

Diseño de Experimentos aplicado a la fabricación de materiales Cerámicos Base Alúmina Evaluando M.O.R

A. Graus, H.N. Alvarez Villar, V. Fierro, R. Topolevsky

Dto. Ciencia y Técnica de los Materiales, CITEFA
Zufriategui 4380, (1603) Villa Martelli, Pcia. Buenos Aires.-Argentina
e-mail: Material@citefa.edu.ar

Se condujo un diseño factorial fraccionario 2^{6-2}_{IV} con el objetivo de determinar que factores son significativos para el proceso de fabricación de materiales cerámicos base alúmina. Las probetas fueron obtenidas por el método de sinterización con presencia de fase líquida. La respuesta evaluada es el módulo a la rotura en flexión de tres puntos. Interesa comparar los resultados obtenidos en otros experimentos donde se utilizó la densidad como índice de la calidad del sinterizado. Con los mismos datos se aplicó la Técnica de Taguchi con el fin de encontrar el mejor tratamiento con mínima dispersión.

INTRODUCCIÓN

Se planifica un diseño factorial fraccionario 2^{6-2}_{IV} o sea a dos niveles, se investigan seis factores y se hace un cuarto del factorial completo. Es un diseño de resolución IV [1] o sea no se confunden factores entre sí. La respuesta que se quiere evaluar es el Módulo a la Rotura en tres puntos, es decir se quiere estudiar como influyen

los parámetros de fabricación en dicha respuesta; más específicamente se quiere averiguar cual es la mejor combinación de todos los tratamientos posibles generados con seis factores distintos del proceso de fabricación de la alúmina que de mejor respuesta. Cada factor se estudiará a dos niveles. Las variables y los niveles a estudiar son:

• Temperatura de sinterizado (T)	1550° C	1600° C
• Tiempo de sinterizado (t)	2hs	4hs
• Presión en el prensado (P)	1.5t/cm ²	2.2t/cm ²
• Liga cerámica (L)	7%	10%
• Tiempo de molienda de la materia prima (M)	24hs	48hs
• % material orgánico (A)	20 cm ³ / kg	40 cm ³ / kg

Ensayos

Las mediciones se realizaron en una máquina de ensayos MTS 810. Se siguió la norma MIL-STD-1942A (1990) que se aplica a la medición de Módulo de Rotura a la flexión en cerámicos de alta performance a temperatura ambiente [2]. Se trabajó con probetas tamaño B, prismáticas, de 3 mm x 4 mm x 45 (mínimo) mm y en flexión de tres puntos. La preparación de las probetas fue hecha siguiendo el procedimiento estándar. Se considera que las especificaciones de la norma respecto de los tamaños de probeta y los requerimientos de ensayo están especificados de manera que se minimizan los errores experimentales. Las

mediciones están fuertemente afectadas por los parámetros del ensayo como ser velocidad de carga, dimensiones y preparación de las probetas.

Diseño

Las interacciones que se desean evaluar son:

T x t, T x L, M x T, t x L, P x A, M x t, M x L.

Se puede demostrar que no hay un diseño en el cual no se confunda ninguna de estas interacciones entre sí, por lo menos se confunden dos de ellas [3].

El diseño que utilizará está generado por los siguientes identidades [4]:

$$\begin{aligned} I &= TLPM \\ I &= AMPt \\ I &= TALt \end{aligned} \quad (1)$$

$$\begin{aligned} L &= TxPxM = TxAxt & LxT &= PxM = Axt \\ t &= AxMxP = TxAxL & LxT &= TxA \\ T &= AxLxt = LxPxM & TxP &= LxM \\ P &= TxLxM = AxMxt & A &= MxPxt = TxLxt \\ M &= LxTxP = AxPxt \end{aligned}$$

que surgen de las dos asignaciones: M = TLP y A = Mft. La estructura de los alias, que está dada por los generadores, es:

$$\begin{aligned} TxP &= LxM \\ LxtxP &= TtxtM = TxAxP = AxMxL \\ Mxt &= AxP \end{aligned}$$

En este caso se confunden las interacciones de interés Mxt y AxP. Como se observa no se confunden factores entre sí, ni interacciones de primer orden entre sí. Sí se confunden interacciones de primer orden entre ellas. El diseño puede observarse en las tablas 1 y 2.

Se repitió cuatro veces cada tratamiento. En la tabla 1 también aparecen los promedios obtenidos en cada tratamiento, los efectos de cada factor, la suma de cuadrados utilizada para determinar que factores son significativos. En la tabla 2 se evalúan las interacciones.

Para determinar que factores son significativos se utilizó el análisis de varianza (ANOVA) [5] para efectos fijos. Los factores e interacciones significativos (con un nivel de confianza al 90%) con sus niveles óptimos son: t+, T+, TxM+, Axm-, M-

						Tratamiento	Promedio (MPa)		
-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	184,25		
1	-1	-1	-1	1	1	2	159		
-1	1	-1	-1	1	-1	3	214,5		
1	1	-1	-1	-1	1	4	200,75		
-1	-1	1	-1	1	1	5	202,25		
1	-1	1	-1	-1	-1	6	203,75		
-1	1	1	-1	-1	1	7	218,75		
1	1	1	-1	1	-1	8	223,75		
-1	-1	-1	1	-1	1	9	140,25		
1	-1	-1	1	1	-1	10	212,75		
-1	1	-1	1	1	1	11	181		
1	1	-1	1	-1	-1	12	219		
-1	-1	1	1	1	-1	13	225,75		
1	-1	1	1	-1	1	14	211		
-1	1	1	1	-1	-1	15	222,75		
1	1	1	1	1	1	16	212,75		
							202,015625		GMean
3,328125	9,640625	13,078125	1,140625	1,953125	-11,296875	EFFECTOS			
708,890625	5948,26563	10946,3906	83,265625	244,140625	8167,640625	CUADRADOS			
0,99254112	8,24445319	15,1719864	0,11540835	0,33838535	11,32056553	F	75308,98438		SST
	SIGNF	SIGNF		SIGNF		Fc=2.84	34631,375		SSE
							721,4869792		MSE

TABLA 1 : Análisis de los factores

La interpretación de estos resultados es la siguiente:

- 1) Los factores tiempo y temperatura son los preponderantes en el proceso de sinterizado.
- 2) Todas las probetas fueron fabricadas con una mezcla de alúmina molida con alúmina sin

moler (para mejorar el empaquetamiento). El aumento del tiempo de molienda tiene un efecto negativo sugiriendo que la misma sobredimensiona la cantidad de granos finos.

- 3) El término de interacción TxM estaría indicando no linealidades en esta correlación.

4) El término de interacción AxM negativo puede estar asociado a la distribución de

tamaño y cantidad de poros.

Ed	Lx	TxM	Tx	AxM	LxM	PxA	Treatmento	Prom(MPa)	
1	1	1	1	1	1	1	1	184,25	
-1	-1	-1	1	1	1	-1	2	159	
-1	1	1	-1	-1	1	-1	3	214,5	
1	-1	-1	-1	-1	1	1	4	200,75	
1	1	1	-1	1	-1	-1	5	202,25	
-1	1	-1	-1	1	-1	1	6	203,75	
-1	-1	1	1	-1	-1	1	7	218,75	
1	1	-1	1	-1	-1	-1	8	223,75	
1	1	1	1	1	-1	-1	9	140,25	
-1	-1	1	1	1	-1	1	10	212,75	
-1	1	-1	-1	-1	-1	1	11	181	
1	-1	1	-1	-1	-1	-1	12	219	
1	-1	-1	-1	1	1	1	13	225,75	
-1	1	1	-1	1	1	-1	14	211	
-1	-1	-1	1	-1	1	-1	15	222,75	
1	1	1	1	-1	1	1	16	212,75	
								202,015625	GMean
-0,921875	-5,609375	7,390625	-5,234375	-9,640625	1,828125	2,953125	EFFECTOS		
54,360625	2013,76563	3495,76563	1753,51563	5948,26563	213,890625	558,140625	S.CUADR		
0,07538694	2,79113232	4,84522344	2,43041895	8,24445319	0,29645805	0,77359764	F	75308,9844	SST
		SIGNF		SIGNF			Fc=2.84	34631,375	SSE
								721,486979	MSE

TABLA 2: Efectos de las interacciones

Con los signos de los efectos se estima cual es el mejor tratamiento y con los respectivos valores se estima la media:

$$\mu_{t=1, T=1, A=1 M=-1} = \mu + t_1 + T_1 + M_1 + TxM_{1,-1} + AxM_{1,-1} \quad (2)$$

$$\mu_{t=1, T=1, A=1 M=-1} = 238 \text{ MPa} \quad (3)$$

donde μ es el promedio de todos los tratamientos
El mejor tratamiento es:

$$t = 4h, T = 1600^\circ\text{C}, M = 24h, A = 40\text{cm}^3/\text{kg}. \quad (4)$$

También se aplicó con los mismos datos la técnica de Taguchi con la señal SN_{HB} para cada tratamiento y se analizó dicha señal como respuesta. Para estimar el error se ejecutó el Pooling Up [6] (Sumando hacia arriba) Los factores significativos con sus respectivos niveles

Luego el tratamiento buscado es:

$$L = 10\% t = 4h T = 1600^\circ\text{C} M = 24h A = 40\text{cm}^3/\text{kg}. \quad (5)$$

Experimento de Confirmación

Se realizó un experimento bajo las condiciones (5), para confirmar las predicciones. Se fabricaron 23 probetas y se las ensayó, obteniendo los siguientes resultados (se descartaron los dos resultados más altos y los dos más bajos).

$$\bar{X} = 248 \text{ MPa}$$

$$S = 17 \text{ MPa}$$

$$S_{\bar{X}} = \frac{17}{\sqrt{19}} \text{ MPa} = 3.9 \text{ MPa}$$

son: $t+$, $T+$, $TxM+$, $AxM-$, $M-$ (los mismos con idénticos niveles que para la media como respuesta) $L+$, $LxT-$, $Txt-$. El único factor para parametrizar la varianza y que no afecte a la media es L.

donde \bar{X} es el promedio de los valores obtenidos en el experimento de confirmación. El intervalo de confianza, con un nivel de significación de 95%, para la media del tratamiento es [240 MPa, 256 MPa]. Notar que nuestra estimación (3) con el experimento factorial fraccionario es bastante buena a pesar que el intervalo esté situado un poco a la derecha. En el caso que ésta no lo hubiese sido se debe replantear todo el diseño ya que algún factor o interacción confundido y supuesto no significativo lo es afectando las conclusiones;

pero si el experimento es cuidadosamente planeado de un principio esto es poco probable

CONCLUSIONES

El diseño de experimentos es una técnica apta para el diseño de materiales a partir de los procesos de manufactura de éstos, especialmente cuando se tienen limitaciones tecnológicas en los equipos y/o procesos. Permite encontrar la mejor combinación de niveles de los parámetros del proceso, con la cantidad mínima de experimentación. Es útil trabajar directamente con las respuestas de interés del material de acuerdo a la especificación que se quiera alcanzar. El error que se cometa al medir está incluido en la variación de los resultados intrínsecos al proceso. Es claro que si el error (ya sea de medición o por la presencia de factores no controlados) es más grande que la variación debido a los factores evaluados durante el experimento, entonces ningún factor sería significativo. Si comparamos los resultados con los obtenidos en "Diseño de Experimentos Aplicado a Procesos de Manufactura de Materiales Cerámicos " [7] donde se analiza la densidad como respuesta da la liga como factor más significativo; a los niveles que trabajamos la liga influye en la densidad final del producto, pero no en sus propiedades mecánicas.

que pase.

REFERENCIAS

- [1] Montgomery D. "Diseño y Análisis de Experimentos", Grupo Editorial Iberoamérica, 1991.
- [2] MIL-STD-1942A, 1990
- [3] Graus A. "De cómo asignar columnas en un diseño factorial fraccionario", Presentación Mural, Reunión de la AFA Tandil, 1996
- [4] Box G., Hunter W., Hunter S. "Estadística para investigadores", Editorial Reverté, 1989.
- [5] Devore J. "Probability and Statistics for Engineering and Science", Brooks Cole Publisher Co. 1982.
- [6] Ross P. "Taguchi Technics for Quality Engineering" Mc. Graw Hill 1987
- [7] Alvarez Villar H. N., Graus A. Padula J. Topolevsky R. "Diseño de Experimentos Aplicado a Procesos de Manufactura de Materiales Cerámicos" Anales de la Asociación Química Argentina, 1996 (en imprenta)