

5 ANÁLISIS Y RESULTADOS

5. ANÁLISIS Y RESULTADOS

5.1 Curvas de Calibración

Se obtuvieron las curvas de calibración para cada una de las soluciones base, con dispersante y sin dispersante. Se hicieron en base a 5 disoluciones y sus respectivos agotamientos. Los agotamientos se midieron con un espectrofotómetro UV de la marca Varian modelo Cary 50.

Curva de Calibración sin Dispersante

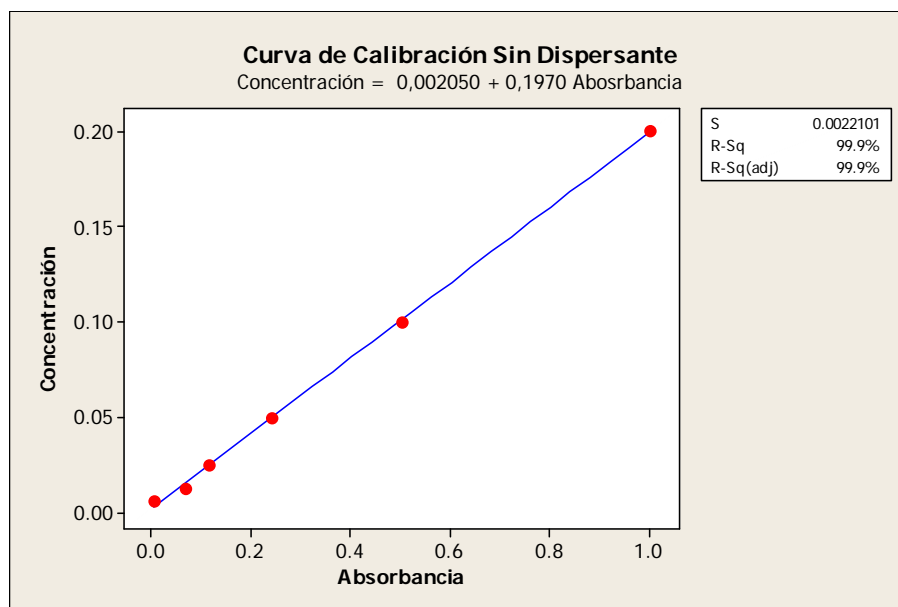


Figura 5.1 Curva de calibración sin Dispersante

La ecuación resultante para el cálculo de las concentraciones finales de las muestras de teñido sin dispersante es:

$$\text{Concentración} = 0.1970 \times \text{Absorbancia} + 0.00205$$

Curva de Calibración con Dispersante

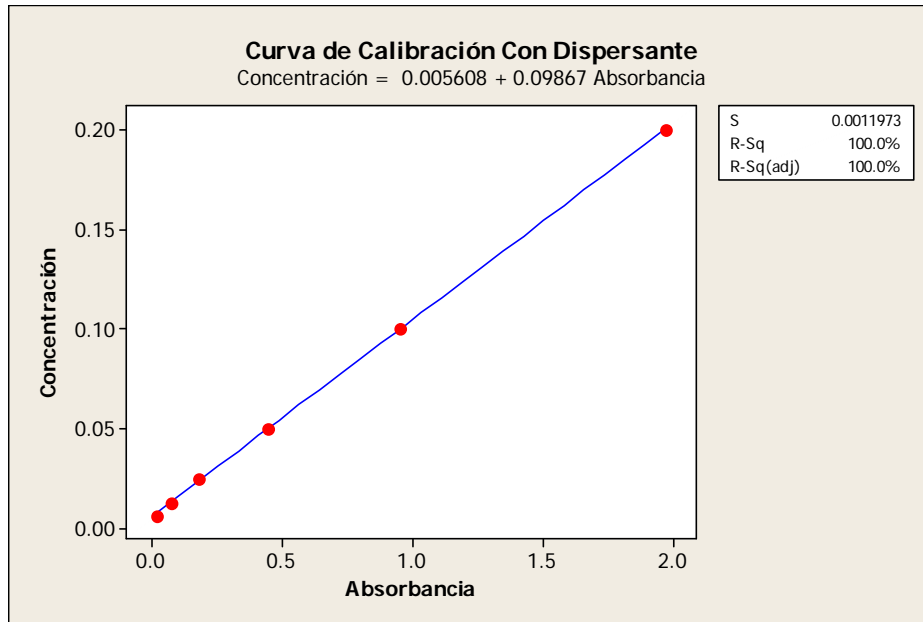


Figura 5.2 Curva de calibración con Dispersante

La ecuación resultante para el cálculo de las concentraciones finales de las muestras de teñido con dispersante es:

$$\text{Concentración} = 0.09867 \times \text{Absorbancia} + 0.005608$$

5.2 Agotamientos

Una vez realizados los experimentos, se utilizó el espectrofotómetro y las curvas de calibración, calculadas anteriormente, para determinar el agotamiento de cada muestra de tintura. La tabla 5.1 muestra las absorbancias obtenidas de cada muestra, los valores de la concentración inicial y final, y el agotamiento.

Experimento	Abs. Muestra	Conc. Final	Conc. Inicial	Agotamiento
1,1	0,0681	0,0155	2,3579	99,3441
1,2	0,0581	0,0135	2,3691	99,4304
2,1	0,0274	0,0074	2,3952	99,6891
2,2	0,0242	0,0068	2,3859	99,7143
3,1	0,1646	0,0218	2,3531	99,0715
3,2	0,0691	0,0124	2,3727	99,4763
4,1	0,0461	0,0102	2,3999	99,5768
4,2	0,0575	0,0113	2,3999	99,5299
5,1	0,0161	0,0052	2,3601	99,7787
5,2	0,0228	0,0065	2,3731	99,7243
6,1	0,0038	0,0028	2,3859	99,8827
6,2	0,0086	0,0037	2,3673	99,8418
7,1	0,0344	0,0090	2,3906	99,6234
7,2	0,0316	0,0087	2,3495	99,6286
8,1	0,0199	0,0076	2,3859	99,6827
8,2	0,0264	0,0082	2,3999	99,6578
9,1	0,0724	0,0163	2,3673	99,3109
9,2	0,0759	0,0170	2,3370	99,2725
10,1	0,0606	0,0140	2,3230	99,3978
10,2	0,0693	0,0157	2,3393	99,3288
11,1	0,0825	0,0137	2,3696	99,4198
11,2	0,1022	0,0157	2,3440	99,3305
12,1	0,1239	0,0178	2,3766	99,2496
12,2	0,1234	0,0178	2,3719	99,2502
13,1	0,0334	0,0086	2,3743	99,6365
13,2	0,0425	0,0104	2,3417	99,5549
14,1	0,0137	0,0047	2,3650	99,7992
14,2	0,0313	0,0082	2,3626	99,6522
15,1	0,0335	0,0089	2,3556	99,6216
15,2	0,0293	0,0085	2,3417	99,6370
16,1	0,0417	0,0097	2,3650	99,5889
16,2	0,0447	0,0100	2,3976	99,5821

Tabla 5.1 Agotamiento de las muestras.

La concentración final se obtuvo con la ayuda de las curvas de calibración; la concentración inicial es la suma de los mililitros de cada uno de los colorantes que forman la tricromía con la que se realizaron los experimentos. El agotamiento se calculó con la fórmula presentada en el capítulo anterior.

5.3 Diseño de Experimentos 2⁴

Una vez obtenidos los agotamientos, se realizó el análisis de los resultados a través de un diseño experimental 2^k, que en nuestro caso es un experimento 2⁴. En este apartado, se presentan los análisis de varianza correspondientes, las gráficas que nos ayudan a visualizar los efectos conjuntos entre los factores, así como la verificación de los supuestos de normalidad, varianza constante e independencia.

5.3.1 Análisis de Datos

5.3.1.1 Colocación de Datos

Con el fin de facilitar el estudio, los tratamientos fueron colocados en una tabla de la siguiente manera:

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 5.2 Colocación de Datos.

Los resultados de los experimentos, para cada réplica, se muestran en la tabla 5.3.

No. Experimento	Temp.	Dispersante	Relación de Baño	Gradiente	Agotamiento (%)	
					Réplica 1	Réplica 2
1	125 °	Sin	1:7	2º/min	99,3441	99,4304
2	135 °	Sin	1:7	2º/min	99,6891	99,7143
3	125 °	Con	1:7	2º/min	99,4887	99,4763
4	135 °	Con	1:7	2º/min	99,5768	99,5299
5	125 °	Sin	1:13	2º/min	99,7787	99,7243
6	135 °	Sin	1:13	2º/min	99,8827	99,8418
7	125 °	Con	1:13	2º/min	99,6234	99,6286
8	135 °	Con	1:13	2º/min	99,6827	99,6578
9	125 °	Sin	1:7	4º/min	99,3109	99,2725
10	135 °	Sin	1:7	4º/min	99,3978	99,3288
11	125 °	Con	1:7	4º/min	99,4198	99,3305
12	135 °	Con	1:7	4º/min	99,2496	99,2502
13	125 °	Sin	1:13	4º/min	99,6365	99,5549
14	135 °	Sin	1:13	4º/min	99,7992	99,6522
15	125 °	Con	1:13	4º/min	99,6216	99,6370
16	135 °	Con	1:13	4º/min	99,5889	99,5821

Tabla 5.3 Resultados de cada experimento

Es importante para análisis posteriores que los datos se encuentren presentados en forma estándar, como muestra la tabla anterior.

5.3.1.2 Análisis de Varianza

El análisis de varianza se realizó con el programa MINITAB®. Los datos deben ser alimentados en el programa tal cual se muestran en la tabla 5.3, para que el software respete el orden estándar.

Se realizó una prueba de hipótesis sobre la igualdad de las medias de agotamiento utilizando el modelo lineal:

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

Prueba de hipótesis:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \mu_3 = \dots = \mu_k = \mu$$

Ha: Al menos una media es diferente a las demás

El nivel de confianza que se manejó para la prueba de hipótesis es del 95%.

Factorial Fit: Réplica 1 versus Block; Temp.; Dispersante; ...

Term	P
Constant	0,000
Temp.	0,000
Dispersante	0,000
Relación de Baño	0,000
Gradiente	0,000
Temp.*Dispersante	0,000
Temp.*Relación de Baño	0,418
Temp.*Gradiente	0,000
Dispersante*Relación de Baño	0,007
Dispersante*Gradiente	0,048
Relación de Baño*Gradiente	0,001
Temp.*Dispersante*Relación de Baño	0,085
Temp.*Dispersante*Gradiente	0,585
Temp.*Relación de Baño*Gradiente	0,004
Dispersante*Relación de Baño*Gradiente	0,104
Temp.*Dispersante*Relación de Baño*Gradiente	0,176

S = 0,0383591 R-Sq = 97,75% R-Sq(adj) = 95,34%

Estimated Coefficients for Réplica 1 using data in uncoded units

Term	Coef
Constant	99,5532
Temp.	0,0358031
Dispersante	-0,0316969
Relación de Baño	0,127584
Gradiente	-0,0761594
Temp.*Dispersante	-0,0425469
Temp.*Relación de Baño	-0,00565313
Temp.*Gradiente	-0,0317344
Dispersante*Relación de Baño	-0,0213156
Dispersante*Gradiente	0,0146281
Relación de Baño*Gradiente	0,0294344
Temp.*Dispersante*Relación de Baño	0,0125094
Temp.*Dispersante*Gradiente	-0,00378437
Temp.*Relación de Baño*Gradiente	0,0231344
Dispersante*Relación de Baño*Gradiente	0,0117344
Temp.*Dispersante*Relación de Baño*Gradiente	-0,00962812

Least Squares Means for Réplica 1

	Mean	SE Mean
Temp.		
125	99,52	0,009590
135	99,59	0,009590
Dispersante		
Sin	99,58	0,009590
Con	99,52	0,009590
Relación de Baño		
1:7	99,43	0,009590
1:13	99,68	0,009590
Gradiente		
2	99,63	0,009590
4	99,48	0,009590
Temp.*Dispersante		
125 Sin	99,51	0,013562
135 Sin	99,66	0,013562
125 Con	99,53	0,013562
135 Con	99,51	0,013562
Temp.*Relación de Baño		
125 1:7	99,38	0,013562
135 1:7	99,47	0,013562
125 1:13	99,65	0,013562
135 1:13	99,71	0,013562
Temp.*Gradiente		
125 2	99,56	0,013562
135 2	99,70	0,013562
125 4	99,47	0,013562
135 4	99,48	0,013562
Dispersante*Relación de Baño		
Sin 1:7	99,44	0,013562
Con 1:7	99,42	0,013562
Sin 1:13	99,73	0,013562
Con 1:13	99,63	0,013562
Dispersante*Gradiente		
Sin 2	99,68	0,013562
Con 2	99,58	0,013562
Sin 4	99,49	0,013562
Con 4	99,46	0,013562
Relación de Baño*Gradiente		
1:7 2	99,53	0,013562
1:13 2	99,73	0,013562
1:7 4	99,32	0,013562
1:13 4	99,63	0,013562
Temp.*Dispersante*Relación de Baño		
125 Sin 1:7	99,34	0,019180
135 Sin 1:7	99,53	0,019180
125 Con 1:7	99,43	0,019180
135 Con 1:7	99,40	0,019180
125 Sin 1:13	99,67	0,019180
135 Sin 1:13	99,79	0,019180
125 Con 1:13	99,63	0,019180
135 Con 1:13	99,63	0,019180
Temp.*Dispersante*Gradiente		
125 Sin 2	99,57	0,019180
135 Sin 2	99,78	0,019180
125 Con 2	99,55	0,019180
135 Con 2	99,61	0,019180
125 Sin 4	99,44	0,019180
135 Sin 4	99,54	0,019180
125 Con 4	99,50	0,019180
135 Con 4	99,42	0,019180
Temp.*Relación de Baño*Gradiente		
125 1:7 2	99,43	0,019180
135 1:7 2	99,63	0,019180
125 1:13 2	99,69	0,019180
135 1:13 2	99,77	0,019180

125 1:7 4	99,33	0,019180
135 1:7 4	99,31	0,019180
125 1:13 4	99,61	0,019180
135 1:13 4	99,66	0,019180
Dispersante*Relación de Baño*Gradiente		
Sin 1:7 2	99,54	0,019180
Con 1:7 2	99,52	0,019180
Sin 1:13 2	99,81	0,019180
Con 1:13 2	99,65	0,019180
Sin 1:7 4	99,33	0,019180
Con 1:7 4	99,31	0,019180
Sin 1:13 4	99,66	0,019180
Con 1:13 4	99,61	0,019180
Temp.*Dispersante*Relación de Baño*Gradiente		
125 Sin 1:7 2	99,39	0,027124
135 Sin 1:7 2	99,70	0,027124
125 Con 1:7 2	99,48	0,027124
135 Con 1:7 2	99,55	0,027124
125 Sin 1:13 2	99,75	0,027124
135 Sin 1:13 2	99,86	0,027124
125 Con 1:13 2	99,63	0,027124
135 Con 1:13 2	99,67	0,027124
125 Sin 1:7 4	99,29	0,027124
135 Sin 1:7 4	99,36	0,027124
125 Con 1:7 4	99,38	0,027124
135 Con 1:7 4	99,25	0,027124
125 Sin 1:13 4	99,60	0,027124
135 Sin 1:13 4	99,73	0,027124
125 Con 1:13 4	99,63	0,027124
135 Con 1:13 4	99,59	0,027124

Se utiliza el valor de P obtenido en el análisis de varianza y un $\alpha=0.05$ para concluir si se rechaza o acepta la hipótesis. Si $\alpha>P$ se rechaza la hipótesis nula, es decir, se puede aceptar que existe una diferencia significativa en los tratamientos.

Como se observa en la primera tabla de resultados, se rechaza la hipótesis nula en los efectos principales y en algunas interacciones dobles, esto debido a que su $\alpha>P$.

En cuanto a interacciones triples, únicamente la interacción entre la temperatura, la relación de baño y el gradiente es significativa. La interacción de los cuatro factores no resultó significativa para la variable de respuesta.

Los coeficientes que aparecen en la penúltima sección de los resultados (Estimated Coefficients for Réplica 1), se refieren al incremento o decremento que se genera en la variable de respuesta

al incrementar una unidad la variable que acompaña a cada coeficiente. Esos coeficientes son los que describen el modelo al que se ajustaron mejor los datos.

Los valores encontrados en el análisis Least Squares Means, se refieren a las medias de agotamiento que se alcanzan con las diferentes combinaciones de tratamientos. Estas medias nos ayudarán a concluir posteriormente sobre la combinación de tratamientos que produce el mayor agotamiento. Se analizan los datos de abajo hacia arriba, empezando por la interacción más grande que sea significativa y se van escogiendo los niveles de las variables que producen las medias de agotamiento más grandes.

Para conocer a fondo como se comportó cada variable durante el estudio, y para comprobar los resultados obtenidos con la ANOVA, se realizó un análisis gráfico.

5.3.1.3 Análisis Gráfico.

El uso de gráficas ayuda a visualizar de manera más clara los efectos de cada uno de los factores, así como el de las interacciones entre ellos.

5.3.1.3.1 Gráfica de Probabilidad Normal de Efectos.

Esta gráfica nos muestra los factores e interacciones que hicieron que se rechazaran las hipótesis nulas dentro de la ANOVA.

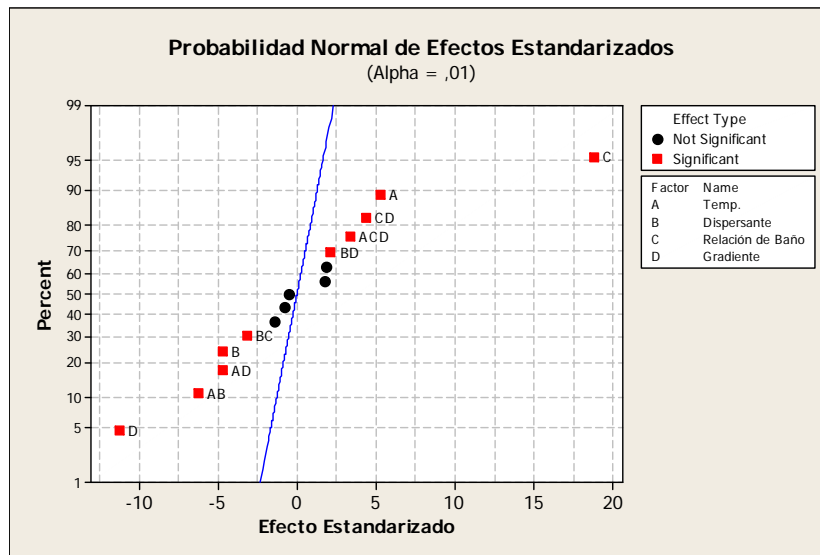


Figura 5.3 Probabilidad Normal de Efectos Estandarizados.

Con esta gráfica se puede comprobar lo concluido en el análisis de varianza, es decir, se pueden observar las diferencias de medias de los efectos principales, cinco interacciones dobles y una triple.

Se observa que todos los factores principales presentan alguna diferencia, aunque el factor C, que corresponde a la relación de baño, presenta la mayor de éstas, siendo muy significativa la diferencia.

En cuanto a las interacciones dobles, las interacciones entre los factores AB, AD, BC, BD y CD son la que fueron rechazadas en la prueba de hipótesis, es decir, las que influyen de alguna manera en el agotamiento. Las siguientes figuras muestran de forma gráfica en qué grado se presentan las diferencias.

5.3.1.3.2 Diagrama de Efectos Principales.

Este diagrama nos permite concluir para cada uno de los efectos principales. Nos da una idea del nivel óptimo en el que deben

ser utilizados estos, pero no toma en cuenta las interacciones entre ellos.

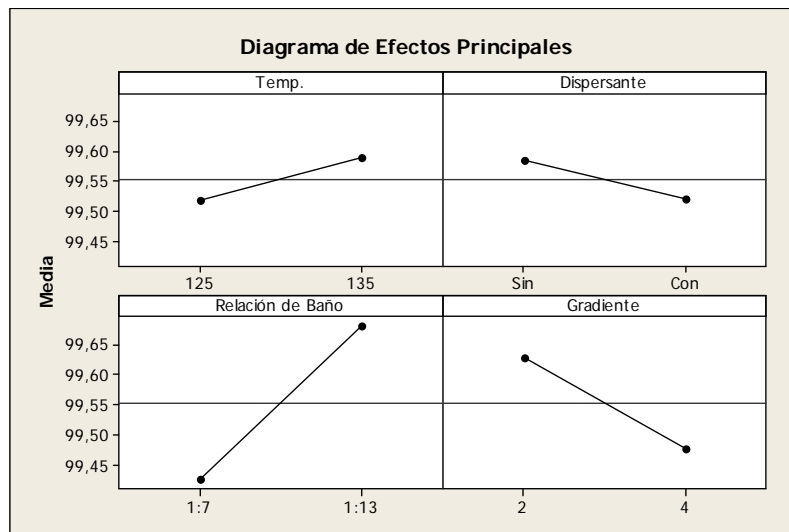


Figura 5.4 Diagrama de Efectos Principales

En el caso de la temperatura, se observa que se consigue un mayor agotamiento alcanzando una temperatura de 135°C. La diferencia entre los resultados de las dos temperaturas es relativamente pequeña.

La siguiente gráfica nos muestra que se consigue un mayor agotamiento sin la presencia de un dispersante en el baño de tinte.

La relación de baño es la que mayor diferencia muestra entre uno y otro nivel. Se observa que utilizando una relación de baño de 1:13 se consigue un agotamiento significativamente diferente que cuando se utiliza la relación 1:7. Se puede confirmar lo concluido en la gráfica de probabilidad normal de efectos estandarizados, donde se dijo que el factor C es más significativo.

Para el factor D, utilizar un gradiente de 2°C/min presenta un mayor agotamiento.

5.3.1.3.3 Diagrama de Efectos por Interacciones Dobles Dobles

Con esta gráfica podemos concluir para la interacción que tiene cada uno de los factores principales con los demás factores.

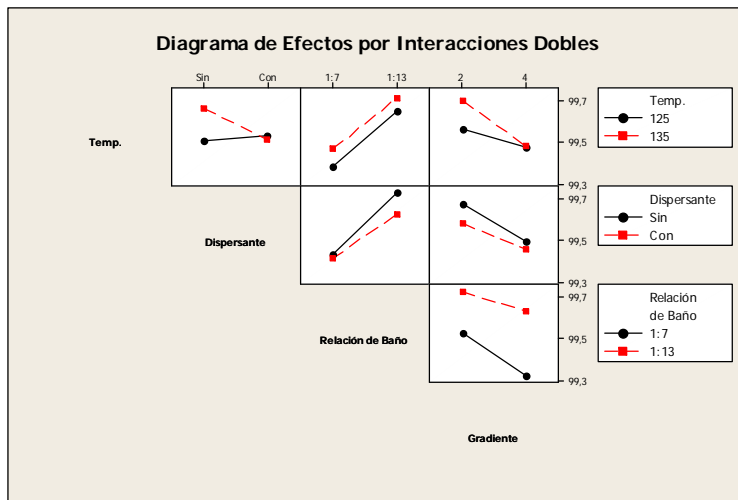


Figura 5.5 Diagrama de Efectos por Interacciones Dobles.

En el caso de la interacción AB (temperatura-dispersante), se observa que el mayor agotamiento se logra combinando una temperatura de 135°C y un baño sin dispersante. El cruce de las líneas significa que hay interacción entre estos factores.

La combinación AC (temperatura-relación de baño) logra el mayor agotamiento cuando se alcanza una temperatura de 135°C y una relación de baño de 1:13. Sin embargo, si únicamente se alcanzaran 125°C y se mantiene la misma relación de baño, se logra un agotamiento muy parecido al óptimo.

La interacción entre la temperatura y el gradiente logra el mayor agotamiento combinando una temperatura de 135°C y un

gradiente de 2°C por minuto. También se observa que existe una interacción entre los tratamientos.

Con la interacción BC (dispersante-relación de baño), se logra el mayor agotamiento combinando un baño sin dispersante y una relación de baño de 1:13. El cruce de las líneas confirma la interacción existente entre ambos factores.

La combinación del dispersante y el gradiente produce un mayor agotamiento si se utiliza para la tintura un baño sin dispersante y se deja aumentar la temperatura con un gradiente de 2°C/min.

Por último, la combinación entre la relación de baño y el gradiente produce el mayor agotamiento cuando se utiliza una relación de baño de 1:13 y un gradiente de 2°C/min.

5.3.1.3.4 Diagrama de Cubo.

El diagrama de Cubo es el que nos permite observar el resultado de todas las interacciones que están presentes en el experimento.

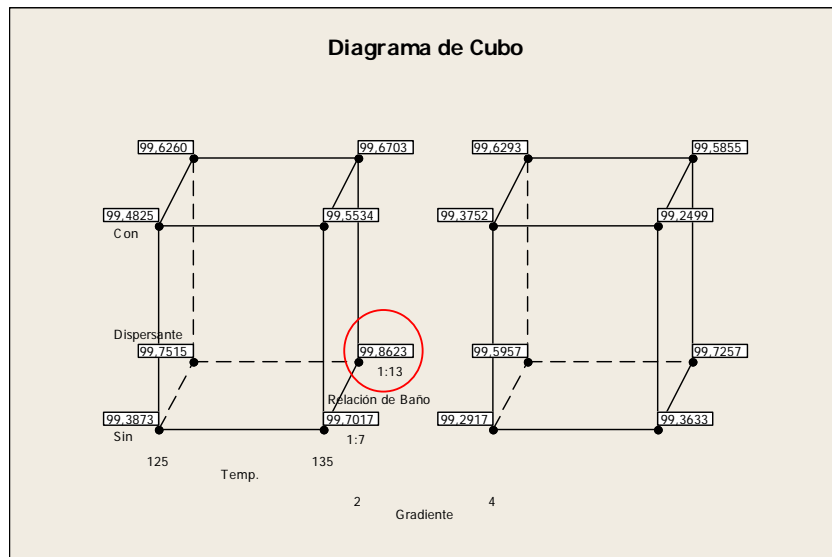


Figura 5.6 Diagrama de Cubo

Como se observa en el diagrama, el máximo agotamiento que se alcanza es de 99.8623%, que corresponde a la combinación de la temperatura en 135°C, sin dispersante, una relación de baño de 1:13 y un gradiente de 2°C/min.

5.3.1.3.5 Diagrama de Cajas.

El diagrama de cajas nos da la opción de realizar un análisis de datos mediante gráficas que muestran como están distribuidos los datos. En estas gráficas se analiza por separado la dispersión de cada factor, así como la dispersión presente en cada una de las réplicas. Sirve para confirmar lo concluido en las gráficas anteriores.

Para realizar el diagrama se grafica la media y se unen el primer y el tercer cuartil, formando la caja. La distancia entre los cuartiles muestra la dispersión de los datos.

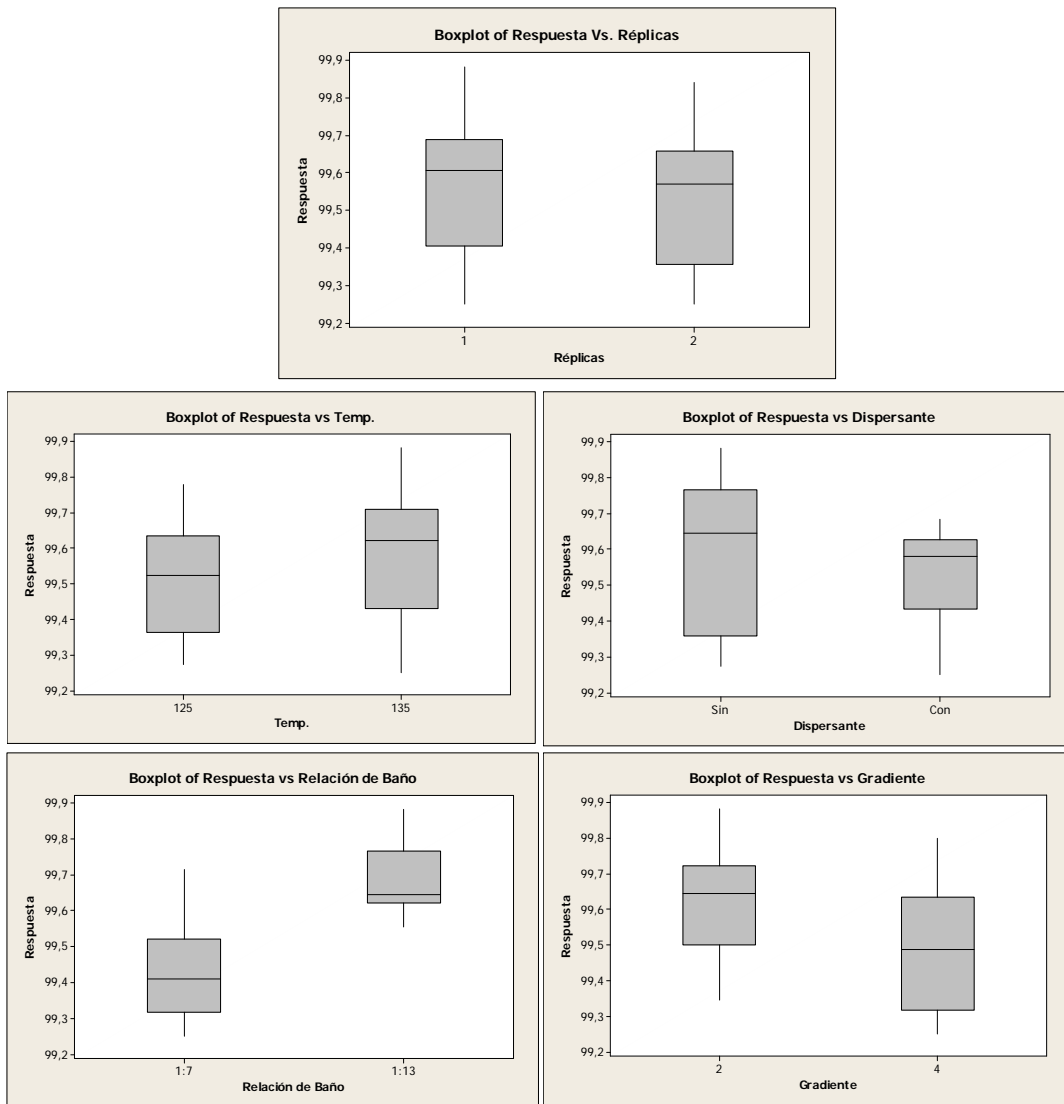


Figura 5.7 Diagrama de Cajas.

El primer diagrama muestra la dispersión de las réplicas. Como se puede observar, ambas réplicas presentan una media muy parecida, por lo que se puede decir que no hay efecto debido a las réplicas.

De las cuatro gráficas siguientes, únicamente el tratamiento dispersante presenta una diferencia en la dispersión. Se observa que

sin el uso de dispersante se puede presentar una mayor variabilidad en la variable de respuesta.

5.3.1.3.6 Diagrama de Dispersión.

Estos diagramas también muestran la variabilidad de los datos. Nos sirven para corroborar lo obtenido por los diagramas de caja. En este diagrama se grafican los puntos de los factores y la media para cada uno. Se puede observar con facilidad que tan cercanos y distanciados están cada uno de los puntos, así como su separación de la media de cada factor.

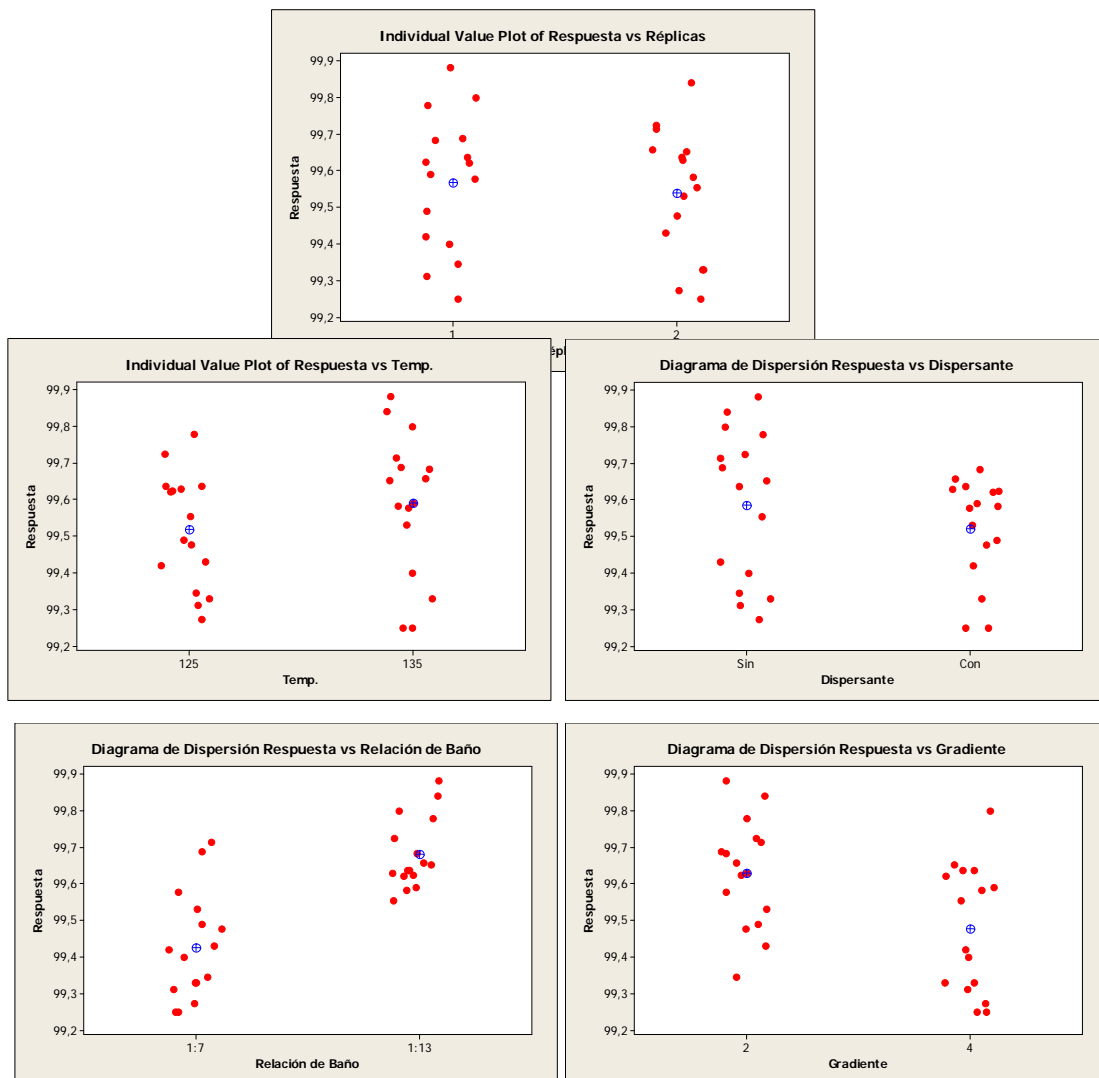


Figura 5.8 Diagramas de Dispersión.

Con estas gráficas se corroboró lo visto en los diagramas de cajas, por lo que se puede concluir lo mismo en ambos diagramas.

No es necesario agregar superficies de respuesta, debido a que hay factores que son categóricos.

5.3.2 Verificación de Supuestos.

Es necesario verificar ciertos supuestos para tener la seguridad de que los resultados arrojados por el análisis son correctos. Los supuestos del modelo utilizados son:

- El error e_{ij} tiene una distribución normal $e_{ij} \sim N(0, \sigma_e^2)$
- El error e_{ij} es independiente de cualquier otro tipo de error.
- La varianza σ_e^2 es la misma para todos los tratamientos.

5.3.2.1 Prueba de Normalidad de los errores

Se utilizó la prueba Anderson–Darling para la verificación de este supuesto. Esta prueba, grafica los residuales arrojados en el análisis y los ajusta a una línea recta. Si los datos se ajustan a la línea se puede afirmar que el error es normal.

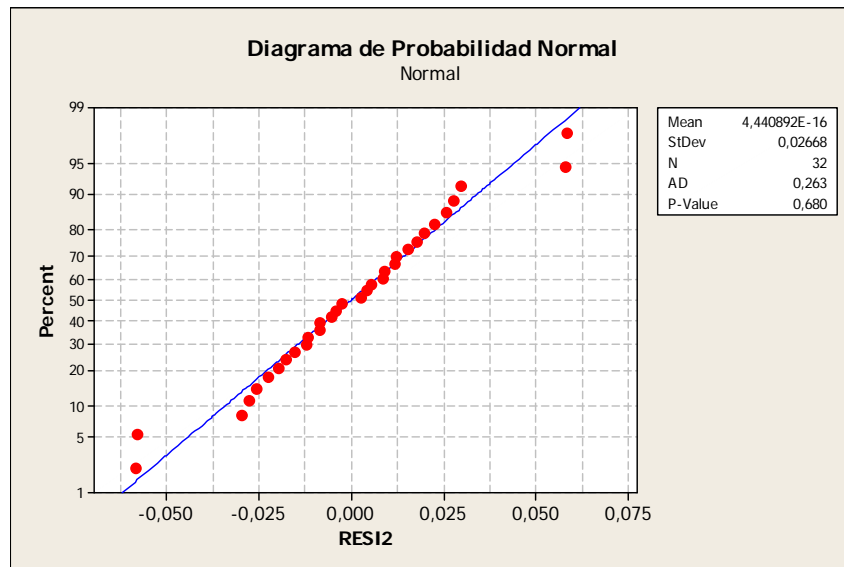


Figura 5.9 Diagrama de Probabilidad para Residuales.

De acuerdo a la gráfica, podemos observar que los datos se distribuyen a lo largo de una línea recta, por lo que podemos decir que se sigue una distribución normal. También se puede **afirmar la normalidad** debido a que $p\text{-value} > \alpha$.

5.3.2.2 Prueba de Independencia de los errores

La independencia de los errores se muestra gráficamente mediante una gráfica que compara los residuales con respecto al tiempo. Es importante que los datos se alimenten en el orden en que fueron tomados. En este diagrama se revisa que no se presente ningún patrón en la distribución de los datos, de lo contrario se concluiría que existen errores sistemáticos que se deben eliminar para realizar el análisis.

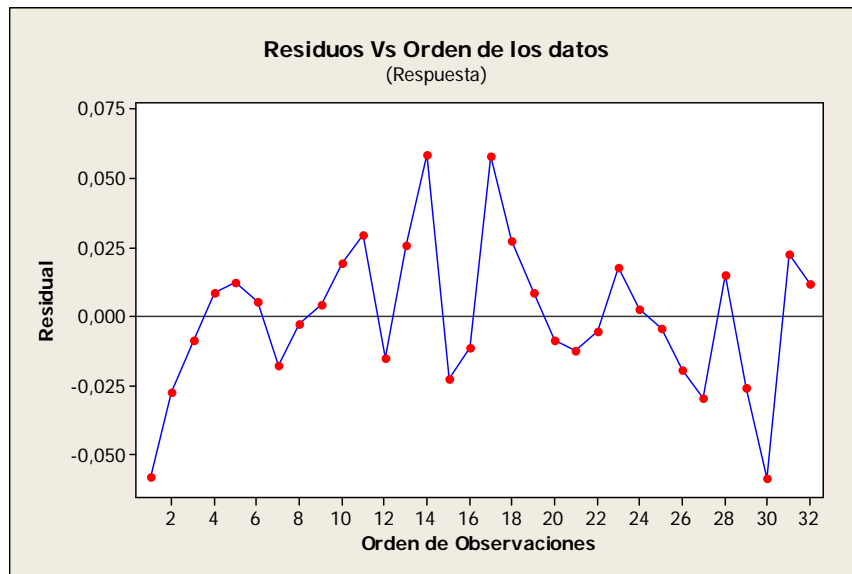


Figura 5.10 Diagrama de Residuales Vs. Orden de los datos.

Se puede observar que los datos se encuentran distribuidos aleatoriamente y que no siguen ningún patrón definido, por lo que podemos afirmar que los errores **son independientes** entre sí.

Otra forma de corroborar la independencia, es mediante una prueba de rachas, para comprobar que no haya patrones definidos.

Prueba de hipótesis:

Ho: Los datos están en orden aleatorio.

Ha: Los datos no están en orden aleatorio.

Runs test for RESI2

Runs above and below $K = 4.443603E-16$

The observed number of runs = 14

The expected number of runs = 17

16 observations above K, 16 below

P-value = 0.281

P-value > α , por lo tanto se acepta la hipótesis nula, es decir, se puede afirmar que los datos fueron tomados en orden aleatorio, lo que asegura la **independencia**.

5.3.2.3 Prueba de Igualdad de Varianzas

Al igual que la gráfica anterior, en la prueba de igualdad de Varianzas se trata de comprobar que no existe un patrón en los valores predichos como agotamientos. Los puntos deben estar dispersos alrededor del 0 en los residuales.

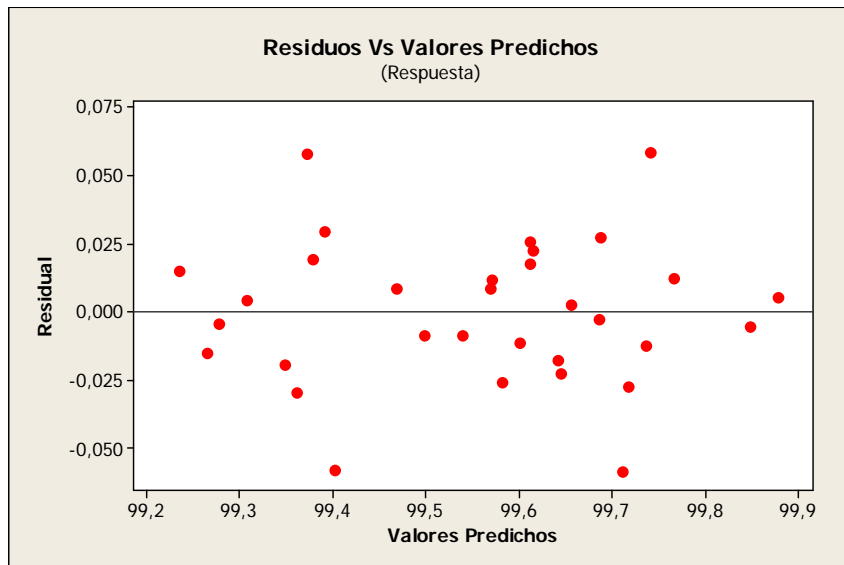


Figura 5.11 Grafica de Residuales Vs. Valores Predichos

De acuerdo a esta gráfica, podemos observar que no existe un patrón definido en los puntos y se encuentran distribuidos alrededor del cero, por lo que se puede concluir que las **varianzas son iguales** para todos los tratamientos.