias base son las soluciones preparadas con el gramo de colorante y los auxiliares.

La gráfica de la curva se traza con las absorbancias en el eje x y las concentraciones en el eje y. Por medio de la regresión se ajustan los puntos de la gráfica para conocer la constante y la

pendiente y así poder calcular las concentraciones finales de los baños resultantes de la tintura.

Estas curvas se utilizan para todos los experimentos, no es necesario calcularlas cada vez que se cambian las condiciones de experimentación.

4.6 Análisis estadístico de los datos.

Deberán usarse métodos estadísticos para analizar los datos a fin de que los resultados y las conclusiones sean objetivos y no de carácter apreciativo. Si el experimento se ha diseñado correctamente y si se ha llevado a cabo de acuerdo con el diseño, los métodos estadísticos necesarios no deben ser complicados.

La ventaja principal de los métodos estadísticos es que agregan objetividad al proceso de toma de decisiones. Las técnicas estadísticas, aunadas a una buena ingeniería o conocimiento del proceso y el sentido común, llevarán por lo general a conclusiones sólidas.

Se utilizó el software MINITAB® para el análisis estadístico. Se realizaron pruebas de ANOVA para conocer que factores influyen en el agotamiento del colorante y la interacción entre los mismos. Posteriormente, se realizaron gráficas de interacciones y dispersión para corroborar los resultados obtenidos con la ANOVA. Por último, se realizó la comprobación de los supuestos del modelo.

4.7 Obtención de conclusiones.

Una vez que se han analizado los datos, se sacaron conclusiones prácticas acerca de los resultados y se hizo la recomendación de un posible curso de acción. Las mismas se encuentran a detalle en el capítulo de conclusiones y recomendaciones.