

UCUENCA

Universidad de Cuenca

Facultad de Ciencias Químicas

Carrera de Ingeniería Química

Determinación de análisis de influencia y posibilidad de empleo de minerales no metálicos nacionales en la formulación de esmaltes cerámicos

Trabajo de titulación previo a la obtención del título de Ingeniero Químico


Autores:

Sonia Anabel Esparza Quizhpi

Fausto Andrés Pacheco Gutiérrez

Director:

Sandra Catalina Peñaherrera Palacios

ORCID:  0000-0002-1054-4605

Cuenca, Ecuador

2024-01-30

Resumen

El presente trabajo de titulación plantea la investigación del análisis de la influencia de diferentes minerales no metálicos de origen nacional, con el objetivo de adicionar estos materiales a un esmalte base utilizado por una empresa cerámica productora de baldosas de la ciudad de Cuenca.

El estudio consta de tres etapas. En la primera, se determinaron las características físicas de las materias primas, que funcionaron como factores en el diseño experimental, identificando el material A1 como una arcilla ball clay y los materiales A2 y A3 posiblemente como caolines, mientras que, los materiales F1 y F2 presentaron alto contenido de cuarzos y feldspatos.

La segunda etapa se basó en evaluar la influencia conjunta de las materias primas en un esmalte cerámico mediante un diseño experimental factorial 2^k , utilizando el diámetro de fundencia, densidad y brillo como variables de salida.

La tercera etapa analizó la posibilidad de sustituir materiales importados o comprados a terceros, utilizando un análisis estadístico ANOVA. Se determinó que las variables de fundencia y densidad no mostraron diferencias estadísticamente significativas, mientras que el brillo varió en relación con los materiales A2 y A3. En resumen, los materiales adicionados no influyeron significativamente en el esmalte base, siendo la única consideración la influencia de los materiales A2 y A3 para un brillo específico.

Palabras clave: materiales cerámicos, análisis físicos, análisis estadístico, aditivo



El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Cuenca ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por la propiedad intelectual y los derechos de autor.

Repositorio Institucional: <https://dspace.ucuenca.edu.ec/>

Abstract

The present degree work proposes the investigation of the analysis of the influence of different non-metallic minerals of national origin, with the objective of adding these materials to a base glaze used by a ceramic tile manufacturing company in the city of Cuenca.

The study consisted of three stages. In the first, the physical characteristics of the raw materials were determined, which functioned as factors in the experimental design, identifying material A1 as a ball clay and materials A2 and A3 possibly as kaolins, while materials F1 and F2 had a high content of quartz and feldspars.

The second stage was based on evaluating the joint influence of the raw materials in a ceramic glaze by means of a 2k factorial experimental design, using melting diameter, density and gloss as output variables.

The third stage analyzed the possibility of substituting imported or purchased materials using ANOVA statistical analysis. It was determined that the flux and density variables did not show statistically significant differences, while brightness varied in relation to A2 and A3 materials. In summary, the added materials did not significantly influence the base glaze, the only consideration being the influence of A2 and A3 materials for a specific gloss.

Keywords: ceramic materials, physical analysis, statistical analysis, additive



The content of this work corresponds to the right of expression of the authors and does not compromise the institutional thinking of the University of Cuenca, nor does it release its responsibility before third parties. The authors assume responsibility for the intellectual property and copyrights.

Institutional Repository: <https://dspace.ucuenca.edu.ec/>

Índice de contenido

Introducción	12
Objetivos.....	14
Objetivo General:	14
Objetivos Específicos:	14
Capítulo I	15
1. Marco teórico.....	15
1.1. Esmaltes cerámicos	15
1.1.1. Generalidades:	15
1.1.2. Definición:	15
1.1.3. Tipos de los esmaltes cerámicos:.....	16
1.1.4. Composición de un esmalte:	17
1.1.5. Dosificación de un esmalte cerámico:	21
1.1.6. Proceso de fabricación de esmaltes cerámicos a base de frita:.....	22
1.1.7. Características de los esmaltes cerámicos:.....	23
1.1.8. Propiedades de caracterización para materiales cerámicos:	25
1.2. Diseño experimental	28
1.2.1. Definición:	28
1.2.2. Ventajas del diseño experimental:.....	29
1.2.3. Diseño factorial a dos niveles y “k” factores:.....	29
1.3. Análisis estadístico ANOVA.....	31
1.3.1. ANOVA del diseño factorial 2^k :.....	31
1.3.2. Validación de hipótesis:.....	33
1.3.3. Verificación de supuestos:.....	33
1.3.4. ¿Cómo decidir cuáles efectos enviar al error?.....	33
1.3.5. Gráfico de efectos en papel normal y diagrama de pareto de efectos:	34
1.3.6. Criterios adicionales:	34
1.3.7. Colapso o proyección del diseño:.....	35
Capítulo II	36
2. Metodología	36
2.1. Muestreo de materias primas:.....	36

2.2.	Preparación de materias primas:	37
2.3.	Pruebas preliminares de defloculación de las materias primas:	39
2.4.	Pruebas de preliminares de la frita:.....	42
2.5.	Pruebas de caracterización de materias primas:.....	47
2.6.	Definición de variables para el diseño experimental:.....	56
2.9.	Obtención de variables de respuesta:.....	61
2.10.	Tratamiento de resultados:.....	61
2.11.	Construcción de ANOVA:.....	61
2.12.	Criterio de selección de factores significativos:.....	62
Capítulo III	63
3.	Resultados y Discusiones	63
3.1.	Curvas de defloculación de las materias primas:	63
3.2.	Análisis de fritas:.....	65
3.3.	Caracterización de materias primas:.....	66
3.4.	Planteamiento del diseño experimental:.....	73
3.5.	ANOVA variable de salida brillo:	75
3.5.	ANOVA variable de salida fundencia:	82
3.6.	ANOVA variable densidad:	89
Capitulo IV	97
4.	Conclusiones y Recomendaciones.....	97
4.1.	Conclusiones:	97
4.2.	Recomendaciones:	98
Referencias	100
Anexos	106

Índice de figuras

Figura 1. Tabla de signos del diseño factorial 2^k .	31
Figura 2. Tabla de ANOVA para el DCA.	33
Figura 3. Triturador de rodillos.	38
Figura 4. Estufa.	39
Figura 5. Copa Ford N°4.	41
Figura 6. Trineo empleado para la elaboración de franjas.	43
Figura 7. Picnómetro.	45
Figura 8. Calibrador Vernier.	46
Figura 9. Glossmeter (Brillómetro).	46
Figura 10. Placas prensadas y crudas.	49
Figura 11. Placas sometidas a cocción.	50
Figura 12. Equipo para la determinación del módulo de rotura (Xiang Tan Instrument and Apparatus Co / PSK-500).	52
Figura 13. Densímetro DDA/2 (SASSUOLOLAB).	53
Figura 14. Placas sometidas a cocción a altas temperaturas.	54
Figura 15. Placas sometidas a cocción a bajas temperaturas.	54
Figura 16. Método de absorción.	56
Figura 17. Molino de bolas.	58
Figura 18. Probetas de ensayo.	60
Figura 19. Probetas después de la cocción.	60
Figura 20. Curvas de defloculación de minerales no metálicos.	64
Figura 21. Análisis de Fritas.	65
Figura 22. Relación absorción - contracción material A1 distintas temperaturas.	67
Figura 23. Relación absorción - contracción material A2 distintas temperaturas.	68
Figura 24. Relación absorción - contracción material A3 distintas temperaturas.	69
Figura 25. Relación absorción - contracción material F1 distintas temperaturas.	70
Figura 26. Relación absorción - contracción material F2 distintas temperaturas.	72
Figura 27. Gráfica normal de efectos estandarizados variable brillo.	77
Figura 28. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados variable brillo.	77
Figura 29. Gráfica normal de efectos estandarizados, colapsación de diseño variable brillo.	79
Figura 30. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados, colapsación de diseño variable brillo.	80
Figura 31. Efectos principales colapsación de diseño variable brillo.	81
Figura 32. Interacción colapsación de diseño variable brillo.	81
Figura 33. Gráfica normal de efectos estandarizados variable fundencia.	83
Figura 34. Diagrama de Pareto variable fundencia.	84
Figura 35. Grafica normal de efectos estandarizados ANOVA colapsado Diámetro.	86
Figura 36. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados ANOVA colapsado diámetro.	86
Figura 37. Gráficos factoriales de efectos principales para fundencia.	87
Figura 38. Interacciones dobles colapsación de diseño variable fundencia.	88
Figura 39. Gráfico de papel normal de efectos estandarizados variable de salida Densidad.	90

Figura 40. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados variable Densidad	91
Figura 41. Grafica normal de efectos estandarizados ANOVA colapsado Densidad.	93
Figura 42. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados ANOVA colapsado Densidad.....	94
Figura 43. Efectos principales factoriales variable de salida densidad.	95
Figura 44. Graficas factoriales para interacciones de segundo orden variable densidad.....	95

Índice de tablas

Tabla 1. Propiedades del esmalte cerámico.	24
Tabla 2. Codificación de Fritas analizadas.....	42
Tabla 3. Tiempo de molienda en minutos.	48
Tabla 4. Temperaturas de trabajo de las líneas 1 y 4.	50
Tabla 5. Resultados porcentaje de defloculante óptimo aproximado.	65
Tabla 6. Resultados fundencia de fritas.....	66
Tabla 7. Niveles de diseño "Alto" y "Bajo" o "+1" y "-1".....	73
Tabla 8. Matriz de diseño 2^k	74
Tabla 9. Resumen del modelo variable brillo.	75
Tabla 10. Resumen del modelo, colapsación de diseño variable brillo.	78
Tabla 11. Resumen del modelo variable fundencia.....	82
Tabla 12. Resumen del modelo, colapsación de diseño variable fundencia.....	85
Tabla 13. Resumen del modelo preliminar variable densidad.	89
Tabla 14. Resumen del modelo, colapsación de diseño variable densidad.....	92

Agradecimientos

Dejamos constancia de nuestra imperecedera gratitud a la Universidad de Cuenca, en especial a las autoridades de la Facultad de Ciencias Químicas, Dr. Fausto Zaruma Torres y a nuestra Subdecana Ing. María Dolores Tonón.

Agradecemos también a la empresa Italpisos, al Gerente de Producción Ing. Miguel Ortiz, por haber autorizado la colaboración bilateral y uso del laboratorio de análisis de la empresa.

De manera muy especial agradecemos al Ing. Augusto Rodas bajo cuya dirección se culminó el desarrollo del presente trabajo, constituyéndose un pilar fundamental para esta investigación.

Agradecemos al Ing. Diego Muñoz por ser un apoyo y soporte en el desarrollo de los experimentos y guía en el desarrollo del tema.

A la Ing. Catalina Peñaherrera deseamos expresarle un profundo agradecimiento por su constante colaboración y el apoyo incondicional que nos brindó a lo largo de la realización de este trabajo de graduación.

Sonia y Fausto

Dedicatoria

A mis queridos padres: Lucas y Rosa

Que con su inmenso trabajo y esfuerzo me han apoyado incondicionalmente a lo largo de este arduo camino académico. Los cuales me enseñaron que a pesar de las dificultades todos los sueños se pueden cumplir. Su dedicación, amor y sacrificio han sido la luz que me guio en los momentos más oscuros. Sin ustedes, este logro no sería posible.

A mi adorable hermana: Marithza

Compañera de aventuras, mejor amiga, confidente y en algunas ocasiones mi madre, gracias por tu inquebrantable apoyo y comprensión, tu presencia constante ha hecho que este viaje sea más llevadero y significativo, gracias por alentarme a dar lo mejor de mí en cada paso que he dado, por ser mi guía e inspiración, por ser la persona más importante en mi vida y ser el pilar fundamental de ella. Agradezco tu habilidad para mostrarme la belleza de la vida, tu constante apoyo para evitar que caiga y tu disposición para secar mis lágrimas cuando sentía que no podía continuar. Eres un tesoro en mi vida, y no puedo imaginarla sin ti.

A mi querido hermano: Edison

Quiero expresar mi más profundo agradecimiento y amor hacia ti. Tu presencia ha sido un regalo valioso en mi vida. Gracias por ser parte de mi vida.

A mis fieles mascotas: Peekaboo, Prince y Berni

Cuyas travesuras y lealtad han llenado mi vida de alegría y consuelo. Vuestra presencia silenciosa, pero reconfortante, ha sido un bálsamo para el estrés y la soledad. Agradezco especialmente a Peekaboo por desvelarse a lo largo de esta travesía, por ser paciente y soportar mis cambios de humor, gracias por esperar.

A mis amigos

Quienes compartieron risas, lágrimas y momentos de desafío a lo largo de este recorrido. Estoy agradecida por cada conversación inspiradora y cada gesto de apoyo.

Esta tesis es un reflejo de todo lo que he aprendido gracias a su amor y guía. Gracias por ser mis faros en los momentos oscuros y por alentar mis sueños. Este logro es tanto suyo como mío, y espero que esta dedicatoria sea una pequeña muestra de mi eterna gratitud.

Sonia

Dedicatoria

Este logro es dedicado en primera instancia a mí mismo por el esfuerzo involucrado en esta etapa de mi vida, segundo a mis padres por el apoyo incondicional durante mis años de estudio, que me han permitido estar en el lugar que estoy, con los conocimientos que tengo. Adicionalmente, un agradecimiento a todas las personas que han estado a mi lado durante este camino, familiares, amigos y compañeros. Agradezco de la misma manera a los profesores que han sido capaces de compartir su conocimiento conmigo de la misma forma que las personas que han sido apoyo para el desarrollo de este proyecto.

Gracias por el tiempo dado.

Fausto

Introducción

La industria cerámica, en su constante búsqueda de eficiencia y sostenibilidad, se enfrenta a desafíos significativos relacionados con la formulación de esmaltes. Betancourt et al. (2018), reconocen la importancia crucial de los esmaltes cerámicos en la creación de piezas estéticas y duraderas, aportando propiedades esenciales como color, durabilidad, impermeabilidad y resistencia. La composición industrial de esmaltes cerámicos se basa en la mezcla de frita y aditivos como arcillas y estabilizadores. Para reducir costos, se introduce arcilla como vehículo suspensionante, sílice como formador de vidrio y feldespatos como fundentes, los cuales son obtenidos de cantera, evitando el uso directo de estos materiales previamente procesados.

En este contexto, el presente trabajo de titulación se centra en la investigación y análisis de la influencia de cinco diferentes materiales no metálicos de origen nacional, con el propósito de sustituir parcialmente la frita comprada a terceros y aditivos importados e integrarlos a un esmalte base utilizado por una empresa cerámica especializada en la producción de baldosas en la ciudad de Cuenca.

El presente estudio, basado en el uso de métodos estadísticos y diseño de experimentos, se alinea con la evolución contemporánea en la formulación de esmaltes cerámicos, superando la tradicional dependencia de pruebas empíricas. La aplicación de análisis estadísticos no solo facilita la formulación eficiente, sino que también permite anticipar resultados, contribuyendo así a la optimización de recursos y mejorando los resultados obtenidos, como lo señalan Badii et al. (2007) y Bloomfield (2014).

La metodología de investigación se estructuró en tres etapas. En la primera fase, se determinaron las características físicas de las materias primas, identificando materiales potenciales como caolines y destacando la presencia significativa de cuarzos y feldespatos. La segunda etapa se enfocó en evaluar la influencia conjunta de estas materias primas en un esmalte cerámico básico,

aplicando un diseño experimental factorial 2^k , utilizando variables como el diámetro de fundencia, densidad y brillo como indicadores de desempeño. La tercera etapa consistió en un estudio de la posibilidad de la sustitución de los materiales importados o comprados a terceros, mediante el análisis estadístico ANOVA de los datos recopilados, revelando que, las variables de fundencia y densidad no presentaron diferencias estadísticas significativas, mientras que, el brillo experimentó variabilidad en relación con ciertos factores.

En consecuencia, este trabajo de titulación busca no solo comprender la influencia de los materiales nacionales en el esmalte cerámico, sino también proporcionar una base para la toma de decisiones estratégicas en la gestión de materias primas, con el objetivo de reducir costos asociados a la importación y aumentar la rentabilidad para la empresa cerámica donde se realizó.

Objetivos

Objetivo General:

- ✓ Determinar la influencia de cinco materiales no metálicos nacionales en las propiedades de la formulación de un esmalte cerámico, y validar su uso como aditivo.

Objetivos Específicos:

- ✓ Caracterizar los minerales no metálicos de origen nacional mediante análisis físicos.
- ✓ Determinar los factores que influyen en las propiedades de la formulación de un esmalte cerámico a través de un diseño experimental, considerando su efecto en: fundencia, brillo y densidad.
- ✓ Analizar la posibilidad de sustitución de una parte o de la totalidad de las materias primas importadas por materias primas nacionales.

Capítulo I

1. Marco teórico

1.1. Esmaltes cerámicos

1.1.1. Generalidades:

Los esmaltes cerámicos son ampliamente utilizados en el ámbito industrial relacionado con la producción de cerámica, mismos que desempeñan un papel crucial debido a que deben cumplir con una variedad de características, tales como; ser visualmente atractivos y agradables al tacto, proporcionar una capa de protección o revestimiento impermeable, facilitar la higiene, ser resistentes a la exposición a sustancias químicas y tener una mayor resistencia mecánica (López, 2009).

El estudio de los esmaltes cerámicos no solamente se enfoca en las propiedades mencionadas previamente, en cambio, se centra también en mejorar la calidad de la producción, reducir costos de manufactura y optimizar los resultados obtenidos (Hevia, 2006).

Generalmente los esmaltes cerámicos a nivel industrial están compuestos por una serie de materias primas inorgánicas y fritas. Las cuales, al ser molidas y posteriormente mezcladas con agua y aditivos, forman una suspensión acuosa que recubre las piezas cerámicas crudas o con precocción (Betancourt et al., 2018; Hurtado et al., 2010; Quintuña et al., s. f.).

1.1.2. Definición:

1.1.2.1. Esmalte Cerámico:

El esmalte cerámico es un material que se funde y vitrifica a una temperatura entre los 980 °C y 1300°C dependiendo de su composición, el cual, se deposita como una capa vítrea sobre diversos sustratos, generalmente cerámicos, proporcionando atributos estéticos y protección contra agentes externos. Principalmente, está formado por sílice y minerales asociados,

feldespatos y alúmina, la misma que es introducida mediante arcilla (Morales, 2012; Batschwarov et al., 1991; Betancourt et al., 2018).

1.1.2.2. Frita:

Producto vítreo semielaborado obtenido mediante la fusión de mezclas específicas de materias primas inorgánicas a altas temperaturas entre 1350°C y 1550°C, las cuales son esenciales en la elaboración de esmaltes vitrificados a nivel industrial. Se obtiene mediante un enfriamiento rápido de la masa fundida, lo que resulta en un vidrio homogéneo. Durante este proceso de fusión, los productos químicos procesados se convierten en compuestos vítreos insolubles en forma de escamas o gránulos (Cantavella M, 2010; Casasola et al, 2012).

La composición de la mezcla de materias primas para la fabricación de frita puede variar según los requisitos específicos de la aplicación. Esencialmente, se fundamenta en el uso de sílice debido a su propiedad generadora de vidrio, y comúnmente se emplean fundentes para reducir el punto de fusión (Tozzi, 1992).

1.1.3. Tipos de los esmaltes cerámicos:

Los esmaltes cerámicos se pueden clasificar en función de diferentes criterios, tales como (López, 2009; Tozzi, 1992):

- **Temperatura de fusión:** Baja, Media y Alta
 - Baja (980°)
 - Media (1100°C-1150°C)
 - Alta (>1220°).
- **Preparación y aplicación:** Crudos y Fritados
 - Crudos: Son aquellos que no tienen la frita como base, ya que el esmalte se dosifica en su estado puro, generalmente suelen ser utilizados para vidriados en

monococción con temperaturas superiores a 1250°C o en su defecto que contengan compuestos a base de plomo y que disminuyan considerablemente su punto de fusión.

- Fritados: Son más empleados a nivel industrial debido a que disminuyen la temperatura de trabajo de los hornos, lo que conlleva a una disminución en gastos de producción.
- **Composición:** Plúmbicos, Borácicos, Alcalinos y Mixtos
 - Plúmbicos: Principal fundente, plomo o compuestos.
 - Borácicos: Principal fundente, Bórax
 - Alcalinos: Principales fundentes el Na, K y Ca.
 - Mixtos: Los fundentes principales son una combinación de los anteriores.
- **Características ópticas:** Brillantes y mates, así como: Transparentes y opacos

1.1.4. Composición de un esmalte:

La composición de los esmaltes varía según el tipo de producto, su aplicación, la temperatura de cocción y las propiedades deseadas de la pieza (Bloomfield, 2014).

De manera general, la formulación de un esmalte cerámico requiere esencialmente de materiales formadores o generadores de red, siendo el más utilizado el óxido de silicio (SiO_2), en menor cantidad se necesitan de fundentes o modificadores de red como el Na_2O o el K_2O , y conformadores de red, como la alúmina (Al_2O_3), los cuales, no pueden ser introducidos de forma pura debido a los altos costos que involucran, por lo tanto, estos son introducidos en forma de minerales que se encuentran en los diferentes yacimientos, sea como feldspatos, arcillas y cuarzos, que proporcionan las propiedades físicas y químicas necesarias para el esmalte (Batschwarov et al, 1991; Betancourt et al., 2018; Hurtado et al., 2010).

Los componentes de un esmalte cerámico se dividen en dos grupos principales según su función en el esmalte: materias primas fundamentales y materias primas subsidiarias (Aparicio, 2006; Batschwarov et al, 1991).

Las materias primas fundamentales son aquellas que forman los materiales básicos del esmalte, mientras que las materias primas subsidiarias del esmalte son aquellas que se agregan en cantidades más pequeñas y desempeñan funciones específicas para modificar ciertas propiedades del esmalte. También, se añaden otros aditivos como estabilizadores de viscosidad, agentes de dispersión, agentes humectantes, entre otros (Batschwarov et al, 1991).

Las materias primas naturales, como el cuarzo, feldespato, arcilla, a menudo contienen impurezas y no tienen una composición constante, lo que puede complicar su uso en la fabricación del esmalte (Cantavella V, 2010; Tozzi, 1992).

1.1.4.1. Componentes de un esmalte cerámico:

1.1.4.1.1. Generadores de Vidrio:

1. Sílice – SiO₂:

La sílice se introduce en forma de cuarzo, feldespatos, arenas feldespáticas y arenas cuarzosas, lo que la convierte en el componente primordial en la composición del vidrio. La principal función de la sílice en un esmalte cerámico es la de formador o generador de red, este óxido tiene la capacidad de formar vidrio por sí mismo, por lo que, es fundamental en la red cristalina del esmalte. A medida que aumenta el contenido de sílice en el esmalte, aumenta la temperatura de cocción requerida (Chavarría, 1998; Norton, 1975; SACMI, 2004a).

1.1.4.1.2. Fundentes o Modificadores de la red cristalina:

1. Feldespato:

El feldespato es el fundente o modificador de red más utilizado en los esmaltes cerámicos. Se emplea para introducir los óxidos principales, como la alúmina, sílice y óxidos alcalinos. Son óxidos que rellenan los huecos de las redes cristalinas y debilitan sus enlaces, disminuyendo el punto de fusión de los vidrios. Aunque no son solubles en agua en el sentido estricto de la palabra, una vez molidos, producen una cantidad significativa de iones alcalinos a través de la hidrólisis en suspensiones acuosas de esmaltes, lo cual altera el pH del esmalte (Batschwarov et al., 1991; Pinto, 2011).

A continuación, se describen los tipos de feldespatos más importantes:

a. Feldespato de potasio - $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6 SiO_3$:

Este mineral se encuentra en dos formas naturales: ortoclasa y microclina. Se funde de manera inconsistente a unos 1200°C y se convierte en leucita ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4 SiO_3$) y sílice. A temperaturas superiores a los 1000°C, la ortoclasa y el cuarzo se combinan para formar una mezcla eutéctica. A temperaturas superiores a los 1200°C, el feldespato de potasio se derrite y produce un vidrio viscoso (Batschwarov et al., 1991; SACMI, 2004b).

b. Feldespato de sodio – $Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6 SiO_2$:

Este tipo de feldespato, conocido como albita, se encuentra en la naturaleza y presenta un ligero tinte rosado o amarillo. Se sinteriza y se funde más rápidamente que el feldespato de potasio. La albita forma un líquido fundido a aproximadamente a 1170°C (SACMI, 2004a).

1.1.4.1.3. Materiales Refractarios:

1. Alúmina – Al_2O_3 :

La alúmina se encuentra en varias modificaciones polimórficas, siendo las más importantes el α - Al_2O_3 y el β - Al_2O_3 . La alúmina une óxidos básicos y ácidos en un vidrio, lo que ejerce un efecto

estabilizador. Los óxidos como la alúmina son conformadores de red o generadores intermedios ya que no forman vidrio por sí mismo, pero pueden entrar en la red cristalina y sustituir parcialmente a los iones Si^{+4} y B^{+3} . Muchos esmaltes contienen entre un 5% y un 15% de Al_2O_3 , que se disuelve fácilmente en el esmalte fundido. Cuando se utiliza en cantidades superiores al 25%, la alúmina se precipita a medida que el vidriado se enfría, lo que resulta en una opacidad cristalina o una superficie mate (Norton, 1975; Rado, 1990).

2. Arcilla:

La arcilla se utiliza especialmente como vehículo para suspender el esmalte, además, aumenta la viscosidad y la temperatura de fusión (Pinto, 2011).

Generalmente, no presenta interferencia en la composición del esmalte, debido a que está compuesto de óxidos, los cuales son introducidos por aluminosilicatos hidratados, pero en el caso de un vidriado cerámico, su aporte de vidrio es muy bajo, por lo que, es utilizado como un aditivo suspensionante (Sánchez et al, 2006).

1.1.4.1.4. Aditivos para esmaltes cerámicos:

a. Defloculante:

Sustancia que impide que las partículas de un sistema coloidal se aglomeren. Para llevar a cabo esta acción, el agente defloculante puede interferir de tres formas diferentes: mediante intercambio catiónico, por repulsión estérica y por complejación. Una vez que se evita la agrupación de las partículas, los defloculantes para cerámica también disminuyen la viscosidad y el límite de fluidez (Cáceres, 2016; Rodríguez et al, 2002).

1. Tripolifosfato de Sodio:

Defloculante muy eficaz el cuál se adsorbe en las partículas provocando su repulsión debido al mecanismo de estabilización electroestérica o elimina los iones floculantes, como el $\text{Ca} (\text{II})$

o el Mg (II), formando complejos estables con ellos, que evitan la sedimentación. El anión tripolifosfato se adsorbe en gran medida en las superficies coloidales, y la carga resultante de las partículas coloidales provoca una repelencia mutua, lo que mantiene las partículas en suspensión, cabe recalcar que, es el más utilizado para la preparación de esmaltes cerámicos (Checchinato et al, 2002).

b. Estabilizador:

La función de un estabilizador es proporcionar propiedades reológicas y de retención de agua que mejoran la aplicabilidad (Cáceres, 2016).

1. Carboximetilcelulosa (CMC):

Se trata de un polímero soluble que se utiliza como adhesivo y regulador del agua en los esmaltes, debido a que, minimiza el uso de agua en la formulación. Su función es proteger al esmalte y además incrementa la viscosidad, dándole así también la función de espesante (Singer, 1971).

1.1.5. Dosificación de un esmalte cerámico:

Conociendo la composición química y mineralógica de las materias primas en la dosificación de un esmalte, se puede expresar la composición de los esmaltes cerámicos utilizando la fórmula de Seger. Para calcular la cantidad de óxidos se clasifican como ácidos (MO_2), anfóteros (M_2O_3) y básicos (M_2O , MO), luego, se calcula la cantidad de cada tipo de óxido en relación con un mol de óxidos básicos totales, obteniendo finalmente una dosificación base (Hurtado et al., 2010).

El análisis de materias primas aplicando métodos químicos o fisicoquímicos, puede resultar costoso al momento de producir cerámicos en general, por lo que, en el ámbito industrial, no resulta beneficioso realizar estos estudios. Por lo general, la composición de las materias primas

no es contante, por ello, es más conveniente realizar un análisis físico para conocer la composición de las mismas (Tozzi, 1992).

La dosificación de esmalte cerámico requiere de la adición de frita y aditivos, sin embargo, emplear únicamente frita puede generar un costo excesivo en la producción, es por esto que, se utilizan minerales como arcillas, feldespatos y cuarzos de cantera (Reyes, 2020).

1.1.6. Proceso de fabricación de esmaltes cerámicos a base de frita:

El proceso de fabricación de esmaltes cerámicos consta de los siguientes pasos (Berto, 2007; Bloomfield, 2014; Cantavella M, 2010):

- 1. Formulación:** En esta etapa, se seleccionan los ingredientes y se determinan las proporciones adecuadas para lograr las propiedades deseadas del esmalte, como color, brillo, textura, resistencia al desgaste, entre otros. La frita, los materiales refractarios y fundentes se mezclan cuidadosamente en cantidades precisas.
- 2. Trituración:** Los materiales como; las arcillas y cuarzos se trituran en una trituradora de rodillos hasta llegar a la granulometría promedio de todas las materias primas. Este proceso ayuda a reducir el tamaño de las partículas y facilita la dispersión de los componentes durante la molienda.
- 3. Dosificación de la suspensión y Molienda:** Los diferentes materiales previamente triturados, se combinan según la dosificación, adicionalmente se añade agua previamente tratada y aditivos, como suspensionantes y estabilizantes. Se muelen hasta obtener un residuo estandarizado, que asegure una distribución uniforme de las partículas y finalmente obtener una consistencia adecuada para la aplicación.
- 4. Aplicación:** El esmalte se aplica sobre las baldosas engobadas mediante el método de velo. Este método es común en la aplicación de esmalte en baldosas, debido a que proporciona una superficie uniforme.

5. **Secado:** Las baldosas esmaltadas se someten a un proceso de secado para eliminar la mayor cantidad de agua superficial y permitir que el esmalte se adhiera correctamente.
6. **Cocción:** Finalmente, se someten a un proceso de cocción en un horno a alta temperatura, generalmente por encima de los 1100°C. Durante la cocción, el esmalte se funde y se vitrifica, formando una capa vítrea lisa y durable que se adhiere permanentemente a la superficie de la cerámica. La temperatura y el tiempo de cocción pueden variar según el tipo de esmalte y el efecto deseado.

1.1.7. Características de los esmaltes cerámicos:

Según Batschwarov et al., (1991), la viscosidad de un esmalte cerámico debe ser adecuada durante la fusión para evitar defectos superficiales durante el proceso de cocción. Esto implica que el esmalte debe fundirse dentro de rangos de temperatura establecidos y cubrir la superficie a esmaltar de manera uniforme.

Hurtado et al., (2010) menciona que las características reológicas de la suspensión tienen un gran impacto en la aplicación del esmalte mediante métodos húmedos sobre el sustrato. Estas características están determinadas por la fase de elaboración o por la plasticidad de las materias primas. Por lo tanto, las características decorativas o estéticas están condicionadas por las cualidades del acabado final deseado en el producto.

Además, es importante distinguir entre el esmalte en fusión y el esmalte enfriado. Por lo general, cuando el esmalte está en fusión, se debe tener en cuenta la separación de fases, el poder de cristalización, la viscosidad del fundido y la tensión superficial, ya que el esmalte fundido se comporta como un líquido viscoso. En cambio, en el esmalte enfriado, las características relevantes se dividen en propiedades térmicas, mecánicas, químicas y ópticas, como se muestra a continuación en la **tabla 1** (Morales, 2012):

Tabla 1. Propiedades del esmalte cerámico.

Propiedades Térmicas	Propiedades Mecánicas	Propiedades Químicas	Propiedades Ópticas
Dilatación térmica	Dureza	Resistencia a Bases	Color
Conductividad térmica	Resistencia al Impacto	Resistencia a Ácidos	Opacidad
Resistencia al choque térmico	Resistencia a la tensión	Resistencia al agua	Brillo
	Elasticidad		Matización
	Resistencia a la flexión		

Fuente: (Hurtado et al, 2010).

1.1.7.1. Propiedades de los Esmaltes:

1. Viscosidad:

Se trata de una propiedad interna de un fluido que determina su resistencia al flujo. En el caso de los esmaltes cerámicos, la viscosidad del esmalte fundido depende de la temperatura de cocción y su composición química. A medida que se incrementa la temperatura, la viscosidad disminuye, lo que hace que el esmalte sea más fluido (Bruno da Silva et al, 2008).

2. Tensión Superficial y Humectabilidad:

Son factores importantes en la producción de esmaltes. La tensión superficial afecta la capacidad del esmalte para humedecer y fluir de manera uniforme. Un aumento en la tensión superficial disminuye la humectabilidad, e incluso puede provocar encogimiento del esmalte, lo cual puede ser un defecto indeseado o utilizado como efecto especial en esmaltes decorativos. Por otro lado, una baja tensión superficial puede aumentar la formación de burbujas de gas dentro del esmalte (Moreno, 2000).

3. Propiedades Ópticas (Brillo y Opacidad):

Las propiedades ópticas de los esmaltes cerámicos están determinadas por la cantidad de luz que se refleja y se refracta en el esmalte, éstas son importantes para brindar opacidad y el brillo a los esmaltes, por ende, son fundamentales para la estética (Batschwarov et al, 1991).

4. Propiedades Térmicas:

El coeficiente de dilatación térmica lineal es una propiedad térmica clave de los esmaltes cerámicos. Este coeficiente determina cómo se expande o contrae el esmalte en respuesta a cambios de temperatura. El valor del coeficiente de dilatación se determina experimentalmente y es importante tenerlo en cuenta para evitar tensiones y posibles fracturas en el esmalte (Pérez, 2006).

5. Propiedades Químicas:

En general, los esmaltes cerámicos son químicamente estables debido a su bajo contenido de óxidos alcalinos y su contenido relativamente alto de alúmina (Al_2O_3). Son resistentes al ataque ácido, pero tienen una resistencia limitada al ataque alcalino. Asimismo, son resistentes al agua y a los agentes atmosféricos (Batschwarov et al, 1991; Pérez, 2006).

1.1.8. Propiedades de caracterización para materiales cerámicos:

1. Determinación del módulo de rotura en crudo:

Según la norma NTE INEN - ISO 10545-4, la determinación del módulo de rotura implica evaluar la resistencia de una placa cerámica a la rotura mediante la aplicación de una fuerza a una velocidad constante en el centro de la placa. El punto de aplicación entra en contacto con la superficie adecuada de la placa. Debido a las diferencias en geometría y composición química, los distintos materiales exhiben distintos ordenamientos o cohesiones de partículas.

Por lo general, los materiales arcillosos presentan un ordenamiento específico que resulta en un módulo de rotura más alto en comparación con materiales feldespáticos o cuarzosos.

2. Determinación de densidad aparente o densidad volumétrica:

Conforme a la norma NTE INEN - ISO 10545-3, la densidad aparente es una propiedad clave de polvos, gránulos y sólidos "divididos", especialmente en referencia a componentes minerales. En cerámica cruda, esta medida es esencial para el control de calidad, la predicción de propiedades mecánicas (estimación de la contracción durante la cocción) y la optimización de procesos de fabricación, ya que refleja la "compactación" o "densidad" del material. Una mayor densidad aparente indica mayor compacidad y menor porosidad.

3. Determinación de densidad de una suspensión cerámica:

Con base a la normativa NTE INEN 857:2010, la densidad en las suspensiones cerámicas es crucial para evaluar la uniformidad y consistencia, además de estar directamente vinculada a propiedades reológicas como la viscosidad. Su determinación ayuda a estimar el contenido de sólidos y es fundamental para mantener un procesamiento consistente, previniendo problemas como la segregación de partículas.

4. Contracción al secado y a la quema:

De acuerdo a la normativa NTE INEN 10545-3, se basa en el reajuste interno de las moléculas de la materia prima, como resultado de la eliminación del agua ligada y agua superficial del material. La contracción de un material se debe también a su composición química interna lo que posterior a la cocción se verifica en su capacidad de sinterización y vitrificación.

5. Índices de absorción de agua:

La norma NTE INEN - ISO 10545-3, indica que el índice de absorción evalúa la porosidad aparente del material después de la cocción. Materiales más porosos absorben más agua, como aquellos con minerales como la caolinita, en comparación con las porcelanas que, al ser más densas y cocidas a altas temperaturas, tienen una menor capacidad de absorción de agua.

6. Determinación de la Humedad absorbida en crudo:

Es la capacidad de un material cerámico para absorber humedad en su estado crudo está estrechamente relacionada con su porosidad y composición. La arcilla es un componente común en muchos materiales cerámicos. En otras palabras, la cantidad y el tipo de arcilla presente influyen directamente en la absorción de humedad durante la etapa cruda (Cantavella M, 2010).

7. Determinación de la viscosidad (Tiempo de escurrido)

Acorde a la normativa ASTM D1200-21, la velocidad de escurrido en cerámica está influenciada por la viscosidad de la suspensión cerámica, es una propiedad crucial que afecta la conformación, el esmaltado, la decoración y el secado de las piezas antes de la cocción. La copa Ford mide el tiempo que un líquido tarda en fluir a través de un orificio, siendo este tiempo inversamente proporcional a la viscosidad. Controlar precisamente esta velocidad es fundamental para garantizar resultados consistentes y de alta calidad en la producción cerámica.

8. Medida del residuo:

Como menciona la normativa ASTM C136, el método del residuo analiza las partículas que permanecen después del tamizado. El residuo se determina restando la masa total inicial del material de la masa total de las fracciones que pasaron por los tamices. Proporciona

información sobre la distribución del tamaño de partículas, indicando la presencia de partículas gruesas y finas.

9. Determinación del Brillo:

La determinación del brillo en baldosas cerámicas, según ASTM D523-14, es esencial para evaluar sus propiedades estéticas y calidad superficial. Este atributo está asociado con la capacidad de la superficie para reflejar la luz de manera uniforme y brillante. Se emplea un glossímetro para medir objetivamente el brillo, emitiendo luz sobre la superficie y cuantificando la cantidad reflejada. Los resultados se expresan en unidades de brillo, y la percepción puede variar según el ángulo de observación, por lo que se especifica el ángulo de medición (p. ej., 20°, 60°, 85° según el estándar).

10. Determinación de la Fundencia:

La normativa ASTM C181-20, menciona que este método evalúa la temperatura de fusión de un material cerámico observando los cambios en los diámetros del botón durante el calentamiento. La comparación de diámetros sirve para medir la deformación y fluidez del botón. Se analizan los cambios antes y después de alcanzar la temperatura deseada. La magnitud y la temperatura de la deformación ofrecen información sobre la capacidad de fusión del material.

1.2. Diseño experimental

1.2.1. Definición:

Consiste en determinar qué experimentos deben realizarse y cómo llevarlos a cabo, con el fin de obtener datos que, al ser analizados estadísticamente, brinden pruebas objetivas para contestar las interrogantes planteadas y explicar aspectos ambiguos de un proceso, resolver dudas o

alcanzar mejoras. Algunos problemas típicos que se pueden abordar son: (Gutiérrez, 2008; Montgomery, 2003, Quevedo et al, 2014)

1. Comparar materiales para seleccionar el más adecuado.
2. Evaluar la precisión y exactitud de instrumentos de medición.
3. Identificar factores clave de un proceso y su impacto en el producto final.
4. Determinar condiciones óptimas para mejorar el rendimiento del proceso.
5. Optimizar el tiempo de ciclo de producción para mayor eficiencia.
6. Hacer el proceso menos susceptible a variables ambientales.
7. Utilizar experimentos estadísticos para apoyar el diseño de productos o procesos.
8. Explorar y caracterizar nuevos materiales.

1.2.2. Ventajas del diseño experimental:

- Minimizar la influencia de variables perturbadoras o externas a través de la aleatorización.
- Controlar y manipular las variables predictoras con el fin de obtener claridad sobre la dirección y la naturaleza de la causa.
- Utilizar la flexibilidad, eficiencia y simetría del enfoque estadístico para manipular y analizar los datos de manera efectiva.

(Melo et al, 2020).

1.2.3. Diseño factorial a dos niveles y “k” factores:

El diseño experimental dos niveles es aquel en el que todas las variables de entrada se establecen en niveles que suelen denominarse "Alto" y "Bajo" o "+1" y "-1", respectivamente. Cuando se consideran todas las posibles combinaciones de estos niveles para todas las

variables de entrada, se obtiene un diseño experimental factorial completo a dos niveles. Si se tienen "k" factores, cada uno con 2 niveles, entonces un diseño factorial completo implica realizar 2^k experimentos (Quevedo R, 2014).

Cuando el número de factores es igual o mayor a 5, la implementación de un diseño factorial completo requeriría un número elevado de experimentos. En estos casos, se recomienda utilizar técnicas experimentales alternativas, como los diseños factoriales fraccionarios o los diseños de Plackett-Burman (Montgomery, 2003).

1.2.3.1. Generación de Matriz de diseño:

La matriz se construye de la siguiente manera: en la primera columna, correspondiente a los niveles del factor A, se alternan los signos "+" y "-", hasta alcanzar las 2^k filas; en la segunda columna se alternan dos signos "-" con dos signos "+"; en la tercera columna se alternan cuatro signos "-" y cuatro signos "+", y así sucesivamente hasta llegar a la k-ésima columna compuesta por 2^{k-1} signos "-", seguidos de 2^{k-1} signos "+" (Gutiérrez, 2008; Montgomery, 2003).

Notación de Yates	A	B	C	D	E	AB	AC	AD	AE	BC	BD	BE	CD	CE	DE
(1)	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
a	+	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+
b	-	+	-	-	-	-	+	+	+	-	-	-	+	+	+
ab	+	+	-	-	-	+	-	-	-	-	-	-	+	+	+
c	-	-	+	-	-	+	-	+	+	-	+	+	-	-	+
ac	+	-	+	-	-	-	+	-	-	-	+	+	-	-	+
bc	-	+	+	-	-	-	-	+	+	+	-	-	-	-	+
abc	+	+	+	-	-	+	+	-	-	+	-	-	-	-	+
d	-	-	-	+	-	+	+	-	+	+	-	+	-	+	-
ad	+	-	-	+	-	-	-	+	-	+	-	+	-	+	-
bd	-	+	-	+	-	-	+	-	+	-	+	-	-	+	-
abd	+	+	-	+	-	+	-	+	-	-	+	-	-	+	-
cd	-	-	+	+	-	+	-	-	+	-	-	+	+	-	-
acd	+	-	+	+	-	-	+	+	-	-	-	+	+	-	-
bcd	-	+	+	+	-	-	-	-	+	+	+	-	+	-	-
abcd	+	+	+	+	-	+	+	+	-	+	+	-	+	-	-
e	-	-	-	-	+	+	+	+	-	+	+	-	+	-	-
ae	+	-	-	-	+	-	-	-	+	+	+	-	+	-	-
be	-	+	-	-	+	-	+	+	-	-	-	+	+	-	-
abe	+	+	-	-	+	+	-	-	+	-	-	+	+	-	-
ce	-	-	+	-	+	+	-	+	-	-	+	-	-	+	-
ace	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	-	+	-
bce	-	+	+	-	+	-	-	+	-	+	-	+	-	+	-
abce	+	+	+	-	+	+	+	-	+	+	-	+	-	+	-
de	-	-	-	+	+	+	+	-	+	-	-	-	-	-	+
ade	+	-	-	+	+	-	-	+	+	+	-	-	-	-	+
bde	-	+	-	+	+	-	+	-	-	-	+	+	-	-	+
abde	+	+	-	+	+	+	-	+	+	-	+	+	-	-	+
cde	-	-	+	+	+	+	-	-	-	-	-	-	+	+	+
acde	+	-	+	+	+	-	+	+	+	-	-	-	+	+	+
bcde	-	+	+	+	+	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+
abcde	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

Figura 1. Tabla de signos del diseño factorial 2^k.

Fuente: (Gutiérrez, 2008).

1.3. Análisis estadístico ANOVA

1.3.1. ANOVA del diseño factorial 2^k:

Es una técnica estadística utilizada para analizar experimentos con un diseño factorial completo, donde cada factor tiene dos niveles y k representa el número de factores, permite analizar el efecto de cada factor individualmente, así como las interacciones entre los factores (Gutiérrez, 2008).

1.3.1.1. Componentes del ANOVA del diseño factorial 2^k:

Se basa en la descomposición de la suma de cuadrados totales (SCT) en diferentes componentes (Gutiérrez, 2008; Melo et al, 2020; Montgomery, 2003):

1. **Suma de cuadrados total (SC_T):** Es la suma de los cuadrados de las diferencias entre cada observación y la media general de todas las observaciones.

2. **Suma de cuadrados de los factores principales (SC_F):** Representa la variabilidad debida a los efectos principales de cada factor individual.
3. **Suma de cuadrados de las interacciones (SC_I):** Representa la variabilidad en base a las interacciones entre los factores. Las interacciones ocurren cuando el efecto de un factor depende del nivel de otro factor.
4. **Suma de cuadrados del error (SC_E):** Es la variabilidad no explicada por los factores principales o las interacciones. Incluye el error experimental y otras fuentes de variación no controladas.

1.3.1.2. Grados de libertad y valores F en el ANOVA del diseño factorial 2^k :

El ANOVA utiliza la relación entre estas sumas de cuadrados para calcular los grados de libertad (gl) y los valores de F para cada componente. Los grados de libertad representan la cantidad de información disponible para estimar la variabilidad. El valor de F se utiliza para probar la significancia estadística de cada componente (Gutiérrez, 2008).

1.3.1.3. Tabla de ANOVA del diseño factorial 2^k :

Cada fuente de variación en el ANOVA se considera un factor de interés, y se realiza una prueba de hipótesis para determinar si dicho factor tiene un efecto significativo (Badii et al, 2007).

Toda la información necesaria para calcular el estadístico F_0 hasta llegar al *valor - p* se describe en la tabla de análisis de varianza (ANOVA) que se muestra en la **ilustración 2**; las abreviaturas significan lo siguiente: *FV* = fuentes de variabilidad (efecto), *SC* = suma de cuadrados, *GL* = grados de libertad, *CM* = cuadrado medio, F_0 = estadístico de prueba, *valor - p* = significancia observada.

Es crucial destacar que el análisis de varianza (ANOVA) asume que la variable de respuesta sigue una distribución normal, con una varianza constante y que las mediciones son independientes entre sí (Gutiérrez, 2008; Melo et al, 2020).

<i>FV</i>	<i>SC</i>	<i>GL</i>	<i>CM</i>	F_0	Valor- <i>p</i>
Tratamientos	$SC_{TRAT} = \sum_{i=1}^k \frac{Y_i^2}{n_i} - \frac{Y_{..}^2}{N}$	$k - 1$	$CM_{TRAT} = \frac{SC_{TRAT}}{k - 1}$	$\frac{CM_{TRAT}}{CM_E}$	$P(F > F_0)$
Error	$SC_E = SC_T - SC_{TRAT}$	$N - k$	$CM_E = \frac{SC_E}{N - k}$		
Total	$SC_T = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} Y_{ij}^2 - \frac{Y_{..}^2}{N}$	$N - 1$			

Figura 2. Tabla de ANOVA para el DCA.

Fuente: (Gutiérrez, 2008).

1.3.2. Validación de hipótesis:

Se emplea para determinar si hay evidencia suficiente para rechazar la igualdad de medias entre los tratamientos y concluir que existe una diferencia significativa entre ellos (Devore, 2012). Es decir, si se acepta la hipótesis nula (H_0), se confirma que los efectos de los k tratamientos son estadísticamente nulos. En caso de rechazar la hipótesis nula, se determina que al menos uno de los efectos es diferente de cero, lo que indica que hay diferencias significativas entre los tratamientos (Fernández, 2020).

1.3.3. Verificación de supuestos:

Es importante verificar los supuestos del ANOVA para obtener datos confiables, como la distribución normal de la variable de respuesta, varianza constante y medidas independientes (Lind et al, 2012).

1.3.4. ¿Cómo decidir cuáles efectos enviar al error?

Al realizar un solo experimento, es importante construir el cuadrado medio del error (CM_E) a partir de efectos pequeños. Incluir efectos reales en el error puede distorsionar los resultados y reducir la capacidad de detectar efectos significativos. Por otro lado, un error excesivamente pequeño puede llevar a identificar como significativos efectos que no lo son. Si el CM_E difiere mucho de la

varianza histórica, indica una posible estimación incorrecta. En presencia de efectos intermedios, es difícil decidir si afectan o no la respuesta (Lind et al, 2012).

1.3.5. Gráfico de efectos en papel normal y diagrama de Pareto de efectos:

Al graficar los efectos en un papel probabilístico normal, los efectos no significativos formarán una línea recta, mientras que los efectos significativos se alejarán de esa línea. El papel medio normal aprovecha la simetría de la distribución normal estándar y considera que efectos de signo contrario y magnitud igual son igualmente importantes. Además, el papel probabilístico normal también se utiliza para verificar la normalidad de los residuos, aunque su propósito difiere de la representación gráfica de los efectos (Montgomery, 2003).

El gráfico de Pareto y el de Daniel (efectos en papel de probabilidad normal) son herramientas útiles para analizar la importancia relativa de los efectos en un estudio, por lo general se usan en conjunto. El diagrama de Pareto muestra de manera práctica los efectos más grandes en magnitud, sin considerar supuestos distribucionales. Por otro lado, el gráfico de Daniel es más complejo de interpretar, pero identifica mejor los efectos activos (Gabriel, 2017).

1.3.6. Criterios adicionales:

En algunos casos, tanto el gráfico de Daniel como el diagrama de Pareto, pueden no proporcionar una claridad suficiente sobre los efectos de magnitud intermedia. En estas situaciones, se sugiere considerar todos los siguientes criterios (Gutiérrez, 2008):

1. **Magnitud del efecto:** Comparar la magnitud del efecto observado con dos veces el error estándar del efecto. Si el efecto observado es mayor, puede considerarse un efecto real.
2. **ANOVA preliminar:** Excluir los efectos no significativos según el gráfico de Daniel y el diagrama de Pareto. Realizar un ANOVA preliminar, en donde los efectos con una significancia alrededor de 0.2 o menor no necesariamente se excluyen del análisis, especialmente si tiene al menos 8 grados de libertad para el error.

3. **Grados de libertad del error:** Asegurarse de que los grados de libertad del error sean al menos 8 para obtener un ANOVA más confiable.
4. **R^2 ajustado (R^2_{aj}) del modelo en el ANOVA preliminar:** A medida que se van eliminando efectos no significativos, el R^2_{aj} del modelo aumenta. Si al eliminar un efecto el R^2_{aj} disminuye en un 3% o más, es posible que ese efecto no deba excluirse.

1.3.7. Colapso o proyección del diseño:

La colapsación del diseño es una opción cuando se ha demostrado que el factor y sus interacciones no tienen un efecto significativo en el fenómeno estudiado, es decir, se realiza un fraccionamiento del diseño experimental, con la finalidad de obtener mejores resultados (Devore, 2012; Gutiérrez, 2008; Melo et al, 2020; Montgomery, 2003; Quevedo R, 2014).

Capítulo II

2. Metodología

2.1. Muestreo de materias primas:

Los análisis físicos comenzaron con la selección de los sitios de muestreo más representativos del área de acopio de materia prima (minerales no metálicos) de la empresa. La importancia del muestreo radica en asegurar que la muestra represente de manera equitativa toda el área de interés, ya que esto es fundamental para obtener información precisa.

2.1.1. Procedimiento:

Dentro de la Empresa existen sitios de almacenaje respectivos a cada materia prima, aun así, es importante considerar que en este tipo de industria la materia prima que se almacena se trae directamente de las canteras, en consecuencia, se puede asumir que el material presenta contaminaciones diversas o materiales no considerados dentro del mismo. Por lo tanto, un muestreo representativo del material es de suma importancia.

Las muestras se extrajeron utilizando una pala limpia, procurando obtener una muestra que sea representativa en términos de profundidad y volumen. Posteriormente, cada uno de los materiales fueron recolectados y almacenados debidamente en recipientes herméticos y previamente etiquetados. Para continuar con el muestreo se homogenizó cada material en un recipiente para obtener una muestra compuesta. Finalmente, se realizó un cuarteo para obtener una muestra representativa. Por último, se almacenó de manera adecuada para preservar su integridad y evitar contaminaciones, mismas que fueron debidamente etiquetados.

2.1.2. Materias Primas:

Por cuestiones de confidencialidad acordadas con la empresa, se codificó algunos de los materiales a analizar. Su posible composición fue analizada mediante análisis físicos que serán especificados posteriormente.

- Minerales no metálicos: A1, A2, A3, F1, F2
- Frita: FE - 3
- Estabilizadores: Tripolifosfato de Sodio (TPP- Na), Carboximetilcelulosa (CMC)

2.2. Preparación de materias primas:

Las materias primas utilizadas en este experimento fueron obtenidas directamente de proveedores de la empresa. Sin embargo, algunos materiales presentaban propiedades físicas inadecuadas, por lo que se propuso un tratamiento previo para homogeneizar la granulometría. Además, ciertos materiales, como el F1, necesitaron un lavado adicional debido a una coloración rosada-anaranjada, que debido a esta coloración específica indican la presencia de contaminantes no deseados. La eliminación de estos contaminantes fue crucial, ya que se busca obtener un esmalte cerámico sin coloración.

En términos generales, el proceso de preparación de las materias primas para la tecnología de esmalte cerámico se llevó a cabo de la siguiente manera:

2.2.1. Trituración:

Para triturar las materias primas, se utilizó un triturador de rodillos, los cuales estaban formados de hierro fundido, con una distancia aproximada de 8 mm entre ellos. Este proceso de trituración se aplicó únicamente a los materiales extraídos de cantera, ya que estos presentaban una granulometría incongruente con el experimento. La granulometría de aproximadamente 8 mm, se planteó debido a que la frita empleada presentó una granulometría aproximada a esta medida.



Figura 3. Triturador de rodillos.

2.2.2. Lavado:

Se realizó un proceso de lavado específicamente en el material F1 para eliminar contaminantes. El procedimiento incluyó la introducción del material en un balde limpio con agua, seguido de una agitación unidireccional durante 5 minutos y una sedimentación de 10 minutos. Posteriormente, se tamizó el material con una malla ASTM #200. Este proceso se repitió tres veces, con la diferencia que en la última repetición con dejó sedimentar 1 hora. Después de tamizar el material, se colocó en un recipiente para su secado posterior.

2.2.3. Secado:

Para secar las materias primas, se colocó cada una en un recipiente limpio y etiquetado según la muestra. Estos recipientes se introdujeron en una estufa con una temperatura de aproximadamente 90°C y un tiempo de secado de 12 horas. Este periodo se estableció para alcanzar la menor humedad posible en todos los materiales, considerando que algunos requerían más tiempo de secado. El proceso contribuyó a estandarizar la humedad de las materias primas, reduciendo así la variabilidad en la experimentación debido a la humedad.



Figura 4. Estufa.

2.3. Pruebas preliminares de defloculación de las materias primas:

Las pruebas de defloculación se llevaron a cabo en cada una de las materias primas de origen mineral a usar. Para realizar estas pruebas, se siguieron los siguientes pasos:

2.3.1. Preparación de la suspensión de cada materia prima:

Se llevó a cabo de la siguiente manera:

1. Pesar 300 g de cada materia prima seca en una balanza analítica previamente calibrada.
2. Dosificar 35% a 50% de agua en relación al peso de la materia prima, utilizando la siguiente fórmula:

$$g \text{ Agua} = \frac{300 \text{ g} * \% \text{ Agua}}{100 - \% \text{ Agua}} \quad (2.1)$$

3. Añadir tanto las materias primas dosificadas como el agua al molino.
4. Establecer un tiempo para la molienda de cada material. Esto permitirá obtener una suspensión cerámica conocida como "barbotina".
5. Realizar el control del rechazo o residuo mediante un tamizado en húmedo en malla ASTM #200.

Nota: Los cinco pasos anteriores se deben repetir hasta obtener una molienda que cumpla con el residuo estandarizado por la empresa.

6. Secar la barbotina en la estufa a 90°C por 12 horas y enfriar durante 1 hora.

Nota: Se deja durante 12 horas por seguridad.

7. Disgregar la pasta para obtener el polvo deseado y tamizarlo por la malla ASTM #80.
8. Dosificar de 200 a 500 g de polvo dependiendo de la materia prima con la que se esté trabajando.

Para la adición de agua, se utilizó un porcentaje de aproximadamente 30% a 40%, según las indicaciones proporcionadas por la empresa y fundamentadas en un principio en el tipo de material que se va a probar. Se puede calcular la cantidad de agua utilizando la fórmula del **literal 2.3.1. sección 2, ecuación 2.1.**

Nota: Es necesario comprobar que está dosificación de agua permita obtener el contenido de sólidos o la densidad requerida para la barbotina.

9. Mezclar gradualmente el polvo y agua con una batidora para obtener una mezcla homogénea.
10. Añadir una gota de defloculante para obtener cada punto de la curva de defloculación y realizar una agitación constante de la suspensión durante 2 minutos.

Nota: Cada gota debe tener un peso entre 0,06 a 0,08 g, que posteriormente serán transformadas a porcentaje en relación a la cantidad de material, para la representación en la curva de defloculación.

11. Medir el tiempo de escurrido de la suspensión como se describe en el **literal 2.3.1.1. del Capítulo II.**

Nota: Esta medición se debe realizar después de añadir cada gota de defloculante y posterior a la agitación.

Este proceso se debe repetir hasta obtener un mínimo de tiempo de escurrido y a partir de este punto la misma vuelve a aumentar. El porcentaje representativo de defloculante dentro de la suspensión depende de cada material, por lo que, el efecto del defloculante tiene una efectividad diferente en cada uno de ellos.

2.3.1.1. Caracterización de la suspensión para curvas de defloculación:

1. **Medida del tiempo de escurrido:** Se utilizó la copa Ford N°4 para determinar el tiempo de escurrido de cada suspensión. Los pasos ejecutados fueron los siguientes:

- a. Colocar la copa Ford N°4 en el soporte y cubrir el orificio inferior.
- b. Llenar la copa con la suspensión que se desea medir.
- c. Utilizar un cronómetro para medir el tiempo en segundos desde que se retira el dedo hasta que el hilo del líquido se rompe.



Figura 5. Copa Ford N°4.

2.3.1.2. Curvas de defloculación:

Se generaron curvas de defloculación que representan el tiempo de flujo en segundos en función del porcentaje de defloculante añadido durante el proceso de agitación. Las curvas de defloculación muestran un porcentaje de defloculante en relación a la cantidad de material analizado. Se trata de obtener el punto de inflexión de la curva donde los valores de tiempo de

escurrido se mantienen mínimos y constantes, así pudiendo seleccionar la cantidad en porcentaje adecuada para cada material.

Nota: La curvas de defloculación se grafican con el tiempo de escurrido el cual es proporcional a la viscosidad.

2.4. Pruebas de preliminares de la frita:

En la fábrica se utilizan cuatro tipos de fritas con diferentes propiedades, según se detalla en la **tabla 2**. Se decidió realizar un análisis preliminar para seleccionar la más adecuada para el presente trabajo de titulación, el cual busca seleccionar la frita con propiedades menos favorables para maximizar la adición de minerales no metálicos, por lo tanto, se buscó la frita que presente menor brillo y menor fundencia con el propósito de que estos minerales influyan en estas propiedades para forzar resultados.

Tabla 2. Codificación de Fritas analizadas.

Frita	1	2	3	4
Código	FE - 1	FE - 2	FE - 3	FE - 4

Fuente: (Empresa cerámica).

1. **Dosificación de la suspensión de vidriado cerámico:** Todas las fritas se sometieron a secado en la estufa durante 12 horas a 90°C. Para esta dosificación se requiere la adición de caolín extranjero refinado, CMC (Carboximetilcelulosa) y un porcentaje de tripolifosfato de sodio a una cantidad predefinida de frita de 270 g. La adición de estos aditivos es fundamental para lograr las propiedades deseadas en la suspensión de esmalte cerámico.

Nota: Las cantidades de aditivos y agua se basan según los estándares de la empresa.

2. **Carga y descarga del molino:** Se colocaron las materias primas dosificadas, el agua y los aditivos en el molino y se estableció un tiempo de molienda.

3. **Medida del Residuo:** Para validar la suspensión, se llevó a cabo el control del residuo o rechazo en un tamiz de malla ASTM #325.

Nota: Se debe repetir los tres pasos anteriores hasta cumplir con el valor de residuo estandarizado según la empresa, modificando el tiempo de molienda.

4. **Elaboración de franjas:** Para la elaboración de las franjas se sigue los siguientes pasos:
 - a. Muestrear una baldosa engobada al azar de la línea de producción y dejar que se enfríe.
 - b. Limpiar y secar el trineo que se utilizará para crear las franjas, como se observa en la **ilustración 6**.

Nota: El trineo es un dispositivo que permite realizar una franja de esmalte cerámico sobre una baldosa, mismo que tiene una pequeña apertura que simula el mismo espesor de esmalte aplicado por el método de velo en el proceso normal de fabricación.

- a. Colocar el trineo sobre la superficie engobada, junto con una pequeña cantidad de esmalte y deslizar el trineo a lo largo de toda la superficie de la baldosa.



Figura 6. Trineo empleado para la elaboración de franjas.

5. **Elaboración de conos a partir de la suspensión de vidriado cerámico:** Los conos se realizan de la siguiente manera:

- a. Secar la suspensión durante 3 horas a 90°C y dejar enfriar.
- b. Disgregar la pasta de forma manual para obtener un polvo fino.
- c. Realizar una solución de agua con CMC y homogenizar agitando con una batidora durante 10 minutos.
- d. Humectar el polvo con un porcentaje del 4% al 7% de solución humectante previamente preparada.
- e. Mezclar de manera homogénea evitando la formación de grumos.
- f. Pesar 7g y 2g de la mezcla en recipientes separados.
- g. Colocar los 7 g en la prensa para conos y ejercer presión durante 5 segundos, posteriormente, colocar los 2g y luego volver a ejercer presión hasta obtener un cono.
- h. Introducir los conos elaborados en la estufa durante 25 minutos con el objetivo de eliminar la humedad incluida en el último paso.

6. **Cocción de baldosas cerámicas con franjas y conos:** Se realizó en dos diferentes líneas de producción en la fábrica, específicamente en las líneas que trabajan a temperatura más baja y alta. Esta elección se hizo con el propósito de diferenciar claramente la fundencia y el brillo de cada una de las fritas.

Nota: Se busca escoger la temperatura donde la frita presente las condiciones menos favorables.

2.4.1. Caracterización de las suspensiones elaboradas con las fritas:

1. **Medida del tiempo de escurrido:** Esta prueba se realizó de la misma forma, como se especifica en el *literal 2.3.1.1. sección 1.*
2. **Medida de la densidad:** Se utilizó el método del picnómetro para medir la densidad del esmalte cerámico, dentro de un rango de densidad de 1770-1810 kg/m³. Los pasos seguidos fueron los siguientes:
 - a. Colocar en una balanza analítica el picnómetro limpio y seco, junto con su tapa, y tarar para obtener su peso neto.
 - b. Llenar el picnómetro con el esmalte cerámico homogeneizado, asegurándose de tapar y dejando salir el exceso por el orificio superior.
 - c. Limpiar y secar el picnómetro y posteriormente volver a pesar.



Figura 7. Picnómetro.

3. **Medida de la fundencia (Diámetro):** Se llevó a cabo empleando un Calibrador Vernier o pie de rey:
 - a. Abrir el calibrador Vernier y colocar el botón fundido entre las mordazas, asegurándose de que esté bien sujeta.
 - b. Deslizar las mordazas hasta que estén en contacto con los puntos más alejados del diámetro del botón.

- c. Leer el valor en la escala principal del calibrador, este valor nos dará la medida del diámetro del botón.



Figura 8. Calibrador Vernier.

4. **Medida del brillo:** Se realizó utilizando un instrumento llamado medidor de brillo o glossímetro. Por consiguiente, se efectuó los siguientes pasos:
 - a. **Preparación del glossímetro:** Encender el glossímetro y asegurarse de que esté correctamente calibrado según las instrucciones del fabricante.
 - b. **Preparación de la muestra:** Limpiar y secar la superficie del esmalte cerámico.
 - c. **Medición del brillo:** Colocar el glossímetro sobre la superficie del esmalte cerámico y presionar ligeramente.
 - d. **Lectura del brillo:** El glossímetro mostrará un valor numérico en una escala de brillo según el ángulo de medición. Este valor representa el nivel de brillo de la superficie del esmalte cerámico, en referencia al equipo empleado.



Figura 9. Glossmeter (Brillómetro).

2.5. Pruebas de caracterización de materias primas:

Se llevaron a cabo análisis físicos como parte de la caracterización de las materias primas, con el fin de comparar los resultados obtenidos con las características de referencia conocidas en la fábrica. Estas pruebas de reconocimiento se realizaron principalmente con el objetivo de establecer un fundamento y obtener evidencia física sobre las características específicas de cada material.

2.5.1. Preparación de las Barbotinas para Placas:

El proceso de preparación de las suspensiones mediante molienda vía húmeda implica el desarrolló de cuatro diferentes barbotinas para cada uno de los materiales, cada barbotina difiere según su tiempo de molienda como se muestra en la **tabla 3**, para ello se siguen los pasos que se describen a continuación:

1. **Dosificación de materias primas:** Considerando los porcentajes de formulación específicos establecidos por la empresa, se dosificó las materias primas aplicando la siguiente fórmula:

$$\text{Peso neto} = \frac{300 \text{ g} * \% \text{ Formulación}}{100 - \% \text{ Humedad}} \quad (2.2)$$

2. **Dosificación del agua:** La cantidad de agua se determinó mediante una dosificación que varía entre el 29% al 45%, dependiendo del material con el que se esté trabajando y de acuerdo con los criterios establecidos por la empresa. La **ecuación 2.1** es la fórmula utilizada para calcular la cantidad de agua.
3. **Dosificación de defloculante:** Se llevó a cabo la dosificación del tripolifosfato de sodio con el objetivo de lograr el efecto deseado en la estabilidad y fluidez de la suspensión.

Los porcentajes específicos utilizados fueron obtenidos a partir de las pruebas de defloculación, los cuales se detallan en la **tabla 7 del Capítulo 3, sección 3.1**.

4. **Carga y descarga del molino:** Se añadieron las materias primas dosificadas en el molino y se establecieron cuatro tiempos de molienda para analizar la diferencia de las propiedades a distintas granulometrías, así como se muestra en la **tabla 3**.

Tabla 3. Tiempo de molienda en minutos.

Material	Tiempo de molienda (min)
A2	3, 6, 9, 15
F1	3, 6, 9, 15
A3	3, 6, 9, 15
A1	3, 6, 9, 15
F2	3, 6, 9, 15

Fuente: (Empresa cerámica).

5. **Medición del residuo:** Se determinó usando el método gravimétrico, se parte de un peso o volumen de esmalte de densidad conocida, que se tamizó en una malla ASTM #200 por vía húmeda y luego se secó y pesó.
6. **Secado de la barbotina:** Se seco en una estufa a 90°C durante 12 horas y se dejó enfriar.
7. **Disgregación de la pasta:** Se disgregó manualmente y se tamizó utilizando una malla ASTM #80. El polvo obtenido se almacenó en recipientes herméticos debidamente etiquetados para su conservación y posterior uso.
8. **Elaboración de placas:** Para la elaboración de las placas cerámicas, se llevó a cabo el siguiente procedimiento:
- Pesar 60 o 90 gramos de polvo seco.
 - Humectar el polvo con un 6% de agua, según especificaciones de la empresa.
 - Homogeneizar y tamizar adecuadamente la mezcla utilizando una malla ASTM #80 para evitar grumos.

- d. Pesar 60 o 90 gramos de la mezcla homogeneizada.
- e. Limpiar la prensa para evitar contaminaciones y encender.
- f. Colocar los 60 o 90 gramos de polvo humectado en la prensa y realizar la primera prensada durante 5 segundos hasta alcanzar una presión de trabajo de 100 Pascales.
- g. Prensar nuevamente durante 7 segundos hasta llegar a una presión de 300 Pascales.



Figura 10. Placas prensadas y crudas.

Nota: Se realizaron dos placas de 90 gramos destinadas específicamente para pruebas de rotura. Además, de cuatro placas de 60 gramos para pruebas de absorción de agua y contracción a distintas temperaturas de cocción. Cabe recalcar que las 6 placas antes mencionadas fueron realizadas para cada uno de los materiales y sus cuatro diferentes granulometrías.

9. **Cocción de placas:** Se realizó en dos diferentes líneas de producción en la fábrica, específicamente en las líneas que trabajan a temperatura más baja y alta. Esta elección se hizo con el propósito de diferenciar claramente la reacción de las placas a distintas temperaturas de cocción.

Tabla 4. Temperaturas de trabajo de las líneas 1 y 4.

Temperatura °C	Ciclo (min)	N° de Horno
1145	42	1
1198	70,2	4

Fuente: (Empresa cerámica).



Figura 11. Placas sometidas a cocción.

2.5.2. Análisis Físicos de las Placas (Probetas):

Se realizaron estos análisis físicos con la finalidad de determinar características específicas que presentan estos materiales ante las pruebas planteadas. A continuación, se describen los análisis realizados de manera más detallada:

2.5.2.1. Determinación del módulo de rotura en crudo:

El procedimiento para determinar el módulo de rotura en crudo de una placa cerámica es el siguiente:

1. **Preparación de las placas:** Limpiar la placa y verificar que se encuentre libre de defectos visibles que puedan afectar la medición.
2. **Montaje de la placa:** Colocar la placa cerámica en una posición adecuada para la prueba. La superficie de la placa debe estar en contacto con una superficie de soporte apropiada y estable.

3. **Aplicación de la carga:** Aplicar una fuerza al centro de la placa cerámica a una velocidad definida y constante. La carga debe aumentar gradualmente hasta que se produzca la rotura de la placa.
4. **Registro de la carga a la rotura:** Durante el ensayo, registrar la carga máxima aplicada justo antes de la rotura de la placa cerámica. Este valor representa la carga a la rotura y se utiliza para calcular el módulo de rotura.
5. **Cálculo del módulo de rotura en crudo:** Emplear la fórmula siguiente para calcular el módulo de rotura en crudo:

$$\text{Modulo de rotura en crudo} = \frac{\text{Carga a la rotura}}{\text{Área de la sección transversal de la placa cerámica}} \quad (2.3)$$

Donde:

- Carga a la rotura es la carga máxima registrada antes de la rotura.
- El área de la sección transversal de la placa cerámica, es el área de la superficie de rotura de la placa.

Nota: El resultado se expresa en unidades de presión, como MPa (megapascal) o N/mm² (newton por milímetro cuadrado).



Figura 12. Equipo para la determinación del módulo de rotura (Xiang Tan Instrument and Apparatus Co / PSK-500)

2.5.2.2. Determinación de densidad aparente o densidad volumétrica:

Esta prueba se realizó, utilizando un densímetro DDA/2 (SASSUOLOLAB) previamente calibrado para su determinación, mediante los siguientes pasos:

1. Encender el densímetro y calibrar con la glicerina contenida en el mismo.
2. Tomar una muestra aproximada de 2 cm x 2cm de la placa cruda.
3. Introducir la muestra en el soporte del dispositivo y realizar la medición.
4. Finalmente registrar el valor obtenido.



Figura 13. Densímetro DDA/2 (SASSUOLOLAB).

2.5.2.3. Contracción al secado y a la quema:

Este método de contracción de secado y a la quema se lleva a cabo siguiendo el procedimiento establecido en la normativa NTE INEN 10545-3:

1. Medir con el pie de rey, la dimensión de los lados de cada una de las piezas o placas de prueba luego de ser prensadas, registrar este dato como **L1**.
2. Medir al mismo lado que fue tomada la medida **L1**, cada una de las piezas o placas de prueba luego del secado y registrar este dato como **L2**.
3. Quemar las placas en el horno a la temperatura de trabajo.
4. Medir las placas cocidas en el mismo lado que fue tomado el dato **L1** y **L2**, registrar este dato como **L3**.
5. Calcular la contracción:

El porcentaje de la contracción se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Contracción prensado - seco} = \frac{L1 - L2}{L1} \times 100 \quad (2.4)$$

$$\% \text{ Contracción seco - cocido} = \frac{L2 - L3}{L2} \times 100 \quad (2.5)$$

6. La contracción total se calcula:

$$CT = \text{Contracción prensado - seco} + \text{Contracción seco - cocido} \quad (2.6)$$



Figura 14. Placas sometidas a cocción a altas temperaturas.



Figura 15. Placas sometidas a cocción a bajas temperaturas.

2.5.2.4. Índices de absorción de agua:

Este método se basa en la norma técnica NTE INEN - ISO 10545-3, el cual se llevó a cabo mediante el siguiente proceso:

1. **Preparación de las probetas:** Limpiar la placa y verificar que se encuentre libre de cualquier contaminante o suciedad.

2. **Pesado inicial (m_1):** Pesar la placa cerámica y registrar el peso inicial. Anotar este valor para su posterior cálculo.
3. **Inmersión de la placa en agua:** Sumergir completamente la placa cerámica en agua hirviendo. (Las placas fueron sumergidas durante un período de tiempo de 2 horas).
4. **Shock térmico:** Pasado el tiempo de inmersión retirar el agua caliente y colocar agua fría durante 30 minutos.
5. **Secado de las placas:** Después del tiempo de inmersión, retirar la muestra de agua y eliminar cualquier exceso de agua superficial. Puede utilizar una toalla o papel absorbente suave para secar la superficie de la muestra.
6. **Pesado final (m_2):** Pesar nuevamente la placa cerámica después de su inmersión y secado. Registrar el peso final con precisión.
7. **Cálculo del índice de absorción de agua:** Utilizar la fórmula siguiente para calcular el índice de absorción de agua:

$$\text{Índice de absorción de agua} = \frac{(m_2 - m_1)}{(m_1)} * 100 \quad (2.7)$$

Donde:

- m_1 : Peso inicial o peso de la muestra antes de la inmersión en agua.
 - m_2 : Peso final o peso de la muestra después de la inmersión y secado.
8. El resultado se expresa como un porcentaje, que indica la cantidad de agua absorbida en relación al peso inicial de la muestra.



Figura 16. Método de absorción.

2.6. Definición de variables para el diseño experimental:

Se establecieron tres variables de salida en la etapa de screening, con el objetivo de evaluar la influencia que tienen los factores sobre las respuestas. Las variables de estudio corresponden a:

- Brillo
- Fundencia
- Densidad en crudo

Se seleccionaron estas variables de respuesta ya que son las más importantes dentro de la fabricación de esmaltes cerámicos, siendo la densidad una propiedad importante para determinar si el contenido de sólidos del esmalte cerámico se encuentra dentro de los límites planteados por la empresa. Por otro lado, el brillo y la fundencia resultan propiedades importantes después de la cocción ya que son las que proporcionan características al acabado final de la cerámica.

En base a los resultados de los análisis físicos de las materias primas se establecieron los niveles para cada uno de ellos, como se presenta en el **Capítulo III, sección 3.4.1. tabla 17.**

Para la obtención de las variables de salida se elaboró un vidriado básico, el cual, se fundamentó en la mezcla de los diferentes factores en partes. Además, se añadió frita la cual se mantuvo constante en partes durante toda la experimentación y estabilizadores expresados en porcentajes en relación a la cantidad total de material utilizado en cada caso específico. Se utilizaron gramos como referencia a las partes durante toda la experimentación.

Para la adición de agua, se fijó una humedad real en un $32\% \pm 1$, basándonos en pruebas preliminares durante el experimento de máximos, donde se observó la mayor concentración de caolines, lo que implica una mayor demanda de agua.

2.7. Matriz de diseño 2^k :

Considerando los cinco factores que se seleccionaron para estudiarlos, se aplicó un diseño experimental factorial completo a dos niveles, es decir, 2^5 ; el cual indica que se deberán realizar 32 experimentos. Además de esto se seleccionan 4 experimentos adicionales de niveles medios para validación.

2.8. Proceso de experimentación:

Se realizó siguiendo un proceso estructurado compuesto por las etapas que se muestran a continuación. Una vez finalizadas dichas etapas, se procedió a la medición de las respuestas experimentales obtenidas.

2.8.1.1. Desarrollo de Experimentos:

El diseño experimental planteado, formula un orden específico de corrida de los experimentos. A continuación, se presentan los pasos seguidos durante la ejecución del experimento:

- 1. Dosificación de materiales y molienda:** A la sumatoria de los factores seleccionados según la corrida y niveles respectivos, se le adiciona 50 partes de frita, lo que a grandes rasgos representa entre un 40 - 60% de frita FE-3 según corresponda a la corrida, se tomó

300g de la mezcla, ya que esta es la capacidad del molino, adicionalmente, el porcentaje de Carboximetilcelulosa y Tripolifosfato de Sodio, son asignados según bibliografía y valoración interna de la capacidad de cada material dentro de la experimentación, finalmente, se añade agua, que se estableció como fija durante el experimento a una humedad teórica del 32%.

2. **Medida del residuo:** Para validar la suspensión, se llevó a cabo el control del residuo o rechazo en un tamiz de malla ASTM #325.

Nota: Se debe repetir el paso anterior hasta cumplir con el valor de residuo estandarizado según la empresa, modificando el tiempo de molienda.



Figura 17. Molino de bolas.

3. **Determinación de propiedades:**

1. **Medida de la densidad:** Esta prueba se realizó de misma manera como se evidencia en el *literal 2.4.1, sección 2.*
2. **Medida de la humedad real:** Para determinar la humedad real del esmalte cerámico, se aplicó el método de gravimetría siguiendo la normativa NTE INEN 108:2006. El procedimiento se llevó a cabo mediante los siguientes pasos:
 - a. Pesar 10 g de muestra.
 - b. Someter la muestra a la estufa a 90°C durante 20 min.
 - c. Realizar mediciones cada 5 minutos hasta que el peso sea constante.

3. **Medida del tiempo de escurrido:** Esta prueba se realizó de misma manera como se evidencia en el *literal 2.3.1.1, sección 1*.
4. **Almacenamiento:** Se dividió en un 80% y 20%, el 80% fue debidamente etiquetado y sellado herméticamente para prevenir cambios en la humedad a lo largo del tiempo, dada la duración y la cantidad de experimentos planeados. El 20% restante fue secado durante 12 horas a 90°C para obtener una pasta sin humedad. Finalmente, esta fracción fue etiquetada y sellada herméticamente para garantizar la estabilidad.
5. **Elaboración de Probetas para determinar brillo y fundencia:** Se procedió a la fabricación de probetas de ensayo para su posterior quema en el horno. Cada probeta, resultado de cada ensayo, implicó la creación de franjas para evaluar el brillo y conos para determinar la fundencia. Para este proceso, se seleccionaron al azar 18 baldosas crudas con engobe, las cuales fueron divididas a la mitad para obtener 36 baldosas destinadas a cada uno de los experimentos. Tanto las franjas como los conos se dispusieron en la misma baldosa, asegurando que estuvieran sujetas a idénticas condiciones de exposición, como se muestra en la *ilustración 18*.
 - a. **Elaboración de franjas:** La elaboración de franjas se realizó de la misma forma como se muestra en la *sección 2.4. literal 4*.
 - b. **Elaboración de conos:** La elaboración de los conos se llevó a cabo de la misma forma como se evidencia en la *sección 2.4. literal 5*, con la única diferencia que al momento de humectar el polvo se realizó con un porcentaje del 4% a 5% de solución según requiera la materia prima.

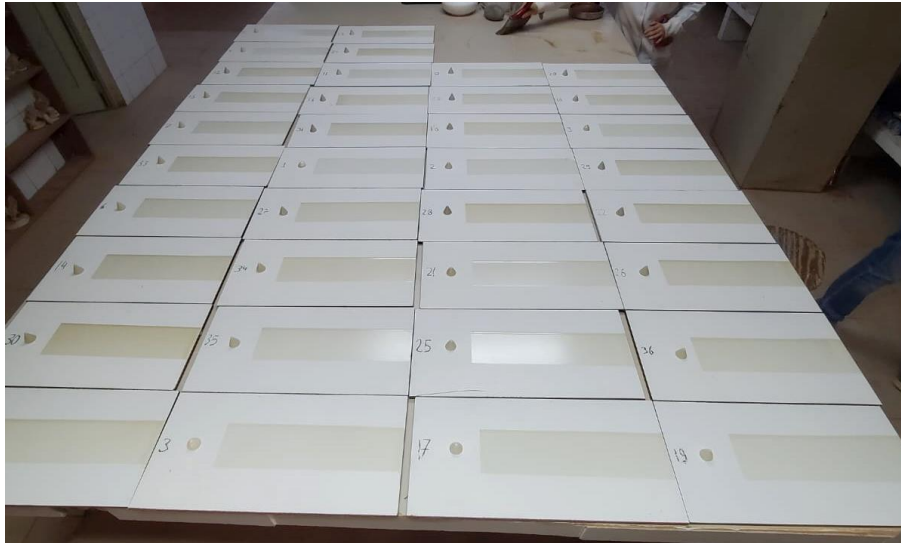


Figura 18. Probetas de ensayo.

- 6. Cocción de las probetas:** Las probetas terminadas se introdujeron en el horno en el mismo orden de ejecución del experimento para que todas sean sometidas a las mismas condiciones de quema. Todas se colocaron en la línea de producción número 1, a una temperatura de 1144°C en un ciclo de quemado de 37 minutos.

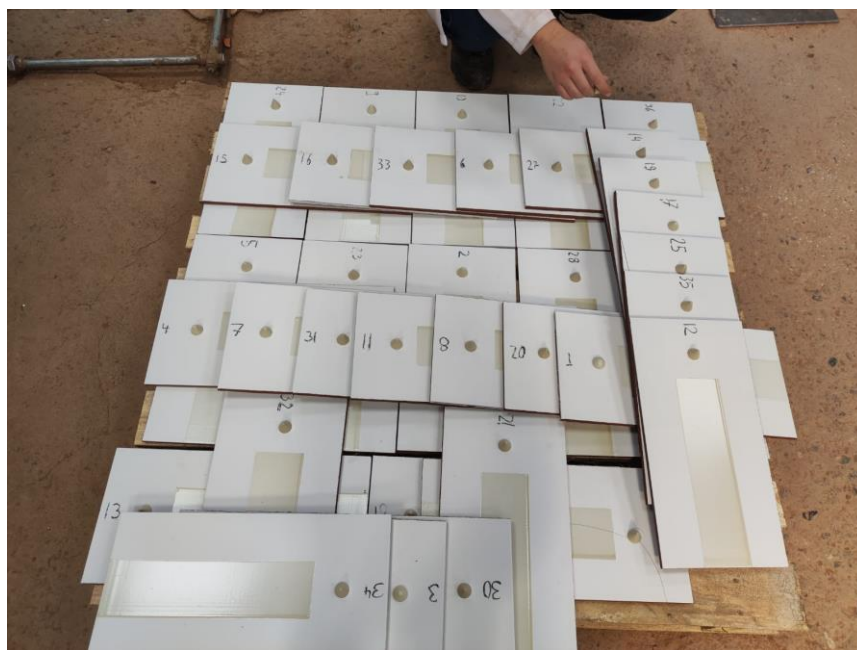


Figura 19. Probetas después de la cocción.

2.9. Obtención de variables de respuesta:

Se obtuvieron las variables de respuesta por triplicado en cada probeta, y se calculó un promedio de las mediciones para reducir la variabilidad externa del experimento.

1. **Medida de la densidad:** Esta prueba se realizó de la misma forma como se ha mencionado anteriormente en el *literal 2.4.1. sección 2.*
2. **Medida del brillo:** Esta prueba se basó en la normativa ISO 2813 tal y como se menciona en el *literal 2.4.1. sección 4.*
3. **Medida de la fundencia:** Esta medida se efectuó de la misma forma que en el *literal 2.4.1. sección 3.*

2.10. Tratamiento de resultados:

Los promedios generales de las mediciones en cada parámetro analizado son los resultados que posteriormente se emplearon para la obtención de contrastes, para la generación del ANOVA.

Debido a la magnitud del experimento, se consideró esencial el uso de software de procesamiento estadístico para reducir la probabilidad de errores y facilitar el análisis. Se optó por el software Minitab (Versión de prueba), el cual, cumple con los requisitos y sintaxis necesarios para la metodología de análisis de varianza previamente establecida.

2.11. Construcción de ANOVA:

Dado que hay tres variables de salida, se realizaron tres ANOVAS, los cuales se llevaron a cabo utilizando la metodología establecida en el *Capítulo I, sección 1.3.* Al tratarse de un análisis preliminar de influencia, es crucial examinar todos los posibles efectos entre las interacciones. Por lo tanto, para obtener los contrastes, se propone una tabla inicial que especifica el nivel necesario en cada interacción, siguiendo la notación de Yates.

2.12. Criterio de selección de factores significativos:

Para el método propuesto, se seleccionaron las siguientes hipótesis previas, basadas en los resultados proporcionados por el ANOVA:

$$H_0 = (\text{Efecto}, A, B, C, D, E, AB, \dots \text{etc}) \approx 0$$

$$H_A = (\text{Efecto}, A, B, C, D, E, AB, \dots \text{etc}) \neq 0$$

Como segundo criterio de selección de factores, se utiliza el valor-p, ya que representa la probabilidad de que un resultado esté dentro del nivel de significancia del análisis. Por lo tanto:

$$\text{Si } P \text{ value} < 0,05, \text{ se rechaza } H_0 \text{ y se acepta } H_A$$

Capítulo III

3. Resultados y Discusiones

Dentro de este capítulo se presenta todos los datos obtenidos en el experimento. Secuencialmente se presentan curvas de defloculación de las materias primas, análisis de fritas, caracterización de materias primas, planteamiento del diseño experimental y las ANOVA de variables de salida.

3.1. Curvas de defloculación de las materias primas:

Es necesario realizar curvas de defloculación de cada materia prima a fin de determinar la cantidad óptima de defloculante a usar con cada una de ellas, ya que este es un valor que se relaciona directamente con la composición mineralógica particular de cada material, en especial con su contenido de sustancia arcillosa coloidal. Este valor es la menor cantidad de defloculante que permite obtener la viscosidad más baja.

Los resultados de las curvas de defloculación de las materias primas se basaron en los datos medidos, los cuales se detallan en los **Anexos A, B, C, D y E**, ubicadas en la **sección de Anexos**.

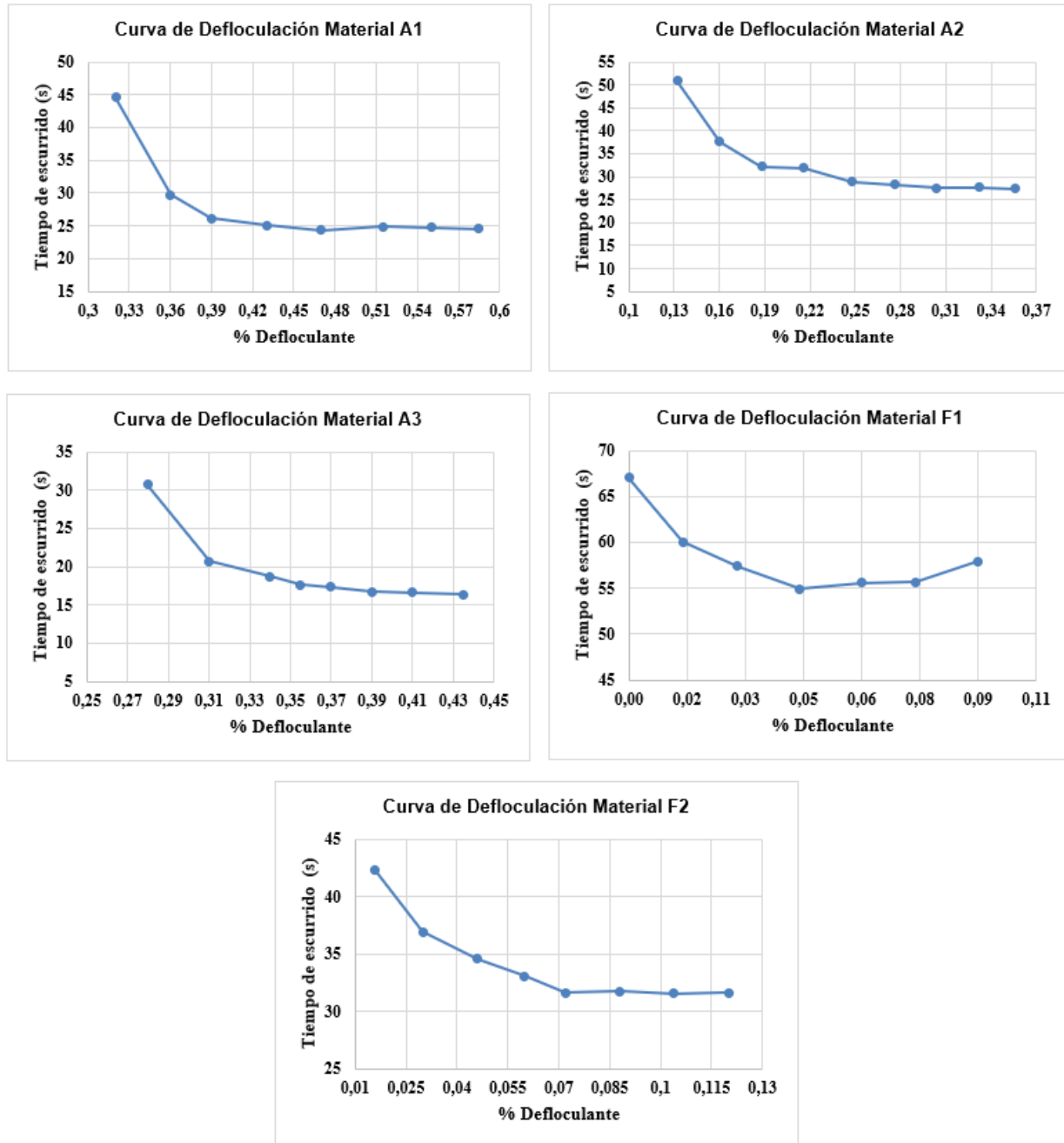


Figura 20. Curvas de defloculación de minerales no metálicos.

Estas curvas de defloculación son utilizados únicamente para el análisis de las materias primas. Según los resultados obtenidos de la **figura 20**, se establecieron las cantidades adecuadas a usar para cada materia prima, con lo que se consigue optimizar el uso de defloculante y agua, se presentan los datos obtenidos en la **tabla 5**:

Tabla 5. Resultados porcentaje de defloculante óptimo aproximado.

Material	% Defloculante
A1	0,4
A2	0,25
A3	0,37
F1	0,04
F2	0,07

Se puede observar que los materiales A1 y A3 requieren mayor cantidad de defloculante que el A2, lo que indica que estos materiales posiblemente tienen más cantidad de arcilla coloidal; en contraste los materiales F1 y F2 requieren muy poca cantidad de defloculante, significando que casi no contienen coloide de arcilla.

3.2. Análisis de fritas:

La **figura 21**, presenta el resultado de quema de la probeta que contiene las cuatro diferentes fritas (FE-1, FE-2, FE-3 y FE-4) consideradas como posibilidad dentro del experimento.



Figura 21. Análisis de Fritas.

Tabla 6. Resultados fundencia de fritas.

Frita	Diámetro (mm)	Brillo (60°)
FE-1	31,19	94,25
FE-2	25,02	94,93
FE-3	23,24	31,2
FE-4	26,4	89,63

De acuerdo con los criterios de selección presentados en el **Capítulo II, literal 2.4.**, se optó por la "frita FE-3" debido a su brillo mate medido a 60°, que registró un valor de 31,20. Esta elección se respalda al contrastar con otras mediciones de brillo que mostraron valores más altos, como se detalla en la **tabla 6**. Además, el análisis mediante el método del botón reveló que la frita FE-3 tiene el menor diámetro relativo, alcanzando 23,24 mm en comparación con las otras tres fritas. Su menor capacidad de fundencia se atribuye a su composición rica en cuarzo y deficiente en fundentes.

3.3. Caracterización de materias primas:

Estos resultados fueron obtenidos siguiendo los lineamientos planteados por la empresa y según lo estipulado en el **Capítulo II, literal 2.5.2**.

Nota: En esta etapa todas las contracciones y absorciones presentadas hacen referencia a valores totales.

3.3.1. Material "A1":

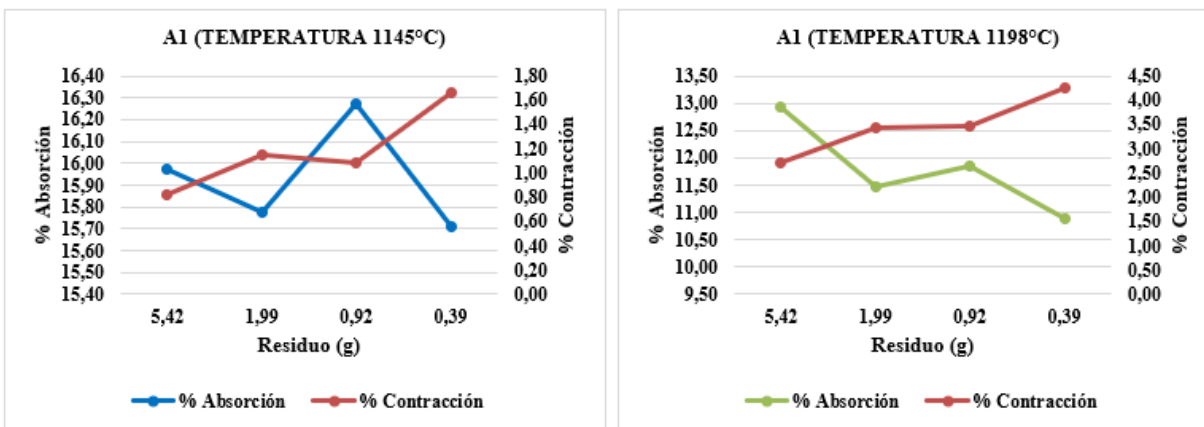


Figura 22. Relación absorción - contracción material A1 distintas temperaturas.

El **Anexo K**, indica que este material requiere una cantidad alta de agua para formar la suspensión, llegando a valores entre 44% y 45% en todos los casos. Los análisis de módulo de rotura en crudo, señala que el material A1 exhibe una resistencia mecánica relativamente alta en comparación con los otros materiales. Esto sugiere la presencia de pequeñas cantidades de montmorillonita que junto con la ligera coloración castaña conducen a deducir que se trata de una arcilla tipo ball clay (Pinto, 2011; SACMI, 2004b; Sánchez et al, 2006).

Según el **Anexo L**, las placas cocidas del material A1 muestran una contracción casi nula a una temperatura de 1145°C, en contraste con las placas a 1198°C, las cuales revelan un ligero aumento. Mientras que, al analizar la absorción del material, se observa que permanece casi constante en las muestras obtenidas a 1145°C y 1198°C, con una ligera disminución en relación a la granulometría y temperatura respectivamente. Además, debido a la falta de vitrificación se sugiere que el material podría estar compuesto de caolines, una ligera presencia de feldespatos y ausencia de sílice libre (SACMI, 2004b).

La **figura 22** se generó a partir de los datos del **Anexo L**, para resaltar la relación entre contracción y absorción con el propósito de determinar el residuo óptimo de trabajo. Según las gráficas, este valor se sitúa en aproximadamente 4 g (± 1 g), que se aproxima al valor de trabajo

utilizado por la empresa. Esto indica la validación del residuo óptimo en términos de granulometría.

3.3.2. Material “A2”:

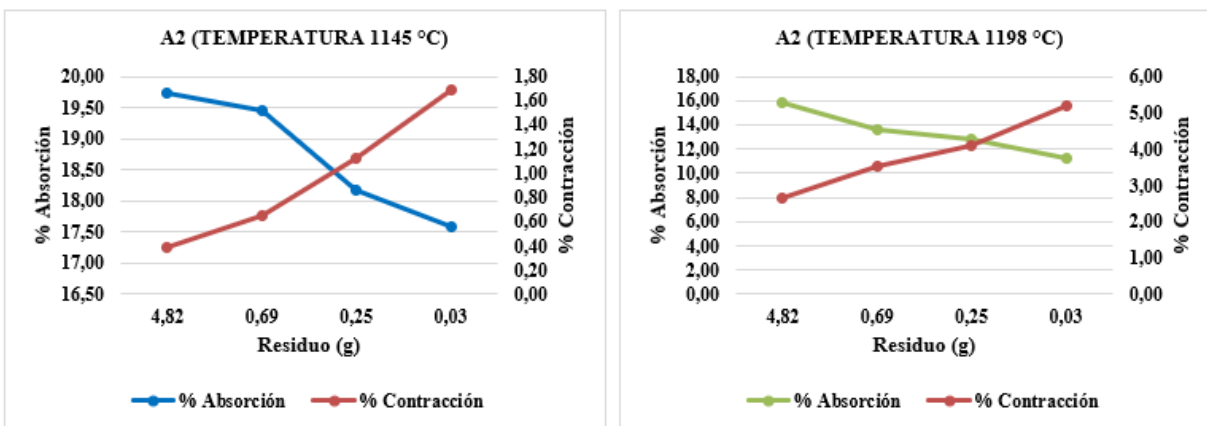


Figura 23. Relación absorción - contracción material A2 distintas temperaturas.

De acuerdo con Cantavella V, (2010), el material A2 puede tratarse de un caolín, ya que las propiedades físicas analizadas corresponden a este tipo de material. La coloración blanquecina observada después de la cocción refuerza la fuerte sugerencia de que el material es un caolín.

También, el material presenta un módulo de rotura en crudo intermedio como se observa en el **Anexo M**, que puede deberse al proceso de compactación y cohesión (g) de las partículas y formación de puentes de agua característicos de los caolines. Cabe destacar, que este material requiere de una cantidad media de agua necesaria para formar la suspensión.

El **Anexo N**, revela que la absorción de agua en las distintas placas cocidas varía entre el 19,74% y el 17,60% a una temperatura de 1145°C. En contraste, con las muestras a 1198°C, se observa una reducción en la absorción, llegando a un 11,22% en la menor granulometría. En cuanto a la contracción, se evidencia un porcentaje mínimo de alrededor del 1%, dependiendo de la granulometría utilizada a una temperatura de 1145°C. Que, al compararlo con el porcentaje de contracción obtenido a 1198°C, se aprecia un aumento hasta 5,21% en la menor granulometría.

Los resultados antes presentados sugieren la presencia en mayor cantidad de caolín y en menor medida de fundentes, los cuales contribuyen a una mayor contracción con el aumento de la temperatura. En cuanto a la absorción, los porcentajes indican el comienzo de la sinterización del material. Sin embargo, al mantenerse en un rango del 11-15%, no son lo suficientemente bajos como para señalar una vitrificación, lo que apunta a una presencia limitada de sílice libre (SACMI, 2004a; Sánchez et al, 2006).

La **figura 23**, se creó a partir de los datos del **Anexo N**, para enfatizar la relación entre contracción y absorción. Estas gráficas exhibieron un residuo óptimo aproximado de 1g con un tiempo de molienda entre los 6 a 9 minutos para ambas temperaturas de quema.

3.3.3. Material A3:

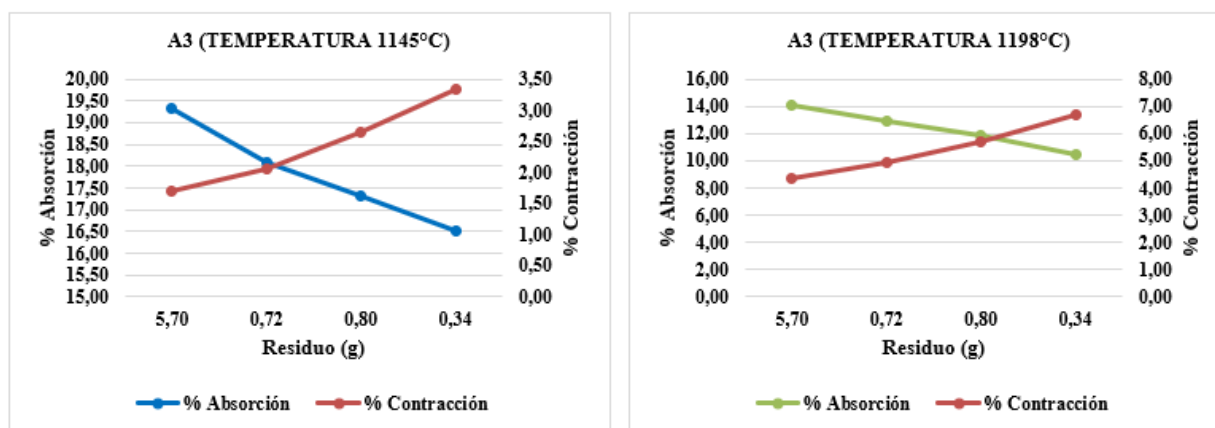


Figura 24. Relación absorción - contracción material A3 distintas temperaturas.

El **Anexo O**, muestra que el material A3 requiere una cantidad de agua similar al material A2 para formar la suspensión. A diferencia del material A2, el módulo de rotura del material A3, se mantiene constante independientemente de la granulometría del material. Por ello, es relevante mencionar que, durante la quema, el material A3 adquiere una coloración blanquecina, lo que refuerza la suposición de su composición, la cual es parecida a la del material A2.

El **Anexo P**, indica que el material A3 muestra características similares al material A2 en términos de comportamiento, pero con la diferencia de que el A3 presenta un mayor porcentaje de contracción en comparación con el material A2, con un 1% en cada una de las placas. Sin embargo, tanto el material A3 como el A2 presentan una contracción relativamente baja, tanto a una temperatura de 1145°C como a una de 1198°C. Mientras que, la absorción presentó un patrón similar al material A2. En resumen, se puede suponer que la composición del material A3 se basa principalmente en caolines y en menor medida en fundentes.

La **figura 24**, se elaboró a partir de los datos del **Anexo P**, para destacar la relación entre contracción y absorción. Estas gráficas exhibieron un residuo óptimo prácticamente igual al del material A2.

3.3.4. Material “F1”:

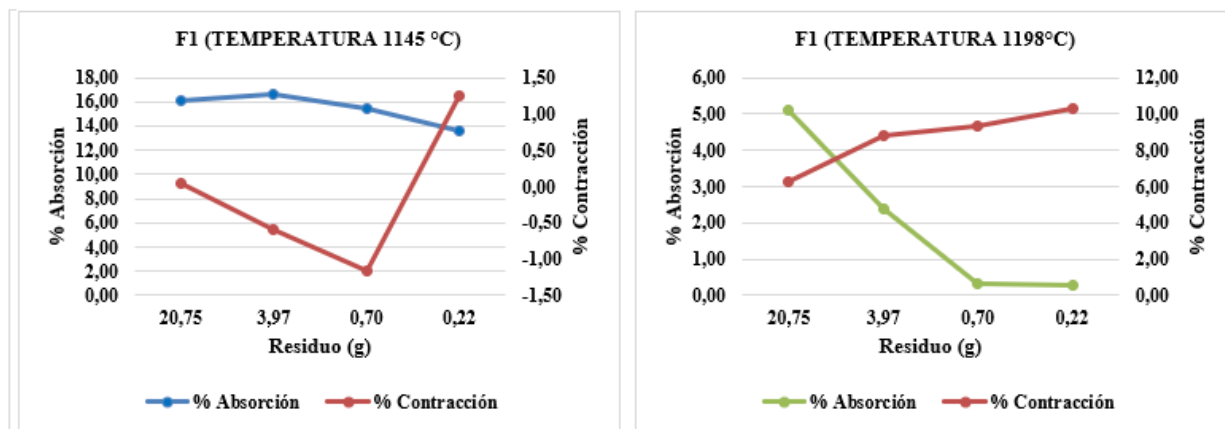


Figura 25. Relación absorción - contracción material F1 distintas temperaturas.

El material F1 muestra a simple vista la presencia de piedras de cuarzo libre y presenta una granulometría grande y una textura arenosa. La coloración rojiza del material quemado sugiere la presencia de óxidos de hierro en su contenido (Rado, 1990; SACMI, 2004a).

De acuerdo al **Anexo Q**, el módulo de rotura en crudo sugiere la presencia de cuarzo, ya que las muestras analizadas mostraron una resistencia mecánica casi nula. Esto podría atribuirse a la

porosidad del cuarzo de cantera, que carece prácticamente de cohesión entre las partículas, como se señala en SACMI (2004a). Es relevante destacar que este material necesita una cantidad relativamente baja de agua para formar la suspensión.

El **Anexo R**, presenta los resultados de la contracción en relación con las temperaturas de cocción. Se observa que a 1145°C prácticamente no hay contracción, lo que indica una ausencia de feldespatos de sodio en casos prácticos. Sin embargo, al contrastar con la contracción obtenida a una temperatura de 1198°C, se aprecia una contracción variable del 6% al 10% en la menor granulometría de molienda. Estos datos sugieren la posibilidad de la presencia de feldespato de potasio, que puede ayudar a solubilizar el cuarzo presente, lo que a su vez incrementa la contracción del material. Ya que a esta temperatura corresponde el inicio de la fundición de este mineral (Tozzi, 1992).

Asimismo, el **Anexo R**, indica que la absorción de agua de estas muestras disminuye proporcionalmente a la granulometría y temperatura, lo que muestra la vitrificación de las partículas de cuarzo que impiden la absorción de agua. La falta de fundición a 1145°C sugiere que la composición del material tiene una mayor proporción de sílice libre, feldespato de potasio y una presencia menor de caolín.

La **figura 25**, se obtuvo a partir del **Anexo R**, para recalcar la relación entre contracción y absorción. Estas gráficas presentaron un residuo óptimo aproximado de 1 g. Las gráficas a diferentes temperaturas revelan notables diferencias en las relaciones entre contracción y absorción. Esto constituye una clara evidencia de que, a temperaturas más elevadas, el material experimenta un proceso de vitrificación.

3.3.5. Material F2:

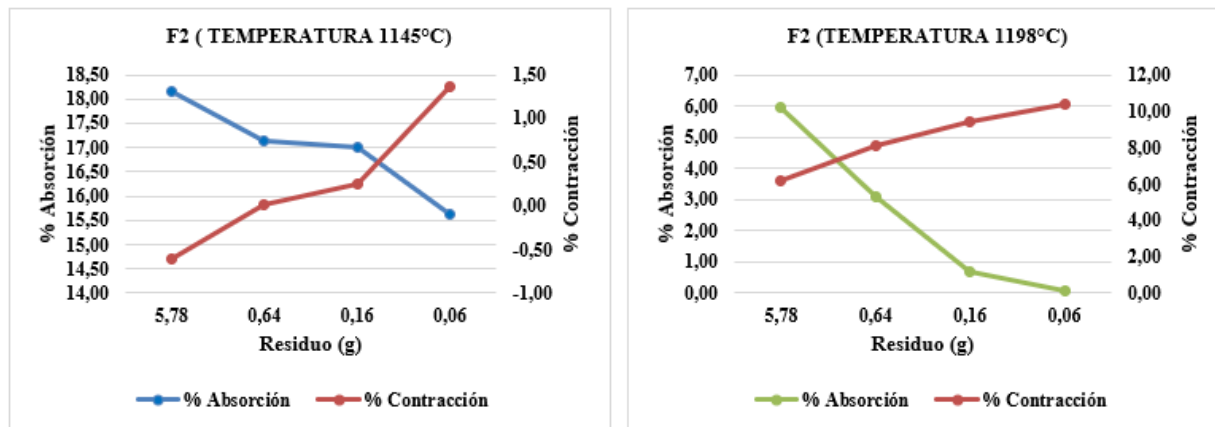


Figura 26. Relación absorción - contracción material F2 distintas temperaturas.

Tras analizar el material F2, se concluye que está principalmente compuesto por feldespatos, con presencia adicional de cuarzo y caolinita en menor medida. Estos elementos influyen en la capacidad de fundición del material, afectando la contracción, absorción de agua, módulo de rotura y humedad necesaria para la fluidez del material. Estos resultados se comparan con la referencia de materiales similares en SACMI (2004b).

Al analizar el módulo de ruptura del material F2, mostrado en el **Anexo S**, se observa una baja resistencia mecánica, indicativa de la presencia de materiales magros. Se sugiere que este material podría ser feldespático, ya que no muestra cohesión entre las partículas, como se describe en SACMI (2004a). Otro indicador claro de la presencia de materiales magros es la humedad requerida para lograr la fluidez adecuada en la barbotina, que es del 29%.

El **Anexo T**, muestra el comportamiento del material F2, el cual presenta una contracción casi nula en las placas quemadas a 1145°C, además de una absorción considerable de agua a esta temperatura. En comparación, a 1198°C, se observa una contracción notablemente elevada y una reducción prácticamente a cero en la absorción de agua en la muestra de menor granulometría. Estos resultados sugieren la presencia elevada de feldespatos en el material, ya

que los mismos funden a esta temperatura. Además de los feldespatos, es probable que exista la presencia de cuarzos, ya que las placas vitrifican (SACMI, 2004a; Tozzi, 1992).

La **figura 26** se generó a partir de los datos del **Anexo T**, para resaltar la conexión entre contracción y absorción. Estas gráficas mostraron un residuo óptimo aproximado de 1 g. Las gráficas a diferentes temperaturas revelan notables diferencias en las relaciones entre contracción y absorción. Esto constituye una clara evidencia de que, a temperaturas más elevadas, el material experimenta un proceso de vitrificación.

3.4. Planteamiento del diseño experimental:

3.4.1. Selección de niveles para materias primas:

Los niveles seleccionados se fundamentaron en los análisis físicos previos realizados a las materias primas planteadas para tener una referencia sobre su posible composición química aproximada, en la **tabla 7** se presentan los motivos por los cuales se seleccionaron los niveles que se presentan posteriormente en la matriz del diseño experimental en la **tabla 8**.

Tabla 7. Niveles de diseño "Alto" y "Bajo" o "+1" y "-1".

ID	MOTIVO
A1	Una pequeña cantidad de ball clay mejora la suspensión, pero su adición no puede ser demasiado elevada, ya que puede resultar en una coloración no deseada después de la cocción, afectando al esmalte. Además, en estado crudo, el material A1 presenta un alto consumo de agua y defloculante, debido al mayor contenido de partículas finas, lo que podría afectar la viscosidad del esmalte.
A2	Presenta propiedades ideales como suspensionante, pero su uso en exceso podría generar un esmalte mate. Su cantidad, está limitado por la vitrificación requerida en el esmalte para evitar la absorción de humedad.
A3	Los niveles del material A3 son idénticos a los del material A2, ya que comparten las mismas características.
F1	Cantidades elevadas podrían afectar la temperatura de fusión debido a su alto contenido de sílice libre. Asimismo, puede ocasionar una coloración no deseada después de la cocción debido a la presencia de contaminantes. La incorporación de este material es necesaria hasta cierto límite para sustituir a los formadores de vidrio, además de la frita.
F2	La adición de este material debe realizarse proporcionalmente a la cantidad de materiales formadores de vidrio, ya que ayuda a reducir el punto de fusión de la sílice libre.

3.4.2. Matriz de diseño y orden de experimentación:

La matriz del diseño fue elaborada con el uso de un programa de procesamiento de datos denominado Minitab (versión de prueba) y presenta la corrida aleatoria para la ejecución de los experimentos, la cual se muestra a continuación en la **tabla 8**:

Tabla 8. Matriz de diseño 2^k.

OrdenEst	OrdenCorrida	A1	A2	A3	F1	F2
24	1	3,00	12,00	12,00	30,00	20,00
9	2	8,00	5,00	5,00	15,00	8,00
5	3	3,00	5,00	12,00	15,00	8,00
10	4	8,00	12,00	5,00	15,00	8,00
22	5	3,00	12,00	12,00	15,00	20,00
23	6	3,00	5,00	12,00	30,00	20,00
2	7	3,00	12,00	5,00	15,00	8,00
28	8	8,00	12,00	5,00	30,00	20,00
36	9	5,50	8,50	8,50	22,50	14,00
29	10	8,00	5,00	12,00	15,00	20,00
13	11	8,00	5,00	12,00	15,00	8,00
15	12	8,00	5,00	12,00	30,00	8,00
18	13	3,00	12,00	5,00	15,00	20,00
16	14	8,00	12,00	12,00	30,00	8,00
4	15	3,00	12,00	5,00	30,00	8,00
26	16	8,00	12,00	5,00	15,00	20,00
33	17	5,50	8,50	8,50	22,50	14,00
6	18	3,00	12,00	12,00	15,00	8,00
27	19	8,00	5,00	5,00	30,00	20,00
7	20	3,00	5,00	12,00	30,00	8,00
31	21	8,00	5,00	12,00	30,00	20,00
11	22	8,00	5,00	5,00	30,00	8,00
8	23	3,00	12,00	12,00	30,00	8,00
20	24	3,00	12,00	5,00	30,00	20,00
1	25	3,00	5,00	5,00	15,00	8,00
14	26	8,00	12,00	12,00	15,00	8,00
19	27	3,00	5,00	5,00	30,00	20,00
17	28	3,00	5,00	5,00	15,00	20,00

25	29	8,00	5,00	5,00	15,00	20,00
35	30	5,50	8,50	8,50	22,50	14,00
12	31	8,00	12,00	5,00	30,00	8,00
32	32	8,00	12,00	12,00	30,00	20,00
21	33	3,00	5,00	12,00	15,00	20,00
30	34	8,00	12,00	12,00	15,00	20,00
3	35	3,00	5,00	5,00	30,00	8,00
34	36	5,50	8,50	8,50	22,50	14,00

3.5. ANOVA variable de salida brillo:

Los datos fueron obtenidos siguiendo el procedimiento descrito en el **Capítulo II, literal 2.4.1, sección 4**. Los resultados se encuentran en el **Anexo V**. Estos datos fueron ingresados en el programa de procesamiento de datos Minitab (versión de prueba), el cual generó automáticamente el ANOVA para la variable de salida “brillo”. Inicialmente, al carecer de un punto de referencia, se realizó un análisis general que abarcó todos los datos y las interacciones relevantes en el ANOVA.

Los valores obtenidos en el **Anexo Y**, ayudan a contrastar la suma de cuadrados de los efectos entre todas las interacciones, obteniendo un valor F que es igual a la suma de cuadrados medios sobre la suma del error medio. Es evidente que los valores F, de las interacciones de tercer, cuarto y quinto nivel son muy pequeñas, por lo tanto, presentan una influencia relativamente insignificante, por ende, según Gutiérrez (2008), los mismos pueden ser eliminados en el posterior análisis, manteniendo los efectos de primer y segundo orden, ya que no se busca aumentar el error excesivamente. Según menciona Lind et al, (2012), es importante analizar el valor-p, cuando este valor es inferior al valor de significancia el cual indica que la hipótesis nula es verdadera.

Tabla 9. Resumen del modelo variable brillo.

S	R²	R²_{aj}
11,46	95,91%	52,24%

Para la colapsación del diseño, se utiliza el R^2_{aj} del modelo en el ANOVA preliminar. A medida que se eliminan los efectos no significativos, el valor del R^2_{aj} aumenta. Gutiérrez (2008), menciona que, si al eliminar un efecto, el R^2_{aj} disminuye en un 3% o más, esto indica que probablemente ese efecto no debe ser excluido.

La **tabla 9**, muestra que el ANOVA preliminar obtuvo un R^2_{aj} de 52,24%. Este valor se utilizará como punto de partida para realizar la colapsación del diseño. El objetivo es eliminar los efectos no significativos y retener aquellos que contribuyen de manera significativa al modelo (Lind et al, 2012).

- **Ecuación de regresión en unidades no codificadas**

$$\begin{aligned}
 \text{Brillo} = & 70 + 3,1 A2 + 3,9 F2 - 1,6 A3 - 2,0 A1 + 1,3 F1 - 0,47 A2*F2 - 0,04 A2*A3 \\
 & - 0,06 A2*A1 - 0,08 A2*F1 - 0,27 F2*A3 - 0,33 F2*A1 - 0,190 F2*F1 + 0,57 A3*A1 \\
 & + 0,12 A3*F1 + 0,17 A1*F1 + 0,026 A2*F2*A3 + 0,049 A2*F2*A1 + 0,0159 A2*F2*F1 \\
 & - 0,108 A2*A3*A1 - 0,037 A2*A3*F1 - 0,047 A2*A1*F1 + 0,009 F2*A3*A1 \\
 & + 0,0049 F2*A3*F1 + 0,010 F2*A1*F1 - 0,068 A3*A1*F1 - 0,0007 A2*F2*A3*A1 \\
 & + 0,00005 A2*F2*A3*F1 - 0,0011 A2*F2*A1*F1 \\
 & + 0,0148 A2*A3*A1*F1 + 0,0008 F2*A3*A1*F1 \\
 & - 0,00021 A2*F2*A3*A1*F1 + 5,25 \text{ Pt Ctral}
 \end{aligned}
 \tag{3.1}$$

El análisis de regresión de la **ecuación 3.1** permite obtener una estimación del brillo al agregar cada uno de los factores según las proporciones establecidas. Esta ecuación resulta útil al calcular los residuos, ya que representan la diferencia entre el valor teórico y el valor observado.

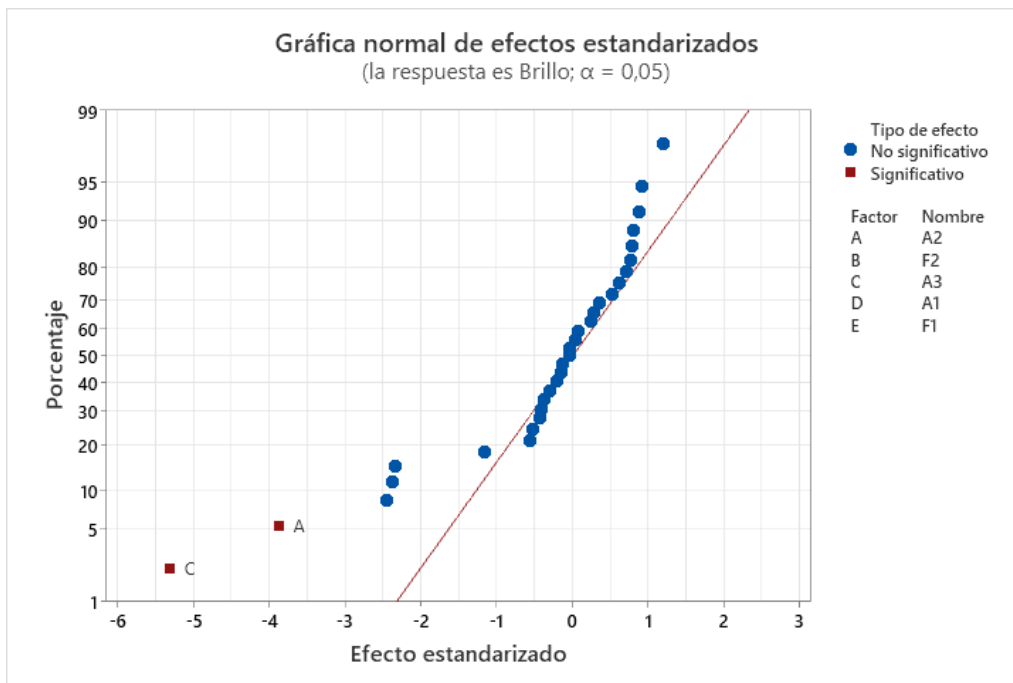


Figura 27. Gráfica normal de efectos estandarizados variable brillo.

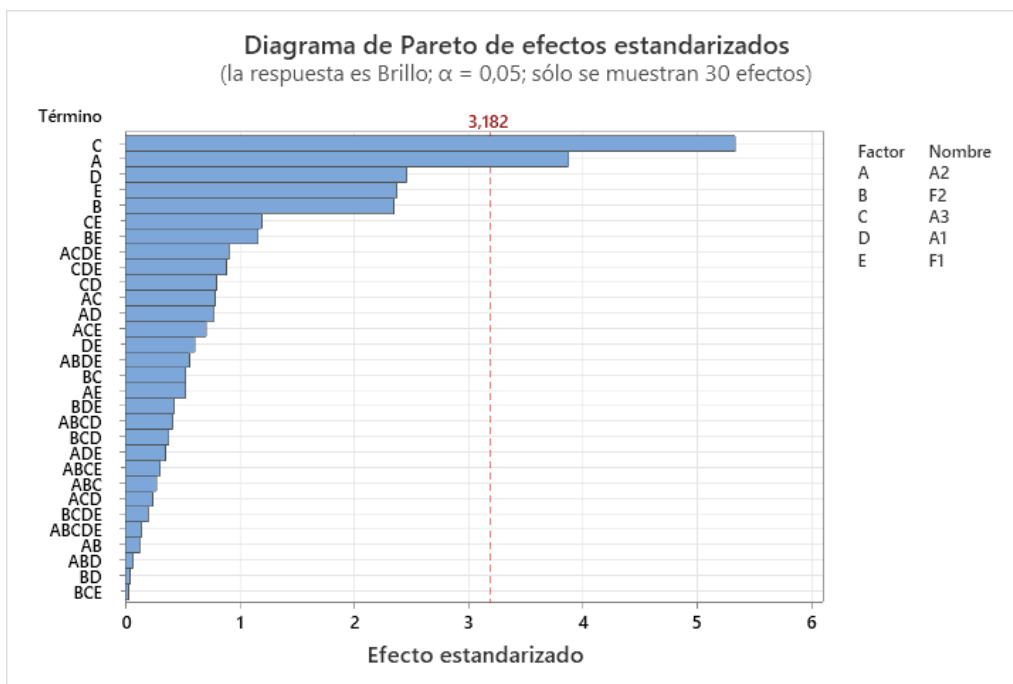


Figura 28. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados variable brillo.

Tanto la **figura 27** como la **figura 28** resaltan la presencia de dos factores específicos que exhiben interacciones fuera de la desviación estándar de la línea de probabilidad normal.

Tomando referencia de un ejemplo del libro de Gutiérrez (2008), se estableció que, estos factores, identificados como C y A, muestran efectos significativos con un valor observado de 131,32 en comparación con el error estándar del efecto. Los valores de los efectos de C y A presentan un valor de 1972,71 y 3727,08 respectivamente que, al dividirse para el valor del error estándar, se obtienen magnitudes de efecto de 15,02 y 28,38 respectivamente. Estos valores superan significativamente el umbral estándar de 3,182, lo que indica una alta significancia en el análisis.

Además, en la **figura 28**, se pueden visualizar los valores reales de los efectos estandarizados. Este diagrama de Pareto se utiliza para determinar la significancia de cada factor y sus interacciones correspondientes. Se establece que cualquier efecto que supere el valor de 3,182 se considera significativo, lo cual indica que está fuera de los límites establecidos por el nivel de significancia para este análisis del tratamiento en general (Dagnino, 2014).

3.4.1. Colapsación del diseño variable brillo:

De la misma forma que en el análisis preliminar, los valores obtenidos en el **Anexo AA**, muestran que las interacciones de según nivel tienden a no tener influencia, pero estas son mantenidas debido a que presentar una influencia relativamente mayor a las interacciones de orden superior (Gutiérrez, 2008). En este ANOVA colapsado, es importante analizar los valores p que tienden a 0, lo que asegura que se acepta la hipótesis alternativa que en otras palabras evidencian la influencia de los factores A1, A2, A3, F1 y F2.

Tabla 10. Resumen del modelo, colapsación de diseño variable brillo.

S	R ²	R ² _{aj}	R ² _{pred}
6,62	91,34%	84,04%	74,44%

Como se muestra en la **tabla 10**, se llegó a un R²_{aj} final de 84,04%, que corresponde al mejor ajuste para el ANOVA.

- **Ecuación de regresión en unidades no codificadas**

$$\begin{aligned} \text{Brillo} = & 147,9 - 4,83 A2 + 0,555 F2 - 5,90 A3 - 6,12 A1 - 1,49 F1 - 0,0097 A2 \cdot F2 \\ & + 0,1300 A2 \cdot A3 + 0,178 A2 \cdot A1 + 0,0510 A2 \cdot F1 - 0,0409 F2 \cdot A3 - 0,0047 F2 \cdot A \\ & - 0,0524 F2 \cdot F1 + 0,185 A3 \cdot A1 + 0,1152 A3 \cdot F1 + 0,0821 A1 \cdot F1 + 5,25 \text{ Pt Ctrial} \end{aligned}$$

(3.2)

De la misma forma que en el análisis preliminar la **ecuación 3.2**. permite dar un valor aún más aproximado o reducir la diferencia entre los valores teóricos y medidos.

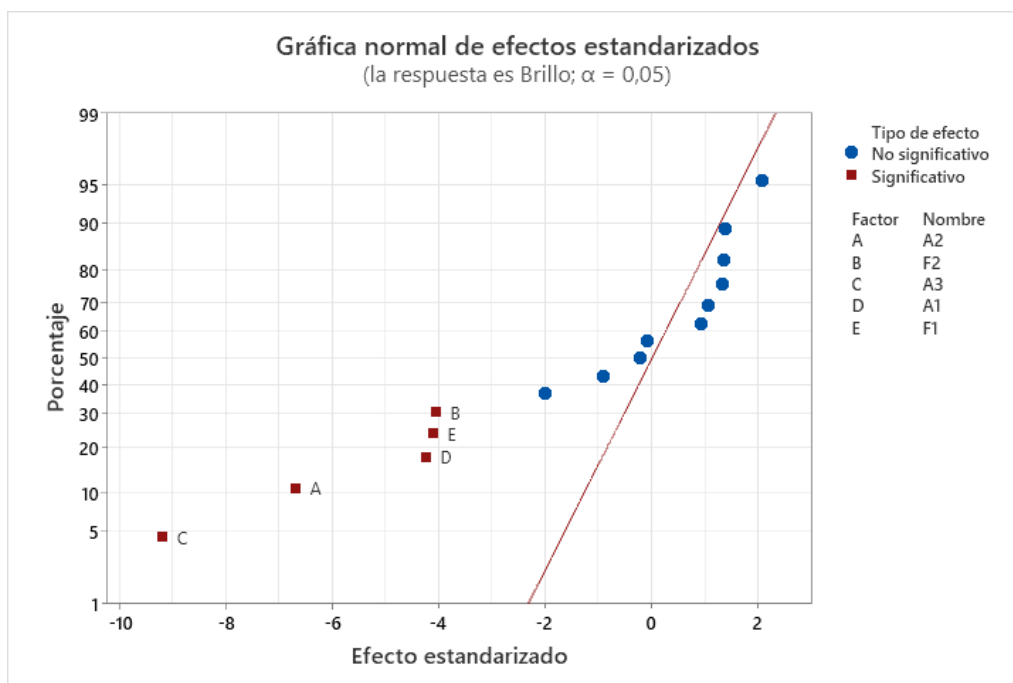


Figura 29. Gráfica normal de efectos estandarizados, colapsación de diseño variable brillo.

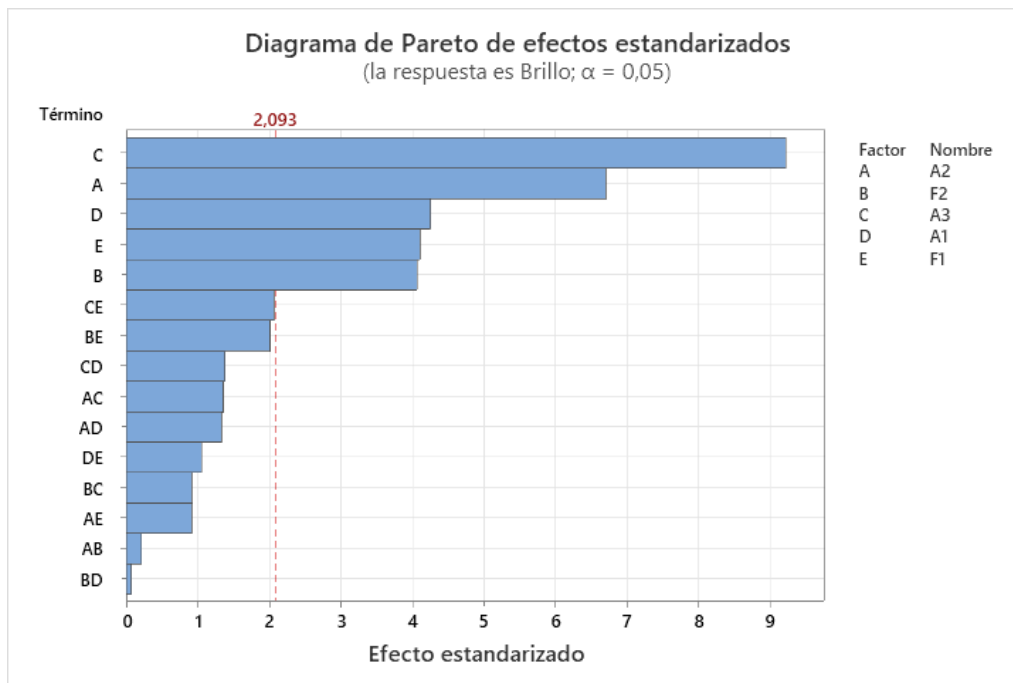


Figura 30. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados, colapsación de diseño variable brillo.

Las **figuras 29 y 30**, destacan cinco factores específicos que presentan interacciones que se encuentran fuera de la desviación estándar de la línea de probabilidad normal, lo cual indica que tienen efectos significativos. Los factores C, A, D, E, y B, presentan la mayor influencia con respecto al error estándar del efecto. Es decir, el valor del error estándar del efecto es igual a 2,093, el cual, es considerablemente menor a los valores de 9,215 y 6,705 respectivamente de los factores de C y A, presentados en el Diagrama de Pareto de efectos estandarizados.

El **Anexo AB**, de probabilidad normal muestra que, en la segunda etapa del análisis de los resultados, se cuenta con más valores pertenecientes al error respectivo del planteamiento, por lo que, en este punto se puede realizar un análisis más profundo con respecto a la normalidad del tratamiento. La grafica exhibe que aparentemente algunos datos interfieren en la obtención de una distribución normal, sin embargo, se asume que los datos si cumplen con la normalidad y homocedasticidad requerida por el experimento, debido a la cantidad de datos que se está empleando y, además, debido a que se trata de un ANOVA para un diseño factorial completo.

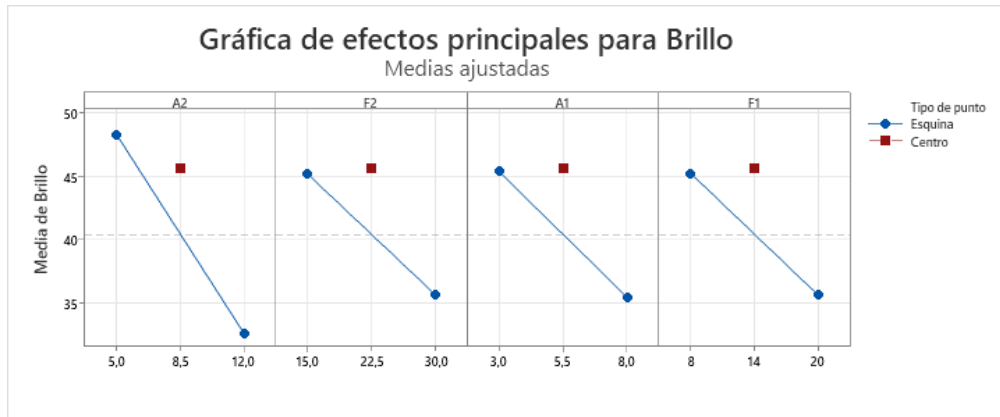


Figura 31. Efectos principales colapsación de diseño variable brillo.

Como se ilustra en la **figura 31**, la presencia de todos los factores en el experimento conlleva a una disminución del brillo, y viceversa, su ausencia resulta en un aumento proporcional del brillo. Se debe prestar especial atención a los factores A2 y A3, ya que provocan una disminución más pronunciada en el brillo en comparación con los demás factores.

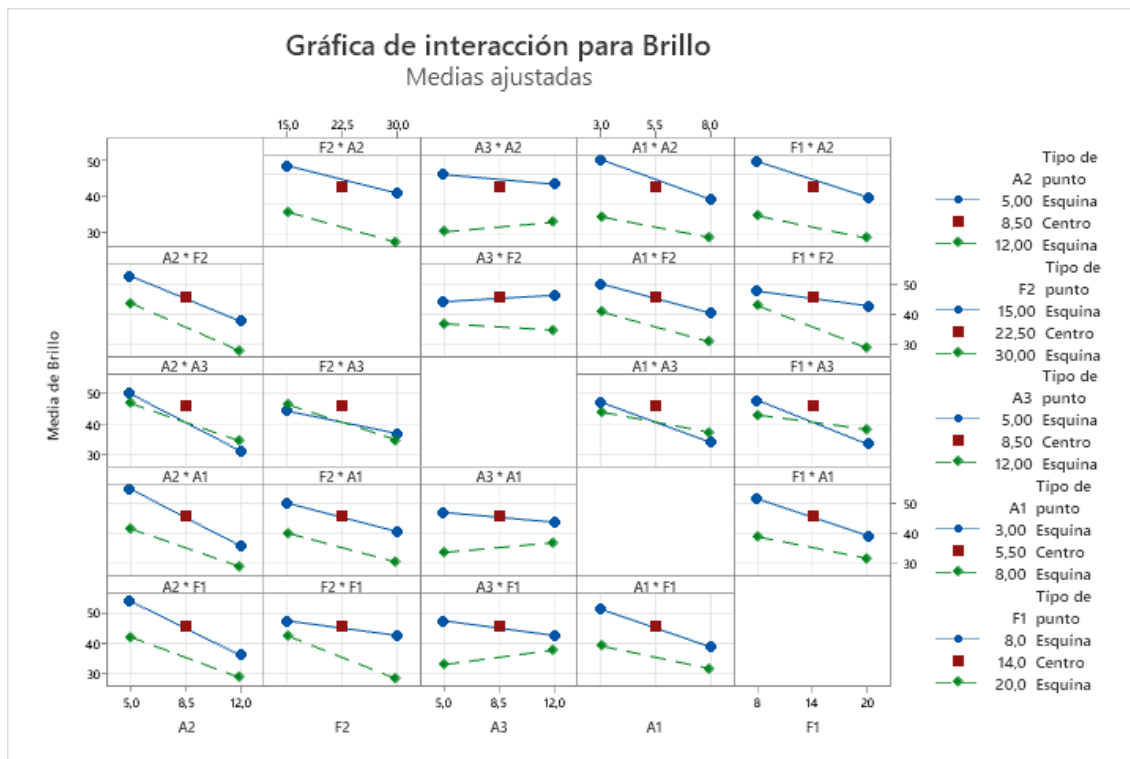


Figura 32. Interacción colapsación de diseño variable brillo.

En el eje horizontal central de la **figura 32**, se destacan las interacciones dobles del material A3, las cuales son las únicas con un cruce claramente evidente, lo que conlleva que las interacciones

con el resto de materiales analizados están sujetas a los niveles del material A3. Por lo tanto, estas interacciones dobles del material A3 deberán someterse a análisis adicionales en etapas posteriores.

Los resultados previamente discutidos tienen respaldo físico y estadístico, ya que los análisis físicos realizados en diversas pruebas reflejan las propiedades intrínsecas de cada material. En la formulación de un esmalte cerámico, la frita es el principal contribuyente al brillo, y la adición de otros materiales lo reduce, como se evidencia en los gráficos anteriores. Los materiales A2 y A3, caolines, son los más influyentes en esta propiedad debido a su naturaleza química. La inclusión de los materiales A1, F1 y F2 también afecta negativamente el brillo.

3.5. ANOVA variable de salida fundencia:

Los datos fueron recopilados siguiendo el procedimiento descrito en el **Capítulo II, literal 2.4.1, sección 3**. Los resultados se encuentran detallados en el **Anexo V**.

El **Anexo AE**, muestra valores F, y ninguno de ellos supera el error del efecto estandarizado. Esto se respalda con el valor-p, confirmando que ninguno es menor al nivel de significancia. En consecuencia, se acepta la hipótesis nula, indicando que no hay una representación significativa de los efectos de los factores.

Tabla 11. Resumen del modelo variable fundencia.

S	R ²	R ² _{aj}
0,29	91,21%	0,00%

El hecho de que el R²_{aj} en el análisis preliminar sea igual a cero sugiere que el modelo no se ajusta a los datos, indicando la posibilidad de que no haya ninguna influencia entre los valores analizados, como se observa en la **tabla 11**.

- **Ecuación de regresión en unidades no codificadas**

$$\begin{aligned}
 \text{Diámetro (mm)} = & 30,03 - 0,201 A2 - 0,093 F2 - 0,843 A3 - 0,43 A1 - 0,306 F1 - 0,0126 A2 * F2 \\
 & - 0,0027 A2 * A3 - 0,069 A2 * A1 - 0,0068 A2 * F1 + 0,0106 F2 * A3 - 0,0095 F2 * A1 \\
 & - 0,0025 F2 * F1 + 0,033 A3 * A1 + 0,0315 A3 * F1 - 0,0092 A1 * F1 \\
 & + 0,00204 A2 * F2 * A3 + 0,00495 A2 * F2 * A1 + 0,00154 A2 * F2 * F1 + 0,0119 A2 * A3 * A1 \\
 & + 0,00192 A2 * A3 * F1 \\
 & + 0,00782 A2 * A1 * F1 + 0,00112 F2 * A3 * A1 + 0,00026 F2 * A3 * F1 \\
 & + 0,00216 F2 * A1 * F1 + 0,00148 A3 * A1 * F1 - 0,000657 A2 * F2 * A3 * A1 \\
 & - 0,000202 A2 * F2 * A3 * F1 - 0,000459 A2 * F2 * A1 * F1 - 0,001067 A2 * A3 * A1 * F1 \\
 & - 0,000229 F2 * A3 * A1 * F1 + 0,000056 A2 * F2 * A3 * A1 * F1 + 0,023 \text{ Pt Ctral}
 \end{aligned}$$

(3.3)

Según el análisis de regresión de la **ecuación 3.3** se puede obtener una aproximación de la fundencia en relación a la temperatura de quema de las probetas.

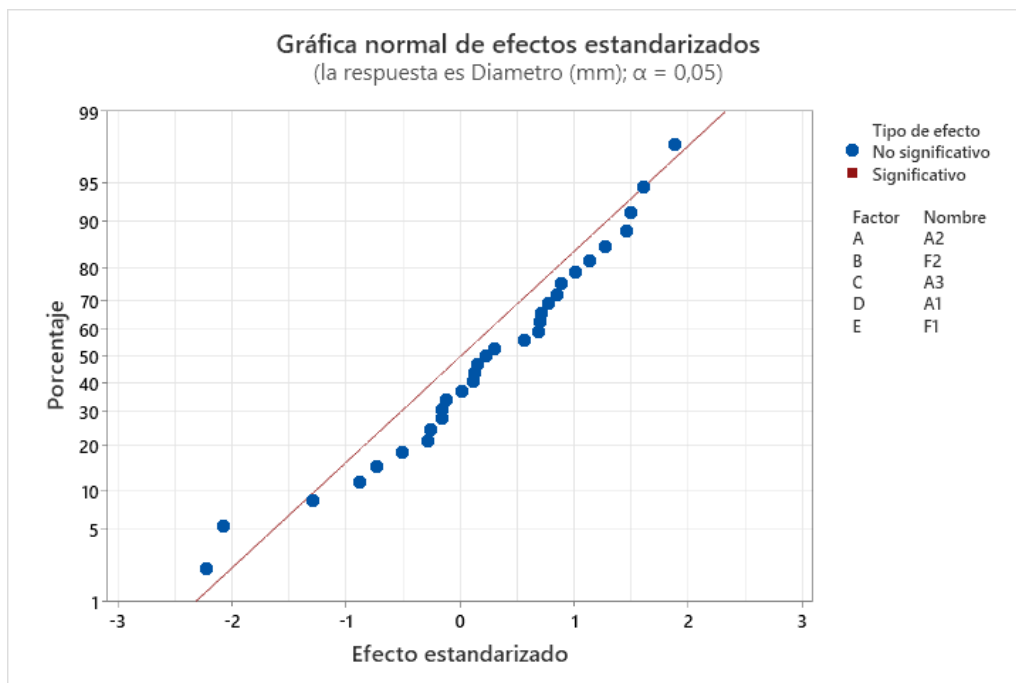


Figura 33. Gráfica normal de efectos estandarizados variable fundencia.

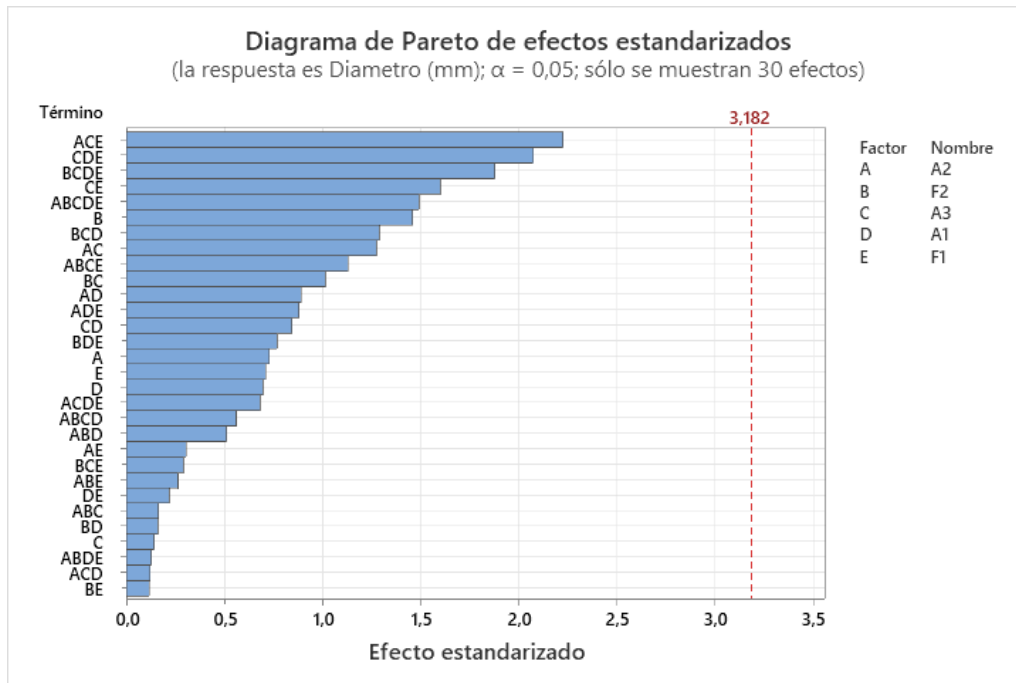


Figura 34. Diagrama de Pareto variable fundencia.

Los datos de los análisis representados en la **figura 33** muestran una distribución estándar en contraste con la línea de distribución normal, como se evidencia. Mientras que en la **figura 34**, el diagrama de Pareto, revela un crecimiento proporcional, en el efecto de cada interacción con respecto a las otras, en donde se puede apreciar que existe un crecimiento constante en los datos de los efectos, indicando una tendencia hacia una distribución normal estandarizada.

3.5.1. Colapsación de diseño variable fundencia:

Como se evidenció en el ANOVA preliminar, no hay ninguna influencia que supere el error medio estandarizado, lo que se refleja en un R^2_{aj} igual a cero. Ante esto, se opta por realizar la colapsación del diseño con el fin de corroborar los datos del diseño preliminar y aumentar el error medio estandarizado.

El **Anexo AG**, presenta los valores F de tal forma que ninguno de estos es superior al error del efecto estandarizado así corroborando en el valor-p que ninguno de ellos es inferior al valor de

significancia, por lo tanto, se acepta la hipótesis nula, indicando que no hay una representación significativa de los efectos de los factores.

Tabla 12. Resumen del modelo, colapsación de diseño variable fundencia.

S	R ²	R ² _{aj}	R ² _{pred}
0,33	30,99%	0,00%	0,00%

En este punto, se logra un ANOVA más confiable al aumentar los grados de libertad del error. Sin embargo, al igual que en el ANOVA preliminar, el R²_{aj}, como se observa en la **tabla 12**, no experimenta cambios. Esto indica que los datos siguen la misma tendencia y, por ende, no existen factores que contribuyan significativamente al modelo.

- **Ecuación de regresión en unidades no codificadas:**

$$\begin{aligned}
 \text{Diámetro (mm)} = & 23,46 - 0,0965 A2 - 0,0066 F2 - 0,1711 A3 - 0,073 A1 - 0,0409 F1 \\
 & + 0,00003 A2*F2 + 0,00538 A2*A3 + 0,00526 A2*A1 + 0,00075 A2*F1 \\
 & + 0,00200 F2*A3 - 0,00045 F2*A1 + 0,00013 F2*F1 + 0,00499 A3*A1 \\
 & + 0,00394 A3*F1 + 0,00076 A1*F1 + 0,023 \text{ Pt Ctral}
 \end{aligned}
 \tag{3.4}$$

La **ecuación 3.4**, al igual que la **ecuación 3.3**, resulta útil, ya que después de la colapsación se obtiene un R²_{aj} que tiende a cero. Dado que no hay factores que alteren la normalidad de los datos, la discrepancia entre los valores teóricos y medidos influye directamente en la variabilidad de los residuos, manteniéndolos relativamente bajos. En consecuencia, la diferencia entre los valores teóricos y reales de ambas ecuaciones, en términos prácticos, no representa ninguna diferencia significativa.

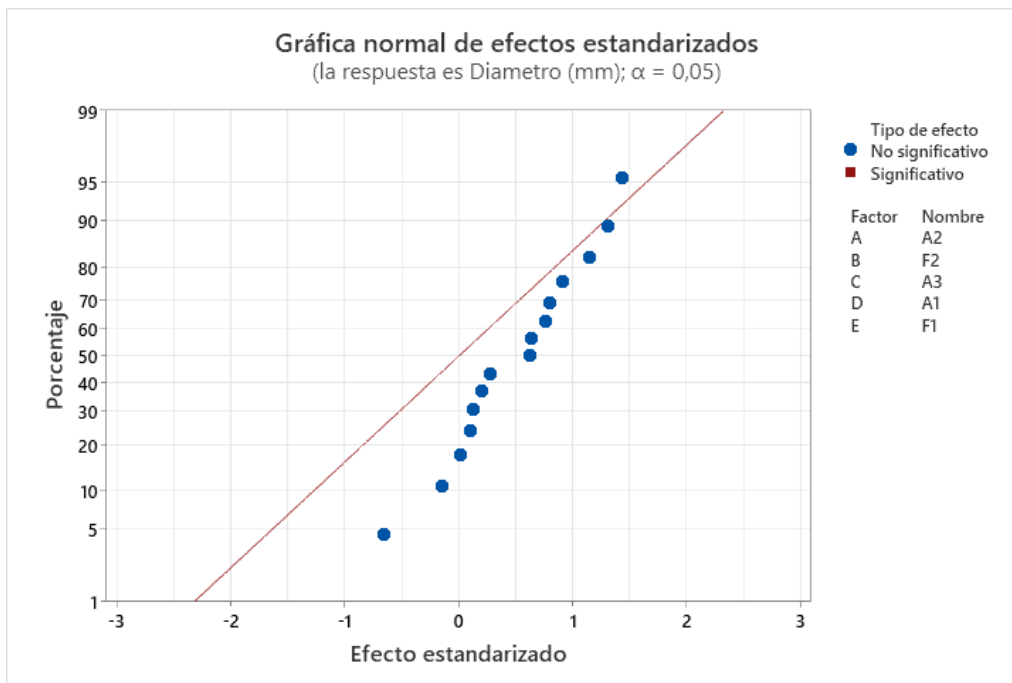


Figura 35. Grafica normal de efectos estandarizados ANOVA colapsado Diámetro.

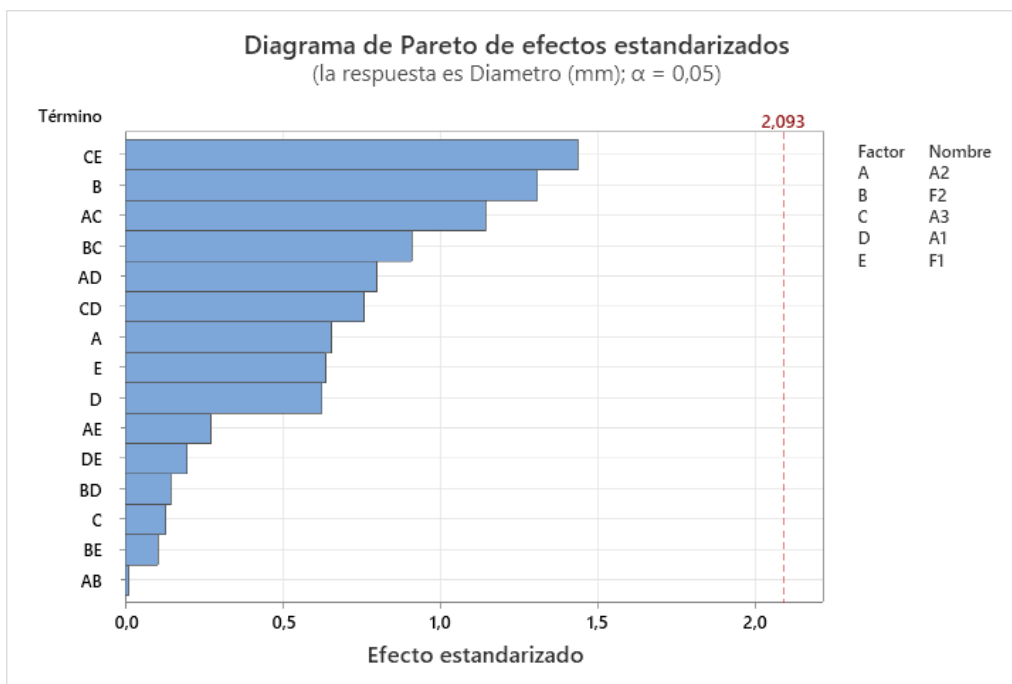


Figura 36. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados ANOVA colapsado diámetro.

Los datos de los análisis, representados en la **figura 35**, exhiben una distribución estándar en contraste con la línea de distribución normal, como se puede observar. Mientras que, en la **figura 36**, el diagrama de Pareto, muestra un crecimiento proporcional en el efecto de cada interacción con respecto a las demás, donde no se observa un incremento pronunciado en los datos de los efectos. Por lo tanto, se sugiere que existe una tendencia hacia una distribución normal estandarizada. La tendencia de los datos es coherente con el ANOVA preliminar, sin embargo, en este caso, se puede validar de manera más robusta debido al aumento de los grados de libertad en el error, contribuyendo a un ANOVA más confiable.

El **Anexo AH**, asume que los datos cumplen con la normalidad y homocedasticidad necesarias para el experimento.

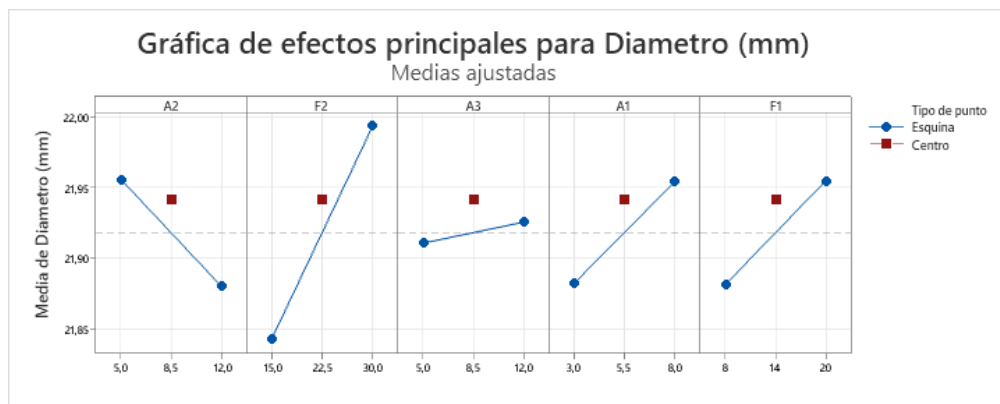


Figura 37. Gráficos factoriales de efectos principales para fundencia.

Como se aprecia en la **figura 37**, el material A2 presenta un comportamiento refractario, siendo el único que disminuye la fundencia a medida que aumenta su proporción. A diferencia de los demás materiales que aumentan la fundencia a diferentes niveles según su proporción.

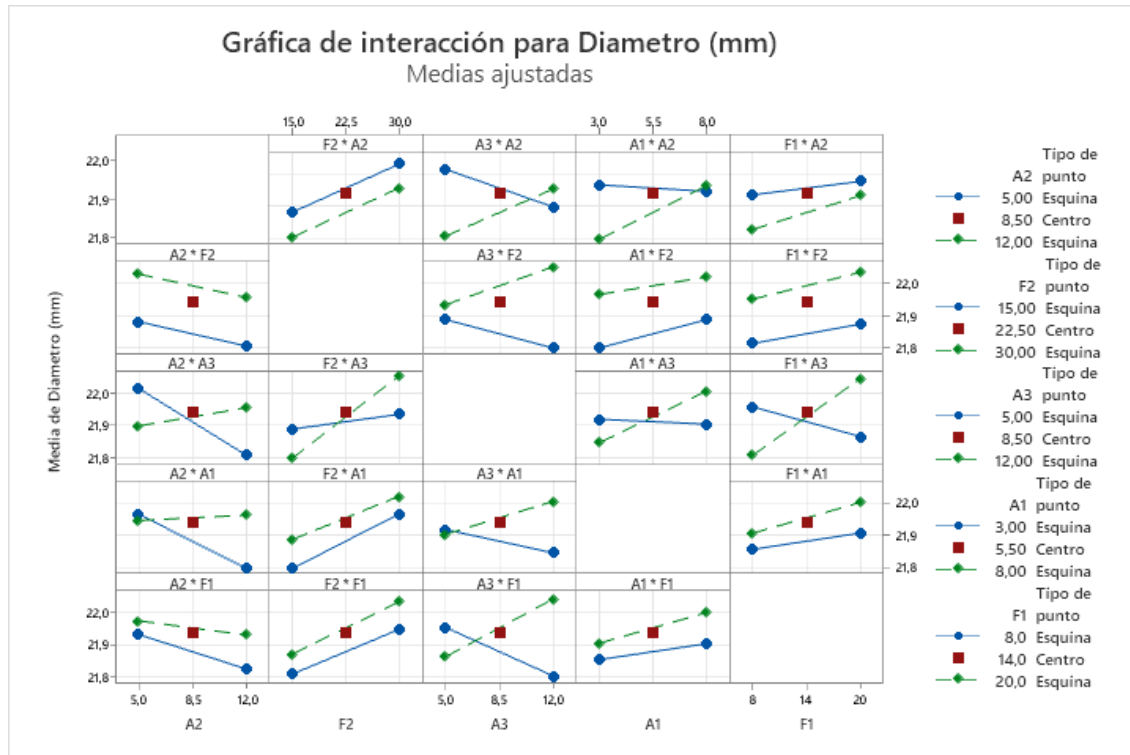


Figura 38. Interacciones dobles colapsación de diseño variable fundencia.

En el eje horizontal central de la **figura 38**, se destacan las interacciones dobles del material A3, lo que conlleva, que las interacciones con el resto de materiales analizados están sujetas a los niveles del material A3. Además, se evidencia ligeros cruces del material A2 con el material A1, lo que involucraría dependencia entre estos factores, en cuanto al resto de materiales no presentan interacciones dobles. Por lo tanto, estas interacciones dobles de los materiales A2 y A3 deberán someterse a análisis adicionales en etapas posteriores.

Se destaca que el material F2 tiene cierta participación en la fundencia, aunque no lo suficientemente influyente como para considerarlo en el experimento. Además, de que podría estar compuesto por feldespatos, conocidos por su capacidad fundente en cerámicas. Cabe destacar que, los materiales A1, A3 y F1 siguen una tendencia similar, aunque menos pronunciada, sugiriendo la presencia de elementos fundentes en proporciones más bajas. En contraste, el material A2 muestra una tendencia inversa, indicando una posible ausencia de

componentes fundentes significativos y sugiriendo la presencia principal de caolines, que tienen un efecto refractario y reducen la fundencia.

3.6. ANOVA variable densidad:

Para la obtención de datos se siguió el procedimiento como se menciona en el **Capítulo II, literal 2.4.1, sección 2** y se presentan los resultados en el **Anexo V**.

El **Anexo AK**, muestra que cuatro interacciones de primer orden y dos interacciones de segundo orden, cumplen con la hipótesis alternativa, demostrando influencia en comparación con las demás interacciones. Esto sugiere que los datos se ajustan a una recta de probabilidad normal. También es importante destacar que hay múltiples influencias de interacciones, lo que significaría que la influencia no está dada por un solo factor. En consecuencia, se podría considerar implementar un control en el siguiente nivel del estudio.

Tabla 13. Resumen del modelo preliminar variable densidad.

S	R ²	R ² _{aj}
1,71	99,04%	88,83%

En el ANOVA preliminar de la variable densidad, a diferencia del ANOVA de la variable fundencia, se observa un R²_{aj} relativamente alto. Esto podría sugerir que, en esta fase del análisis, los datos se ajustan de manera bastante precisa al modelo. Sin embargo, al igual que en el análisis anterior, los datos no pueden considerarse confiables debido a la presencia de muy pocos datos en el error del ANOVA. En resumen, si este análisis preliminar fuera real, el R²_{aj} aumentaría ligeramente durante el colapso del diseño, como se observa en la **tabla 13**.

- **Ecuación de regresión en unidades no codificadas**

$$\begin{aligned}
 \text{Densidad (kg/m}^3\text{)} &= 1825,5 - 8,57 A2 - 1,70 F2 - 0,76 A3 + 0,70 A1 - 2,54 F1 + 0,296 A2 \cdot F2 \\
 &+ 0,507 A2 \cdot A3 + 0,744 A2 \cdot A1 + 0,654 A2 \cdot F1 + 0,026 F2 \cdot A3 - 0,001 F2 \cdot A1 \\
 &+ 0,103 F2 \cdot F1 - 0,446 A3 \cdot A1 + 0,057 A3 \cdot F1 + 0,014 A1 \cdot F1 \\
 &- 0,0182 A2 \cdot F2 \cdot A3 - 0,0261 A2 \cdot F2 \cdot A1 - 0,0236 A2 \cdot F2 \cdot F1 \\
 &- 0,0422 A2 \cdot A3 \cdot A1 - 0,0466 A2 \cdot A3 \cdot F1 - 0,0690 A2 \cdot A1 \cdot F1 \\
 &+ 0,0151 F2 \cdot A3 \cdot A1 - 0,0034 F2 \cdot A3 \cdot F1 - 0,0042 F2 \cdot A1 \cdot F1 \\
 &+ 0,0190 A3 \cdot A1 \cdot F1 + 0,00154 A2 \cdot F2 \cdot A3 \cdot A1 + 0,00170 A2 \cdot F2 \cdot A3 \cdot F1 \\
 &+ 0,00272 A2 \cdot F2 \cdot A1 \cdot F1 + 0,00476 A2 \cdot A3 \cdot A1 \cdot F1 - 0,00029 F2 \cdot A3 \cdot A1 \cdot F1 \\
 &- 0,000227 A2 \cdot F2 \cdot A3 \cdot A1 \cdot F1 + 0,125 \text{ Pt Ctral}
 \end{aligned}
 \tag{3.5}$$

La **ecuación 3.5**, obtenida, nos proporciona una aproximación de los residuos, permitiendo comparar los valores reales con los teóricos. Este es un buen indicador del ajuste del diseño propuesto para el análisis de esta variable de salida.

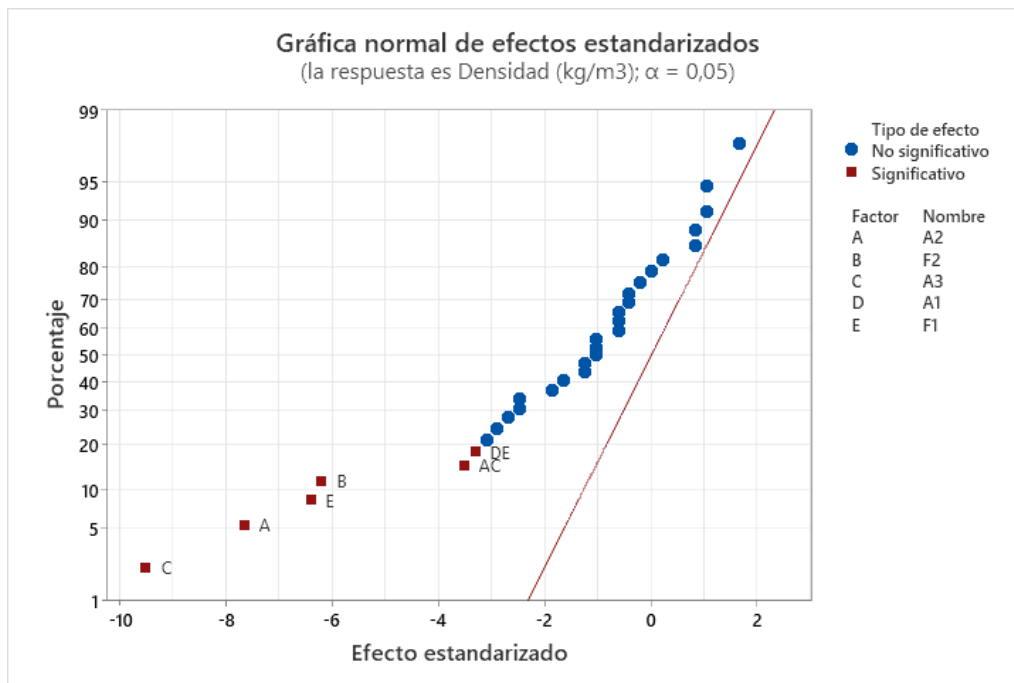


Figura 39. Gráfico de papel normal de efectos estandarizados variable de salida Densidad.

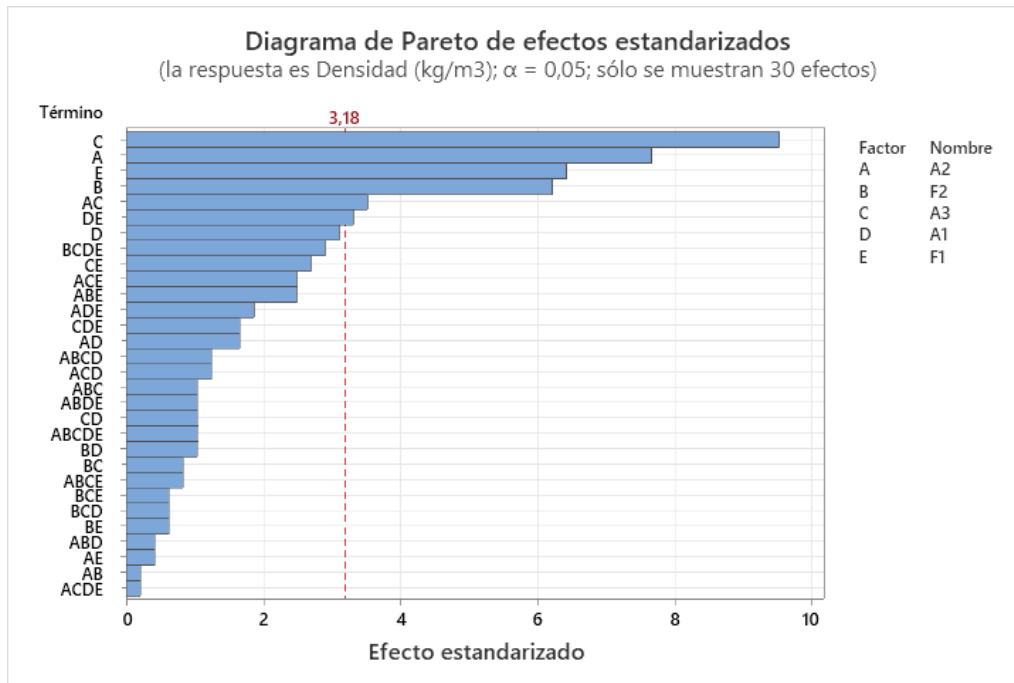


Figura 40. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados variable Densidad

Los resultados obtenidos, son similares a los resultados de la variable de salida brillo, en este caso, los efectos C, A, E y B, de primer orden y los efectos AC y DE, de segundo orden, sobrepasan el error medio estandarizado de un valor de 3,18, como se puede apreciar en la **figura 39 y 40**, indicando de esta forma que todos los efectos de primer orden, presentan influencia. Los efectos estandarizados de segundo orden presentan un ligero incremento a comparación con el valor del error medio, por lo que, podría ser importante su análisis, debido a que presentan una tendencia similar al comportamiento del sistema, por lo que, a grandes rasgos se podría decir que, la influencia está directamente asociada a todos y cada uno de los factores.

3.6.1. Colapsación de diseño variable densidad

El **Anexo AM**, muestra el ANOVA colapsado de la misma forma que el diseño preliminar, presenta el mismo patrón de los datos, así aceptando la hipótesis alternativa.

Tabla 14. Resumen del modelo, colapsación de diseño variable densidad.

S	R ²	R ² _{aj}	R ² _{pred}
2,41	87,90%	77,71%	53,73%

Una vez colapsado el diseño y aplicando la misma teoría y metodología utilizada en los anteriores análisis, se observa una disminución considerable del porcentaje de ajuste del modelo, pasando de un 88,83% a 77,71%, como se muestra en la **tabla 14**. Esto indica que el modelo anterior se ajusta mejor a los datos obtenidos. Este resultado tiene sentido dado que el modelo colapsado es prácticamente idéntico al preliminar. Sin embargo, el desajuste de los datos se debe al aumento de los resultados enviados al error, que a su vez proporciona un resultado más confiable y sigue la misma tendencia.

- **Ecuación de regresión en unidades no codificadas**

$$\begin{aligned}
 \text{Densidad (kg/m}^3\text{)} &= 1781,90 + 0,421 A2 - 0,385 F2 + 0,440 A3 + 0,973 A1 + 0,517 F1 + 0,0024 A2 \cdot F2 \\
 &- 0,0867 A2 \cdot A3 - 0,0571 A2 \cdot A1 - 0,0060 A2 \cdot F1 + 0,0095 F2 \cdot A3 + 0,0167 F2 \cdot A1 \\
 &- 0,00417 F2 \cdot F1 - 0,0357 A3 \cdot A1 - 0,0387 A3 \cdot F1 - 0,0667 A1 \cdot F1 + 0,13 \text{ Pt Ctral}
 \end{aligned}$$

La **ecuación 3.6** de densidad obtenida en el ANOVA colapsado, sigue el mismo patrón que el ANOVA preliminar, lo que, a grandes rasgos, ambas ecuaciones son una buena aproximación para la obtención de la diferencia entre los valores reales y valores teóricos.

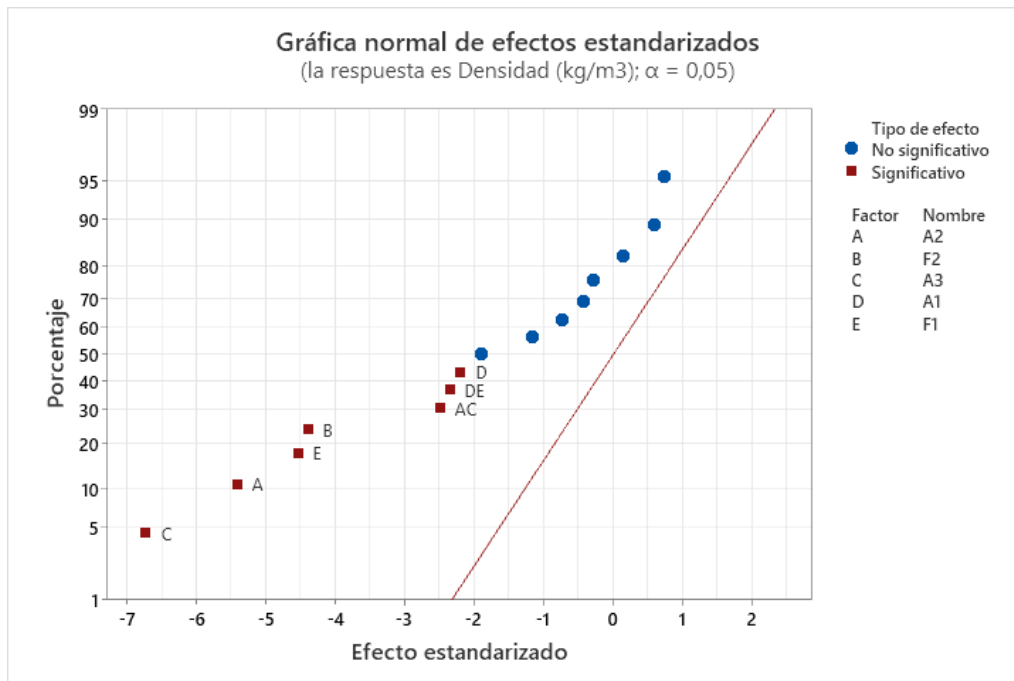


Figura 41. Grafica normal de efectos estandarizados ANOVA colapsado Densidad.

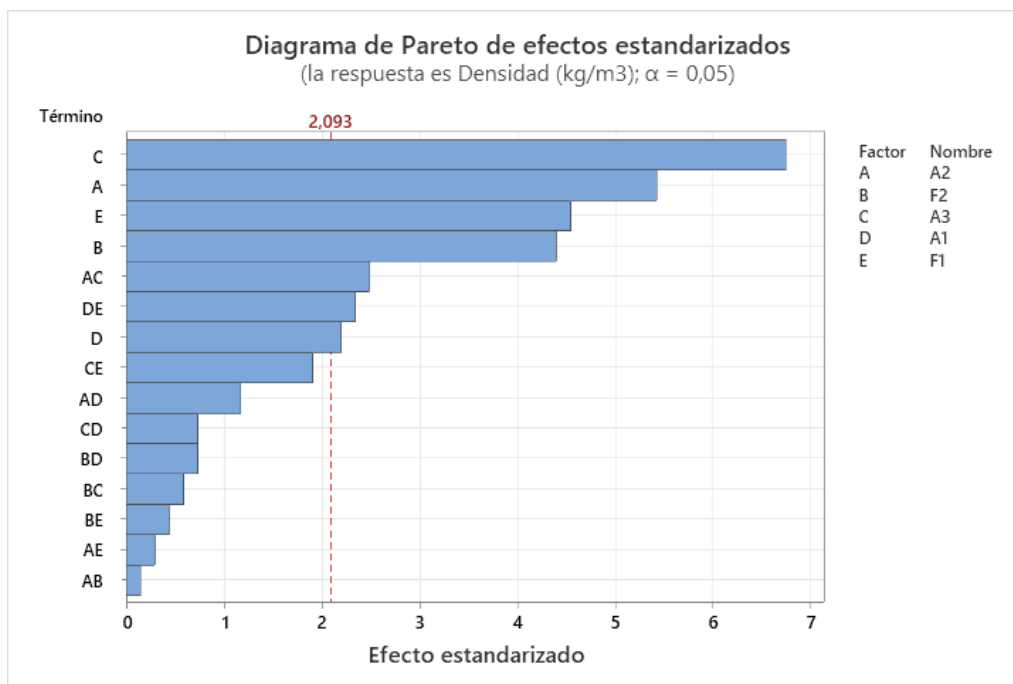


Figura 42. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados ANOVA colapsado Densidad.

En el análisis de la **figura 41**, de efectos estandarizados se puede evidenciar que los factores C, A, E y B son los que presentan influencia. Los valores antes mencionados no caen dentro de la normalidad del modelo.

En la **figura 42**, también se puede observar un sesgo en los datos, mostrando una variabilidad en la tendencia. Además, se aprecia una diferencia relativa, ya que los datos de los factores influyentes se abultan y existe una disparidad entre las diferentes interacciones.

El **Anexo AN**, asume que los datos si cumplen con la normalidad y homocedasticidad requerida por el experimento.

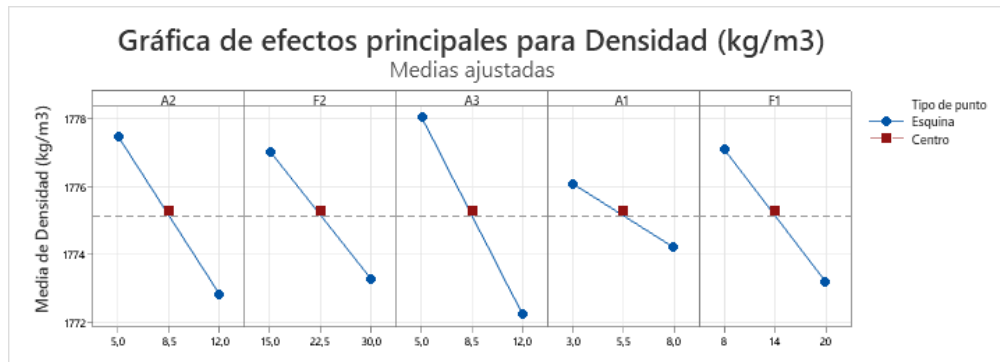


Figura 43. Efectos principales factoriales variable de salida densidad.

La **figura 43** de los efectos principales, muestra que, todos los materiales presentan la misma tendencia.

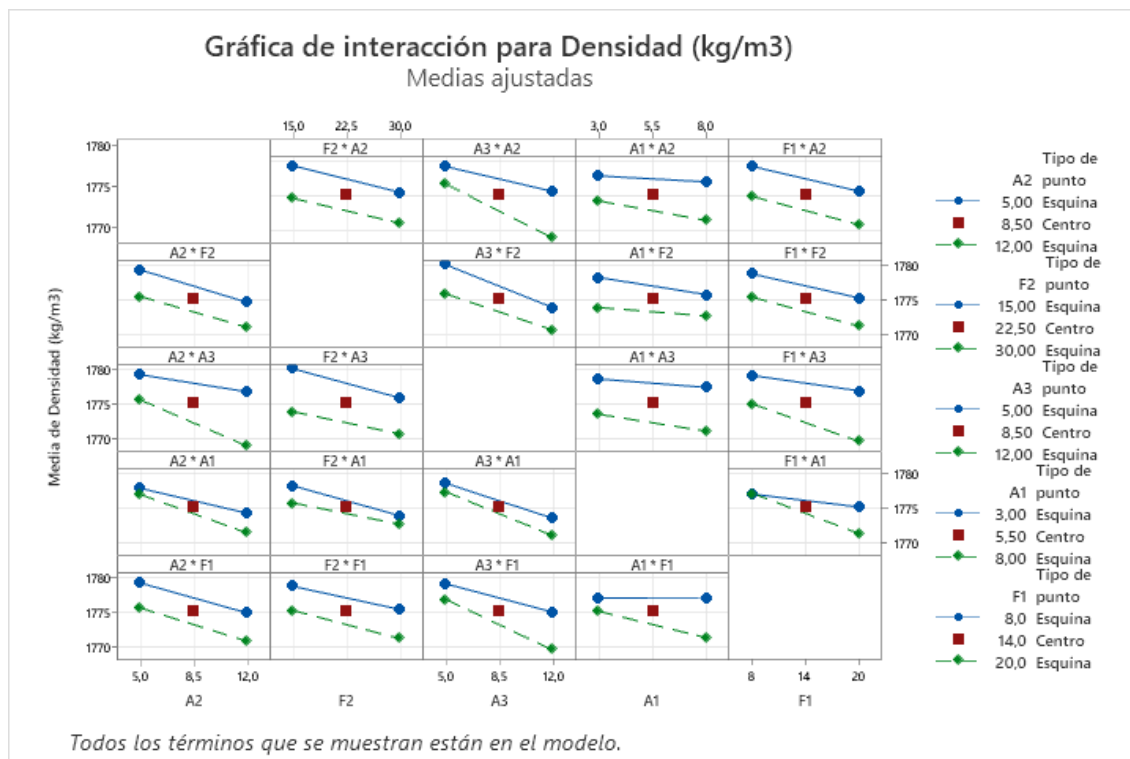


Figura 44. Graficas factoriales para interacciones de segundo orden variable densidad.

En la sección derecha de la **figura 44**, se destaca la interacción doble del material F1 con el material A1, presentando un ligero cruce. Sin embargo, en la parte inferior, la interacción del material A1 con el material F1 muestra lo contrario. Por lo tanto, podría asumirse que no existe

una interacción doble clara entre estos materiales. En consecuencia, no se evidencian interacciones dobles entre ninguno de los materiales analizados.

Es crucial destacar que la densidad no es una propiedad que permita identificar fácilmente las características específicas de un material cerámico. En conjunto, la mayoría de los materiales cerámicos presentan una densidad similar. Pero cabe mencionar que la reducción de la densidad podría deberse a que la frita generalmente tiene una densidad ligeramente superior, lo que conllevaría a que la adición de cualquier otro material cerámico disminuiría la densidad de la suspensión. Por tanto, es esencial considerar esta variable para evaluar los sólidos en suspensión durante la aplicación de un esmalte cerámico para su control.

Capítulo IV

4. Conclusiones y Recomendaciones

4.1. Conclusiones:

Con base en los análisis físicos realizados, se sugiere que el material A1 sea posiblemente un material tipo ball clay y que los materiales A2 y A3 pueden considerarse como posibles caolines. Asimismo, el material F1 muestra visualmente la presencia de sílice libre (cuarzo), respaldado por los análisis físicos. Por otro lado, el material F2 podría contener feldespatos.

Los materiales que tienen una influencia significativa en las propiedades de la formulación de un esmalte cerámico básico son A2 y A3, los cuales afectan negativamente el brillo, posiblemente debido a su composición de caolines. Dado que la frita es el componente principal que contribuye al brillo en el esmalte cerámico y la adición de cualquier otro material analizado, tiende a disminuir el brillo.

En cuanto a la fundencia, ninguno de los materiales analizados en el experimento muestra un impacto significativo que los posicione como objetos de análisis. Es importante destacar que el material F2 se destaca como el que contribuye más a la fundencia, posiblemente debido a la presencia de feldespatos, reconocidos por su capacidad fundente en cerámicas.

Por último, la densidad, aunque no varía significativamente entre los materiales, se revela como una propiedad uniforme en el conjunto de muestras analizadas. Este resultado indica que los materiales son compatibles y podrían ser empleados en la formulación de un esmalte cerámico sin inconvenientes en términos de densidad. Cabe mencionar que esta leve disminución en la densidad por la adición de cualquier material analizado podría deberse simplemente al hecho de que la frita posee una densidad ligeramente superior.

El trabajo concluye que es factible sustituir parcialmente materiales importados en la formulación de esmaltes cerámicos. No obstante, la sustitución total por materiales nacionales requiere un análisis más detenido, ya que estos podrían introducir propiedades no deseadas. Los materiales A2 y A3 son los únicos que podrían afectar negativamente el brillo, por lo que su sustitución queda sujeta a evaluación en futuras formulaciones.

Es crucial considerar que este análisis preliminar debe ser complementado con otros factores fundamentales en la elección de materiales para un esmalte cerámico destinado a uso industrial. Aspectos como la coloración y opacidad del esmalte, no abordados en este estudio, deben ser objeto de investigaciones posteriores para asegurar la idoneidad del esmalte en aplicaciones industriales.

4.2. Recomendaciones:

Se recomienda incluir la variable de salida del color en el análisis, dado que todos los experimentos previos exhibieron una coloración amarillenta no deseada en el esmalte, por lo tanto, se sugiere llevar a cabo un estudio exhaustivo de cada materia prima para identificar la reacción que está ocasionando esta coloración no deseada.

Para un posterior análisis de dosificación de los materiales aplicando diseño de mezclas, se recomienda utilizar estos análisis de influencia para seleccionar los porcentajes de una posible dosificación, ya que específicamente, dos materiales A2 y A3 se deben considerar especialmente por su disminución del brillo. Si en caso de buscar un brillo específico para el esmalte, se debe considerar la opción de aumentar la temperatura de cocción o reducir la proporción de estos materiales.

Realizar un análisis económico para evaluar la viabilidad de reemplazar los materiales importados por materiales nacionales en esta formulación. Esto permitirá determinar si es más conveniente y rentable utilizar materiales locales sin comprometer la calidad del producto final.

Referencias

- Aparicio, P., & Galán, E. (2006). Materias primas para la industria cerámica. Universidad de Sevilla, 31-48.
- American Society for Testing and Materials. (2019). ASTM C136/C136M-19. Standard Test Method for Sieve Analysis of Fine and Coarse Aggregates. ASTM International.
- American Society for Testing and Materials. (2021). ASTM D1200-21. Standard Test Method for Viscosity by Ford Viscosity Cup. ASTM International.
- American Society for Testing and Materials. (2020). ASTM C181-20. Standard Test Method for Workability Index of Fireclay and High-Alumina Refractory Plastics. ASTM International. <https://doi.org/10.1520/C0181-20>
- American Society for Testing and Materials. (2014). ASTM D523-14. Standard Test Method for Specular Gloss. ASTM International. <https://doi.org/10.1520/D0523-14>
- Badii, J., Castillo, M., Rodríguez, A. Wong & P. Villalpando. (2007). Diseños experimentales e investigación científica (Experimental designs and scientific research). UANL, San Nicolás, N.L. 66450, México. ISSN 1665-9627.
- Batschwarov, K., Hinterleitner, J., & Tröger, L. (1991). Composición y propiedades de los esmaltes cerámicos. Universidad Técnica de Dresde, Alemania.
- Betancourt-Parra, S., Domínguez-Ortiz, M. A., Herrera-Guerra, J., Mosquera-Palacio, D. M., Ríos-Rendón, C. M., & Villa, C. E. (2018). Deposición de capas funcionales sobre esmaltes cerámicos mediante la técnica sol-gel (revisión). Ingenius, 21, 9-20. <https://doi.org/10.17163/ings.n21.2019.01>
- Berto, A. M. (2007). Ceramic tiles: Above and beyond traditional applications. Journal of the European Ceramic Society, 27(2-3), 1607-1613. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2006.04.146>
- Bruno da Silva, J. G., Urano de Carvalho, E. F., Cabral Kuhnen, N., Gracher Riella, H., & Bernardin, A. M. (2008). Influencia del agua de proceso en la viscosidad de la suspensión cerámica. Castellón.

- Bloomfield, L. (2014). Guía de esmaltes cerámicos: Recetas (1ª edición, 2ª tirada, 2018). (2018). Editorial Gustavo Gili, SL.
- Cantavella, M. (2010). "Desarrollo de fritas, esmaltes y pigmentos cerámicos. Apuntes". Pgs. 74-91. Ed. Consellería d'Educació. Generalitat Valenciana. Valencia.
- Cantavella, V. (2010). Tecnología cerámica: Materiales cerámicos, pastas, vidriados y decoración. Editorial Club Universitario.
- Cáceres, G. (2016). Síntesis de poliacrilatos de masa molar controlada por procesos en solución acuosa y en emulsión, para aplicaciones como agentes defloculantes y dispersantes. [Tesis de Doctorado]. Universidad Nacional del Litoral.
- Casasola, R., Rincón, J. M., & Romero, M. (2012). Glass–ceramic glazes for ceramic tiles: A review. *Journal of Materials Science*, 47(2), 553-582. <https://doi.org/10.1007/s10853-011-5981-y>
- Chavarría, J. (1998). Esmaltes. Editorial la Isla. S.R.L. Buenos Aires. ISBN: 950-637-089-3.
- Checchinato, F., Kniess, C., Longo, A., Lopes, C., Machado, R., Riella, H. (2002). "Técnicas de Control del Tripolifosfato Sódico en las Suspensiones Cerámicas". Departamento de Ingeniería Química. Laboratorio de Corrosión y Materiales. Laboratorio de Ciencias de los Materiales. Laboratorio de Materiales. Universidad Federal de Santa Catarina. Florianópolis - S.C. Brasil.
- Dagnino, J. (2014). Análisis de Varianza. División de Anestesiología. Pontificia Universidad Católica de Chile. *Rev Chil Anest.* 43: 306-310.
- Devore, J. L. (2012). Probability and statistics for engineering and the sciences. (8a edition). Brooks/Cole, Cengage Learning.
- Fernández, S. (2020). Diseño de experimentos, diseño factorial. [Tesis de Maestría]. Universitat Politècnica de Catalunya.
- Gabriel, J., Castro, C., Valverde, A., & Indacochea, B. (2017). Diseños experimentales: Teoría y práctica para experimentos agropecuarios. Grupo COMPAS, Universidad Estatal del Sur de Manabí (UNESUM), Jipijapa, Ecuador. 146 p. ISBN: 978-9942-750-50-1.
- Gardini, D., & Galass, C. (2004). Analisi viscometrica di sospensioni argillose. *Istituto di Scienza e Tecnologia dei*, 19-23.

- Gutiérrez, H. (2008). Análisis y diseño de experimentos, Segunda Edición. Mc Graw Hill.
- Hevia, R. (2006). Materias primas no convencionales en cerámica. Fundación EMPREMIN.
- Hurtado, G., & Zúñiga, D. (2010). Influencia del dióxido de titanio para generar propiedades antibacterianas en los esmaltes de baldosas. [Tesis Pregrado]. Universidad de Cuenca.
- INEN. (2004). NTE INEN - ISO 10545, 1. Baldosas cerámicas. Muestreo y criterios de aceptación. Instituto Ecuatoriano de normalización.
- INEN. (2004). NTE INEN - ISO 10545, 3. Baldosas cerámicas: Determinación de la absorción de agua, de la porosidad abierta, de la densidad relativa aparente, y de la densidad aparente. Instituto Ecuatoriano de normalización.
- INEN. (2004). NTE INEN - ISO 10545, 4. Baldosas cerámicas. Determinación del módulo de rotura y la resistencia a la rotura. Instituto Ecuatoriano de normalización.
- INEN. (1981). NTE INEN 0609. Materiales refractarios. Instituto Ecuatoriano de normalización.
- INEN. (2000). NTE INEN 652. Baldosas cerámicas. Determinación del módulo de rotura y la resistencia a la rotura. Instituto Ecuatoriano de normalización.
- INEN. (2006). NTE INEN 108. Sólidos totales disueltos. Instituto Ecuatoriano de normalización.
- INEN. (2010). NTE INEN 857. Áridos. Determinación de la densidad relativa (gravedad específica) y absorción del árido grueso. Instituto Ecuatoriano de normalización.
- Instituto de Tecnología Cerámica. (2011). Proceso de fabricación de baldosas cerámicas. Conocimientos básicos.
- ISO 13006. (2018). Ceramic tiles. Definitions, classification, characteristics and marking. <https://www.sis.se/api/document/preview/80006504>
- León, W., & Cordero, J. (2011). Estudio de la relación entre la fuerza de prensado y la absorción de agua. [Tesis de grado, Universidad del Azuay]. Repositorio Institucional de la Universidad del Azuay.

- Lind, D. A., Marchal, S. A., & Mason, R. D. (2012). Estadística aplicada a los negocios y a la economía. (4ª ed. En español). McGraw-Hill.
- López, R. (2009). Caracterización de esmaltes cerámicos. Máster en Arqueología y Patrimonio. UAM.
- Navarro, E., Amoros, A., & Monzo Fuster, M. (1985). Tecnología Cerámica (Vol. III). Universidad de Valencia.
- Norton, F. H. (1975). Cerámica fina: Tecnología y aplicaciones. Ediciones Omega, S.A. ISBN: 9788428203883. <https://books.google.com.ec/books?id=wfKgRwAACAAJ>
- Melo, O., López, L., & Melo, S. (2020). Diseño de experimentos métodos y aplicaciones. (2ª ed.). Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Ciencias. Bogotá.
- Montgomery, D. C. (2003). Design and analysis of experiments. John Wiley & Sons.
- Moreno, R. (2000). Tendencias en el conformado de suspensiones cerámicas. Boletín de la sociedad española de cerámica y vidrio, 39(5), 601-608.
- Moreno, R. (2005). Reología de suspensiones cerámicas. Madrid: Consejo superior de investigaciones científicas.
- Otavalo, A., & Hernando, W. (2021). Factibilidad de usar cerámica sin esmalte como base para elaborar cerámica de tercer fuego.
- Pérez, L., & Garcell, L. (2006). Influencia de la distribución de tamaño de las partículas y de la temperatura sobre la reología de suspensiones lateríticas. Tecnología Química, XXVI(1), 88-93.
- Pinto, A. (2011). Materiales y materias primas: Cerámicos. Capítulo 6. Guía didáctica. 29. <http://www.bnm.me.gov.ar/giga1/documentos/EL007440.pdf>
- Quevedo, H., & Perez, B. (2014). Estadística para Ingeniería y Ciencias. Primera edición. Editorial Patria S.A. DE C.V. México.
- Quevedo, R., Perez, C., & Rizo, S. F. (2014). Diseño experimental en ciencia e ingeniería. Marcombo.

- Quintuña, C., Torres, D., & Tripaldi, D. P. (s. f.). Tema: Estudio del acoplamiento entre soporte-
engobe y esmalte.
- Rado, P. (1990). Introducción a la Tecnología de la Cerámica. Ediciones Omega. ISBN:
8428208751.
- Raimondo, M., Guarini, G., Zanelli, C., Marani, F., Fossa, L., & Dondi, M. (2012). Printing nano
TiO₂ on large-sized building materials: Technologies, surface modifications and functional
behaviour. *Ceramics International*, 38(6), 4685-4693.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.02.051>
- Ramírez, A. D., Saez, M. P., Collado, E. R., & Reig, C. I. (2020). La gestión del diseño en el
sector cerámico. 19.
- Restrepo, O. (2011). Baldosas cerámicas y gres porcelánico: Un mundo en permanente
evolución. Medellín: Universidad Nacional de Colombia.
- Reyes, J. (2020). Cerámica Industrial: Producción de Pavimento y Revestimiento Cerámico.
Cerámica Industrial.
- Radford, C., & Ryan, W. (1997). Whitewares, production, testing and quality control. Inst. of
Materials. ISBN: 1861250401.
- Rodrigues, J., Novaes de Oliveira, A., Alarcon, O., Pozzi, P., & Andreola, F. (2002). Estudio
comparativo de los mecanismos de desfloculación de suspensiones coloidales de arcillas.
Qualicer, 283-300.
- SACMI, (2004a). Tecnología cerámica aplicada. Asociación Española de Técnicos Cerámicos;
traducción del italiano por Arnold van Gelder. – Castellón de la Plana: Faenza Editrice
Ibérica. (Vol. I). ISBN 84-87683-27-4
- SACMI. (2004b). Tecnología cerámica aplicada. Asociación Española de Técnicos Cerámicos;
traducción del italiano por Arnold van Gelder. – Castellón de la Plana: Faenza Editrice
Ibérica. (Vol. II). ISBN 84-87683-28-2
- Sánchez, E., García-Ten, J., & Regueiro, M. (2006). Materias para la industria cerámica
española. Situación actual y perspectivas. Boletín de la sociedad española de cerámica
y vidrio, 45(1), 1-12.
- Serret, J. (1995). Manual de estadística universitaria. Editorial ESIC. ISBN: 84-7356-115-5.

Singer, F., & Singer, S. (1971). Cerámica industrial. Urmo.

Tozzi, N. (1992). Tecnología cerámica. Esmalte cerámico. Consideraciones teóricas y prácticas. Instituto Galluzzi. Editorial Faenza S.P.A.

Anexos

Anexo A. Datos par la obtención de curvas de defloculación material A1.

Medida	Defloculante (g)	Defloculante (g)	Defloculante (%)	Viscosidad (seg)
1	0,13	0,13	0,052	No hay viscosidad
2	0,07	0,2	0,08	No hay viscosidad
3	0,07	0,27	0,108	No hay viscosidad
4	0,06	0,33	0,132	50,89
5	0,07	0,4	0,16	37,67
6	0,07	0,47	0,188	32,18
7	0,07	0,54	0,216	31,91
8	0,08	0,62	0,248	28,89
9	0,07	0,69	0,276	28,26
10	0,07	0,76	0,304	27,49
11	0,07	0,83	0,332	27,67
12	0,06	0,89	0,356	27,43

Anexo B. Datos par la obtención de curvas de defloculación material F1.

Medida	Defloculante (g)	Defloculante (g)	Defloculante (%)	Viscosidad (seg)
1	0	0	0,00	67
2	0,07	0,07	0,01	60
3	0,07	0,14	0,03	57,37
4	0,08	0,22	0,04	54,91
5	0,08	0,3	0,06	55,61
6	0,07	0,37	0,07	55,67
7	0,08	0,45	0,09	57,95

Anexo C. Datos par la obtención de curvas de defloculación material A2.

Medida	Defloculante (g)	Defloculante (g)	Defloculante (%)	Viscosidad (seg)
1	0,06	0,06	0,03	No hay viscosidad
2	0,07	0,13	0,065	No hay viscosidad
3	0,07	0,2	0,1	No hay viscosidad
4	0,07	0,27	0,135	No hay viscosidad

5	0,08	0,35	0,175	No hay viscosidad
6	0,07	0,42	0,21	No hay viscosidad
7	0,08	0,5	0,25	No hay viscosidad
8	0,06	0,56	0,28	30,74
9	0,06	0,62	0,31	20,67
10	0,06	0,68	0,34	18,72
11	0,03	0,71	0,355	17,65
12	0,03	0,74	0,37	17,32
13	0,04	0,78	0,39	16,67
14	0,04	0,82	0,41	16,66
15	0,05	0,87	0,435	16,37

Anexo D. Datos par la obtención de curvas de defloculación material A3.

Medida	Defloculante (g)	Defloculante (g)	Defloculante (%)	Viscosidad (seg)
1	0,18	0,18	0,09	No hay viscosidad
2	0,09	0,27	0,135	No hay viscosidad
3	0,09	0,36	0,18	No hay viscosidad
4	0,09	0,45	0,225	No hay viscosidad
5	0,1	0,55	0,275	No hay viscosidad
6	0,09	0,64	0,32	44,55
7	0,08	0,72	0,36	29,76
8	0,06	0,78	0,39	26,15
9	0,08	0,86	0,43	25,11
10	0,08	0,94	0,47	24,4
11	0,09	1,03	0,515	24,86
12	0,07	1,1	0,55	24,76
13	0,07	1,17	0,585	24,51

Anexo E. Datos par la obtención de curvas de defloculación material F2.

Medida	Defloculante (g)	Defloculante (g)	Defloculante (%)	Viscosidad (seg)
1	0	0	0	No hay viscosidad
2	0,08	0,08	0,016	42,29

3	0,07	0,15	0,03	36,89
4	0,08	0,23	0,046	34,57
5	0,07	0,3	0,06	33,05
6	0,06	0,36	0,072	31,62
7	0,08	0,44	0,088	31,7
8	0,08	0,52	0,104	31,53
9	0,08	0,6	0,12	31,61

Anexo F. Resultados de la variable de salida brillo análisis de frita FE-1.

Ensayo	Diámetro	Brillo (20°)	Brillo (60°)	Brillo (85°)
1	31,31	45,8	93,3	86,8
2	31,16	54,5	94	88,9
3	31,06	66,8	96,6	89,7
4	31,22	62,2	93,1	93
	31,19	57,33	94,25	89,60

Anexo G. Resultados de la variable de salida brillo análisis de frita FE-2.

Ensayo	Diámetro	Brillo (20°)	Brillo (60°)	Brillo (85°)
1	25,13	62,9	96,6	95,9
2	25,03	82,9	96,4	100,5
3	24,98	82,6	93,7	96,5
4	24,95	77,6	93	97,2
	25,02	76,50	94,93	97,53

Anexo H. Resultados de la variable de salida brillo análisis de frita FE-3.

Ensayo	Diámetro	Brillo (20°)	Brillo (60°)	Brillo (85°)
1	23,15	6,7	31	65,3
2	23,09	7,1	31	65,7
3	23,42	7,2	31,6	67,8
4	23,3	6,9	31,2	65
	23,24	6,98	31,20	65,95

Anexo I. Resultados de la variable de salida brillo análisis de frita FE-4.

Ensayo	Diámetro	Brillo (20°)	Brillo (60°)	Brillo (85°)
1	26,35	63,3	88,6	92,5

2	26,4	77,6	91,3	95,7
3	26,43	76,72	89,2	96,1
4	26,43	72,4	89,4	96,4
	26,40	72,51	89,63	95,18

Anexo J. Resultados de análisis físicos de fritas.

Material	Frita
Peso (g):	200

Material	Tiempo (min)	Viscosidad (seg)	Densidad (kg/m ³)	Residuo (g)	% Humedad
FE - 1	7,20	80,48	1770	7,71	29,5
FE - 2	8,50	70,23	1783	8,72	30,6
FE - 3	7,30	35,48	1840	7,44	30,9
FE - 4	8,45	67,41	1810	8,92	29,5

Anexo K. Resultados del análisis físico del material A1 en crudo.

Ensayo	Tiempo (min)	Humedad de la Barbotina (%)	Tiempo de escurrido (s)	Densidad (kg/m ³)	Residuo (g)	Módulo de Rotura (kg/cm ²)
1	3	44,70	15,14	1522	5,42	44,63
2	6	44,30	15,14	1518	1,99	37,23
3	9	45,40	15,45	1522	0,92	33,93
4	15	44,00	15,57	1522	0,39	34,51

Anexo L. Resultados del análisis físico del material A1 post cocción.

	Temperatura (°C)	1145	Temperatura (°C)	1198
	Ciclo (min)	37	Ciclo (min)	70,2
Ensayo	% Contracción	% Absorción	% Contracción	% Absorción
1	0,82	15,97	2,71	12,94
2	1,15	15,78	3,42	11,47
3	1,09	16,27	3,48	11,86
4	1,66	15,71	4,24	10,89

Anexo M. Resultados del análisis físico del material A2 en crudo.

Ensayo	Tiempo (min)	Humedad de la Barbotina (%)	Tiempo de escurrido (s)	Densidad (kg/m ³)	Residuo (g)	Módulo de Rotura (kg/cm ²)
1	3	35,50	24,24	1664	4,82	11,72
2	6	34,00	33,48	1658	0,69	17,13
3	9	33,90	40,79	1694	0,25	14,82

4	15	33,50	44,71	1690	0,03	20,17
---	----	-------	-------	------	------	-------

Anexo N. Resultados del análisis físico del material A2 post cocción.

		Temperatura (°C)	1145	Temperatura (°C)	1198
		Ciclo (min)	37	Ciclo (min)	70,2
Ensayo	% Contracción	% Absorción	% Contracción	% Absorción	
1	0,39	19,74	2,65	15,79	
2	0,65	19,45	3,54	13,65	
3	1,13	18,17	4,09	12,78	
4	1,69	17,60	5,21	11,22	

Anexo O. Resultados del análisis físico del material A3 en crudo.

Ensayo	Tiempo (min)	Humedad de la Barbotina (%)	Tiempo de escurrido (s)	Densidad (kg/m ³)	Residuo (g)	Módulo de Rotura (kg/cm ²)
1	3	39,80	15,77	1576	5,70	16,32
2	6	39,60	17,69	1591	0,72	15,69
3	9	38,10	19,39	1595	0,80	16,86
4	15	37,60	15,05	1593	0,34	17,91

Anexo P. Resultados del análisis físico del material A3 post cocción.

		Temperatura (°C)	1145	Temperatura (°C)	1198
		Ciclo (min)	37	Ciclo (min)	70,2
Ensayo	% Contracción	% Absorción	% Contracción	% Absorción	
1	1,70	19,31	4,35	14,11	
2	2,06	18,07	4,93	12,89	
3	2,65	17,33	5,67	11,80	
4	3,33	16,50	6,70	10,45	

Anexo Q. Resultados del análisis físico del material F1 en crudo.

Ensayo	Tiempo (min)	Humedad de la Barbotina (%)	Tiempo de escurrido (s)	Densidad (kg/m ³)	Residuo (g)	Módulo de Rotura (kg/cm ²)
1	3	31,90	36,00	1733	20,75	1,50
2	6	30,60	40,81	1757	3,97	1,18
3	9	31,00	33,61	1757	0,70	3,15
4	15	29,30	39,38	1779	0,22	3,93

Anexo R. Resultados del análisis físico del material F1 post cocción.

		Temperatura (°C)	1145	Temperatura (°C)	1198
		Ciclo (min)	37	Ciclo (min)	70,2
Ensayo	% Contracción	% Absorción	% Contracción	% Absorción	
1	0,05	16,09	6,23	5,09	
2	-0,59	16,58	8,84	2,38	
3	-1,16	15,48	9,31	0,31	
4	1,24	13,66	10,25	0,29	

Anexo S. Resultados del análisis físico del material F2 en crudo.

Ensayo	Tiempo (min)	Humedad de la Barbotina (%)	Tiempo de escurrido (seg)	Densidad (kg/m ³)	Residuo (g)	Módulo de Rotura (kg/cm ²)
1	3	30,8	32,54	1764	5,78	2,853
2	6	29,8	30,50	1778	0,64	3,176
3	9	29,9	49,29	1780	0,16	3,468
4	15	29,6	48,19	1778	0,06	3,739

Anexo T. Resultados del análisis físico del material F2 post cocción.

		Temperatura (°C)	1145	Temperatura (°C)	1198
		Ciclo (min)	37	Ciclo (min)	70,2
Ensayo	% Contracción	% Absorción	% Contracción	% Absorción	
1	-0,60	18,16	6,17	5,96	
2	0,00	17,15	8,08	3,08	
3	0,25	17,00	9,40	0,67	
4	1,36	15,63	10,35	0,05	

Anexo U. Resultados del bloqueo de control de residuo para MP.

Material	Materia Prima		
Peso (g):	300		
Material	Tiempo (min)	Residuo (g)	% Humedad
A1	5,2	2,15	30
F1	12,0	1,75	30
A2	6,0	2,23	30
A3	8,0	1,99	30
F2	5,3	1,74	30

Anexo V. Resultados obtenidos del experimento.

Ord. Est	Orden Corrida	Pt Central	Bloq.	A2	F2	A3	A1	F1	Diámetro (mm)	Brillo	Densidad (kg/m ³)
24	1	1	1	12	30	12	3	20	21,97	15,0	1767
9	2	1	1	5	15	5	8	8	21,91	59,9	1785
5	3	1	1	5	15	12	3	8	21,23	50,6	1781
10	4	1	1	12	15	5	8	8	21,52	45,4	1780
22	5	1	1	12	15	12	3	20	21,95	23,5	1770
23	6	1	1	5	30	12	3	20	22,27	28,0	1773
2	7	1	1	12	15	5	3	8	21,76	59,1	1776
28	8	1	1	12	30	5	8	20	21,83	21,2	1773
36	9	0	1	9	23	9	6	14	22,13	41,7	1776
29	10	1	1	5	15	12	8	20	22,01	34,1	1775
13	11	1	1	5	15	12	8	8	21,75	39,5	1777
15	12	1	1	5	30	12	8	8	21,86	30,3	1777
18	13	1	1	12	15	5	3	20	21,70	47,9	1784
16	14	1	1	12	30	12	8	8	21,95	15,0	1771
4	15	1	1	12	30	5	3	8	21,67	47,3	1776
26	16	1	1	12	15	5	8	20	22,12	32,7	1774
33	17	0	1	9	23	9	6	14	22,23	39,5	1777
6	18	1	1	12	15	12	3	8	21,33	33,9	1775
27	19	1	1	5	30	5	8	20	22,21	40,9	1775
7	20	1	1	5	30	12	3	8	21,87	42,7	1775
31	21	1	1	5	30	12	8	20	22,13	18,1	1772
11	22	1	1	5	30	5	8	8	21,95	58,7	1778
8	23	1	1	12	30	12	3	8	22,09	26,5	1772
20	24	1	1	12	30	5	3	20	21,92	34,9	1774
1	25	1	1	5	15	5	3	8	22,63	75,0	1784
14	26	1	1	12	15	12	8	8	22,37	17,8	1772
19	27	1	1	5	30	5	3	20	21,68	55,0	1777
17	28	1	1	5	15	5	3	20	21,72	66,8	1781
25	29	1	1	5	15	5	8	20	21,74	52,5	1777
35	30	0	1	9	23	9	6	14	21,81	38,8	1775
12	31	1	1	12	30	5	8	8	21,94	45,6	1777
32	32	1	1	12	30	12	8	20	22,29	15,0	1758
21	33	1	1	5	15	12	3	20	22,06	43,9	1775
30	34	1	1	12	15	12	8	20	21,68	40,5	1766
3	35	1	1	5	30	5	3	8	22,27	76,6	1777
34	36	0	1	9	23	9	6	14	21,59	62,8	1773

Anexo W. Estructura de codificación del diseño experimental.

Factor	Nombre
A	A2
B	F2
C	A3
D	A1
E	F1

**Combinatoria
de factores**

I
A
B
C
D
E
AB
AC
AD
AE
BC
BD
BE
CD
CE
DE
ABC
ABD
ABE
ACD
ACE
ADE
BCD
BCE
BDE
CDE
ABCD
ABCE
ABDE
ACDE
BCDE
ABCDE

Anexo X. Coeficientes codificados variable brillo.

Término	Efecto	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante		40,42	2,03	19,95	0,000	
A2	-15,70	-7,85	2,03	-3,88	0,030	1,00
F2	-9,52	-4,76	2,03	-2,35	0,100	1,00
A3	-21,58	-10,79	2,03	-5,33	0,013	1,00
A1	-9,97	-4,99	2,03	-2,46	0,091	1,00
F1	-9,62	-4,81	2,03	-2,37	0,098	1,00
A2*F2	-0,51	-0,25	2,03	-0,13	0,908	1,00
A2*A3	3,18	1,59	2,03	0,79	0,489	1,00
A2*A1	3,12	1,56	2,03	0,77	0,497	1,00
A2*F1	2,14	1,07	2,03	0,53	0,633	1,00
F2*A3	-2,15	-1,07	2,03	-0,53	0,633	1,00
F2*A1	-0,18	-0,09	2,03	-0,04	0,968	1,00
F2*F1	-4,71	-2,36	2,03	-1,16	0,329	1,00
A3*A1	3,23	1,62	2,03	0,80	0,483	1,00
A3*F1	4,84	2,42	2,03	1,19	0,318	1,00
A1*F1	2,46	1,23	2,03	0,61	0,586	1,00
A2*F2*A3	1,11	0,55	2,03	0,27	0,802	1,00
A2*F2*A1	0,29	0,15	2,03	0,07	0,947	1,00
A2*F2*F1	0,13	0,06	2,03	0,03	0,977	1,00
A2*A3*A1	0,98	0,49	2,03	0,24	0,825	1,00
A2*A3*F1	2,86	1,43	2,03	0,71	0,531	1,00
A2*A1*F1	1,43	0,71	2,03	0,35	0,748	1,00
F2*A3*A1	-1,55	-0,78	2,03	-0,38	0,727	1,00
F2*A3*F1	-0,13	-0,06	2,03	-0,03	0,977	1,00
F2*A1*F1	-1,74	-0,87	2,03	-0,43	0,696	1,00
A3*A1*F1	3,59	1,79	2,03	0,89	0,441	1,00
A2*F2*A3*A1	-1,70	-0,85	2,03	-0,42	0,704	1,00
A2*F2*A3*F1	-1,24	-0,62	2,03	-0,31	0,780	1,00
A2*F2*A1*F1	-2,28	-1,14	2,03	-0,56	0,613	1,00
A2*A3*A1*F1	3,67	1,84	2,03	0,91	0,431	1,00
F2*A3*A1*F1	-0,81	-0,41	2,03	-0,20	0,854	1,00
A2*F2*A3*A1*F1	-0,59	-0,29	2,03	-0,15	0,894	1,00
Pt Ctral		5,25	6,08	0,86	0,451	1,00

Anexo Y. Análisis de varianza variable brillo.

Fuente	GL	SC_{Ajust.}	MC_{Ajust.}	Valor F	Valor p
Modelo	32	9229,74	288,43	2,20	0,29
Lineal	5	7959,83	1591,97	12,12	0,03
A2	1	1972,71	1972,71	15,02	0,03
F2	1	724,38	724,38	5,52	0,10
A3	1	3727,08	3727,08	28,38	0,01
A1	1	795,51	795,51	6,06	0,09
F1	1	740,16	740,16	5,64	0,10
Interacciones de 2 términos	10	732,13	73,21	0,56	0,79

A2*F2	1	2,08	2,08	0,02	0,91
A2*A3	1	81,12	81,12	0,62	0,49
A2*A1	1	77,97	77,97	0,59	0,50
A2*F1	1	36,77	36,77	0,28	0,63
F2*A3	1	36,87	36,87	0,28	0,63
F2*A1	1	0,25	0,25	0,00	0,97
F2*F1	1	177,66	177,66	1,35	0,33
A3*A1	1	83,69	83,69	0,64	0,48
A3*F1	1	187,21	187,21	1,43	0,32
A1*F1	1	48,51	48,51	0,37	0,59
Interacciones de 3 términos	10	246,81	24,68	0,19	0,98
A2*F2*A3	1	9,85	9,85	0,07	0,80
A2*F2*A1	1	0,68	0,68	0,01	0,95
A2*F2*F1	1	0,13	0,13	0,00	0,98
A2*A3*A1	1	7,65	7,65	0,06	0,83
A2*A3*F1	1	65,55	65,55	0,50	0,53
A2*A1*F1	1	16,25	16,25	0,12	0,75
F2*A3*A1	1	19,30	19,30	0,15	0,73
F2*A3*F1	1	0,13	0,13	0,00	0,98
F2*A1*F1	1	24,33	24,33	0,19	0,70
A3*A1*F1	1	102,96	102,96	0,78	0,44
Interacciones de 4 términos	5	190,25	38,05	0,29	0,89
A2*F2*A3*A1	1	23,04	23,04	0,18	0,70
A2*F2*A3*F1	1	12,25	12,25	0,09	0,78
A2*F2*A1*F1	1	41,63	41,63	0,32	0,61
A2*A3*A1*F1	1	108,05	108,05	0,82	0,43
F2*A3*A1*F1	1	5,28	5,28	0,04	0,85
Interacciones de 5 términos	1	2,76	2,76	0,02	0,89
A2*F2*A3*A1*F1	1	2,76	2,76	0,02	0,89
Curvatura	1	97,97	97,97	0,75	0,45
Error	3	393,95	131,32		
Total	35	9623,69			

Anexo Z. Coeficientes codificados, colapsación de diseño variable brillo.

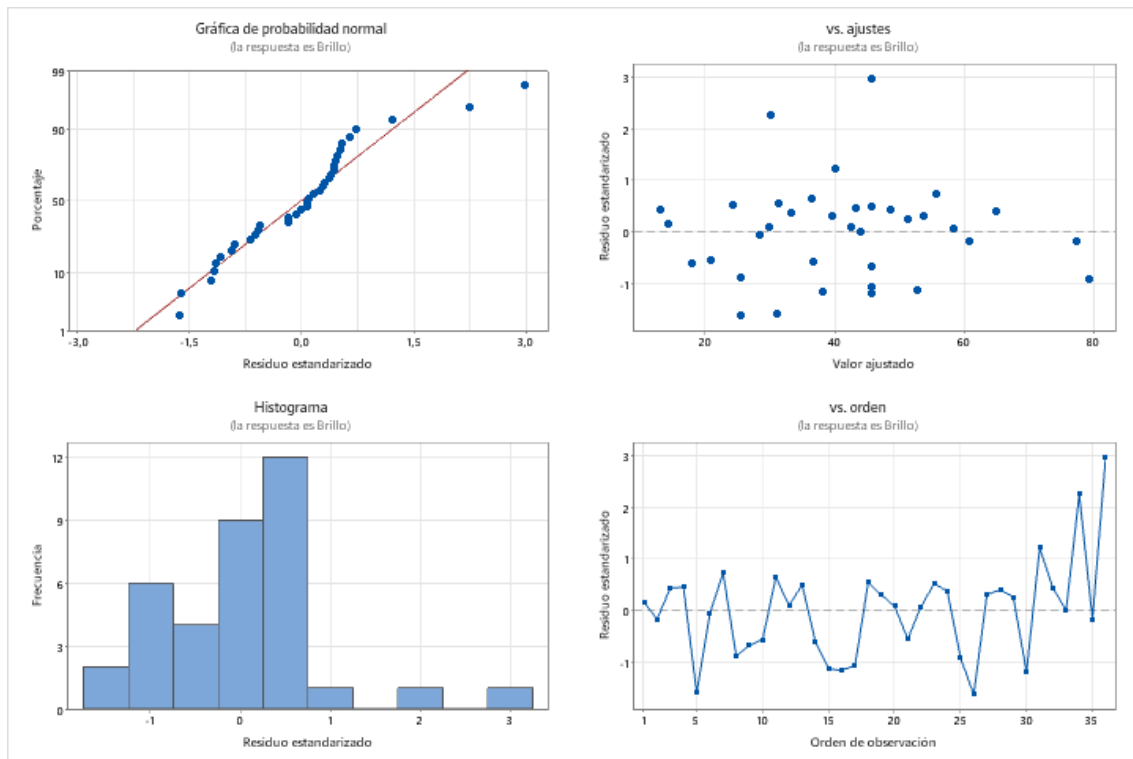
Término	Efecto	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante		40,42	1,17	34,52	0,000	
A2	-15,70	-7,85	1,17	-6,70	0,000	1,00
F2	-9,52	-4,76	1,17	-4,06	0,001	1,00
A3	-21,58	-10,79	1,17	-9,22	0,000	1,00
A1	-9,97	-4,99	1,17	-4,26	0,000	1,00
F1	-9,62	-4,81	1,17	-4,11	0,001	1,00
A2*F2	-0,51	-0,25	1,17	-0,22	0,830	1,00
A2*A3	3,18	1,59	1,17	1,36	0,190	1,00
A2*A1	3,12	1,56	1,17	1,33	0,198	1,00
A2*F1	2,14	1,07	1,17	0,92	0,371	1,00
F2*A3	-2,15	-1,07	1,17	-0,92	0,371	1,00

F2*A1	-0,18	-0,09	1,17	-0,08	0,940	1,00
F2*F1	-4,71	-2,36	1,17	-2,01	0,059	1,00
A3*A1	3,23	1,62	1,17	1,38	0,183	1,00
A3*F1	4,84	2,42	1,17	2,07	0,053	1,00
A1*F1	2,46	1,23	1,17	1,05	0,306	1,00
Pt Ctral		5,25	3,51	1,49	0,152	1,00

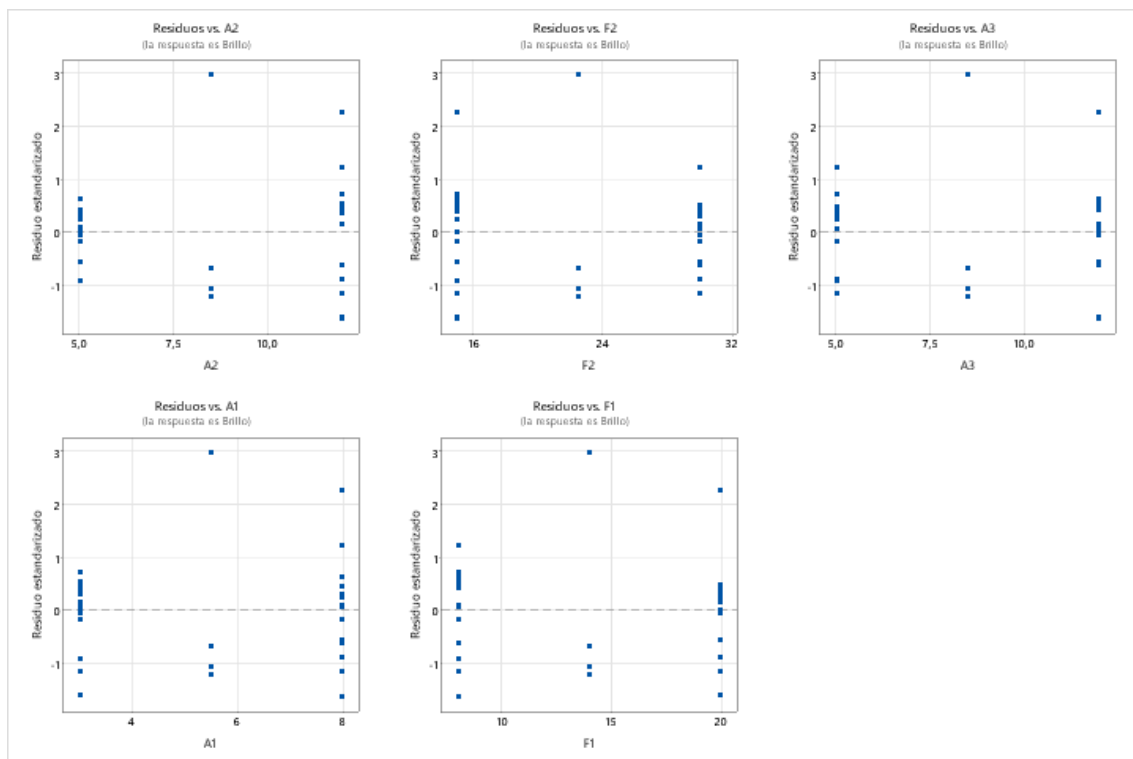
Anexo AA. Análisis de varianza, colapsación de diseño variable brillo.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	16	8789,93	549,37	12,52	0,00
Lineal	5	7959,83	1591,97	36,28	0,00
A2	1	1972,71	1972,71	44,95	0,00
F2	1	724,38	724,38	16,51	0,00
A3	1	3727,08	3727,08	84,93	0,00
A1	1	795,51	795,51	18,13	0,00
F1	1	740,16	740,16	16,87	0,00
Interacciones de 2 términos	10	732,13	73,21	1,67	0,16
A2*F2	1	2,08	2,08	0,05	0,83
A2*A3	1	81,12	81,12	1,85	0,19
A2*A1	1	77,97	77,97	1,78	0,20
A2*F1	1	36,77	36,77	0,84	0,37
F2*A3	1	36,87	36,87	0,84	0,37
F2*A1	1	0,25	0,25	0,01	0,94
F2*F1	1	177,66	177,66	4,05	0,06
A3*A1	1	83,69	83,69	1,91	0,18
A3*F1	1	187,21	187,21	4,27	0,05
A1*F1	1	48,51	48,51	1,11	0,31
Curvatura	1	97,97	97,97	2,23	0,15
Error	19	833,76	43,88		
Falta de ajuste	16	439,81	27,49	0,21	0,99
Error puro	3	393,95	131,32		
Total	35	9623,69			

Anexo AB. Distribución normal, colapsación de diseño variable brillo.



Anexo AC. Residuos contra niveles de factores, colapsación de diseño variable brillo.



Anexo AD. Coeficientes codificados variable fundencia.

Término	Efecto	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante		21,9176	0,0517	423,78	0,000	
A2	-0,0755	-0,0377	0,0517	-0,73	0,518	1,00
F2	0,1508	0,0754	0,0517	1,46	0,241	1,00
A3	0,0148	0,0074	0,0517	0,14	0,895	1,00
A1	0,0720	0,0360	0,0517	0,70	0,536	1,00
F1	0,0733	0,0366	0,0517	0,71	0,530	1,00
A2*F2	0,0014	0,0007	0,0517	0,01	0,990	1,00
A2*A3	0,1317	0,0659	0,0517	1,27	0,293	1,00
A2*A1	0,0920	0,0460	0,0517	0,89	0,439	1,00
A2*F1	0,0314	0,0157	0,0517	0,30	0,781	1,00
F2*A3	0,1048	0,0524	0,0517	1,01	0,385	1,00
F2*A1	-0,0167	-0,0084	0,0517	-0,16	0,882	1,00
F2*F1	0,0120	0,0060	0,0517	0,12	0,915	1,00
A3*A1	0,0873	0,0437	0,0517	0,84	0,460	1,00
A3*F1	0,1655	0,0827	0,0517	1,60	0,208	1,00
A1*F1	0,0227	0,0113	0,0517	0,22	0,841	1,00
A2*F2*A3	-0,0170	-0,0085	0,0517	-0,16	0,880	1,00
A2*F2*A1	-0,0530	-0,0265	0,0517	-0,51	0,644	1,00
A2*F2*F1	-0,0273	-0,0137	0,0517	-0,26	0,809	1,00
A2*A3*A1	-0,0127	-0,0063	0,0517	-0,12	0,910	1,00
A2*A3*F1	-0,2302	-0,1151	0,0517	-2,23	0,113	1,00
A2*A1*F1	-0,0911	-0,0455	0,0517	-0,88	0,443	1,00
F2*A3*A1	-0,1333	-0,0666	0,0517	-1,29	0,288	1,00
F2*A3*F1	-0,0302	-0,0151	0,0517	-0,29	0,790	1,00
F2*A1*F1	0,0795	0,0398	0,0517	0,77	0,498	1,00
A3*A1*F1	-0,2145	-0,1073	0,0517	-2,07	0,130	1,00
A2*F2*A3*A1	0,0580	0,0290	0,0517	0,56	0,614	1,00
A2*F2*A3*F1	0,1167	0,0584	0,0517	1,13	0,341	1,00
A2*F2*A1*F1	0,0133	0,0066	0,0517	0,13	0,906	1,00
A2*A3*A1*F1	0,0705	0,0352	0,0517	0,68	0,545	1,00
F2*A3*A1*F1	0,1942	0,0971	0,0517	1,88	0,157	1,00
A2*F2*A3*A1*F1	0,1542	0,0771	0,0517	1,49	0,233	1,00
Pt Ctral		0,023	0,155	0,15	0,891	1,00

Anexo AE. Análisis de varianza variable fundencia.

Fuente	GL	SC_{Ajust.}	MC_{Ajust.}	Valor F	Valor p
Modelo	32	2,67	0,08	0,97	0,61
Lineal	5	0,31	0,06	0,73	0,65
A2	1	0,05	0,05	0,53	0,52
F2	1	0,18	0,18	2,12	0,24
A3	1	0,00	0,00	0,02	0,90
A1	1	0,04	0,04	0,48	0,54
F1	1	0,04	0,04	0,50	0,53
Interacciones de 2 términos	10	0,59	0,06	0,69	0,71

A2*F2	1	0,00	0,00	0,00	0,99
A2*A3	1	0,14	0,14	1,62	0,29
A2*A1	1	0,07	0,07	0,79	0,44
A2*F1	1	0,01	0,01	0,09	0,78
F2*A3	1	0,09	0,09	1,03	0,39
F2*A1	1	0,00	0,00	0,03	0,88
F2*F1	1	0,00	0,00	0,01	0,92
A3*A1	1	0,06	0,06	0,71	0,46
A3*F1	1	0,22	0,22	2,56	0,21
A1*F1	1	0,00	0,00	0,05	0,84
Interacciones de 3 términos	10	1,09	0,11	1,27	0,47
A2*F2*A3	1	0,00	0,00	0,03	0,88
A2*F2*A1	1	0,02	0,02	0,26	0,64
A2*F2*F1	1	0,01	0,01	0,07	0,81
A2*A3*A1	1	0,00	0,00	0,01	0,91
A2*A3*F1	1	0,42	0,42	4,95	0,11
A2*A1*F1	1	0,07	0,07	0,78	0,44
F2*A3*A1	1	0,14	0,14	1,66	0,29
F2*A3*F1	1	0,01	0,01	0,08	0,79
F2*A1*F1	1	0,05	0,05	0,59	0,50
A3*A1*F1	1	0,37	0,37	4,30	0,13
Interacciones de 4 términos	5	0,48	0,10	1,12	0,50
A2*F2*A3*A1	1	0,03	0,03	0,31	0,61
A2*F2*A3*F1	1	0,11	0,11	1,27	0,34
A2*F2*A1*F1	1	0,00	0,00	0,02	0,91
A2*A3*A1*F1	1	0,04	0,04	0,46	0,55
F2*A3*A1*F1	1	0,30	0,30	3,53	0,16
Interacciones de 5 términos	1	0,19	0,19	2,22	0,23
A2*F2*A3*A1*F1	1	0,19	0,19	2,22	0,23
Curvatura	1	0,00	0,00	0,02	0,89
Error	3	0,26	0,09		
Total	35	2,92			

Anexo AF. Coeficientes codificados, colapsación de diseño variable fundencia.

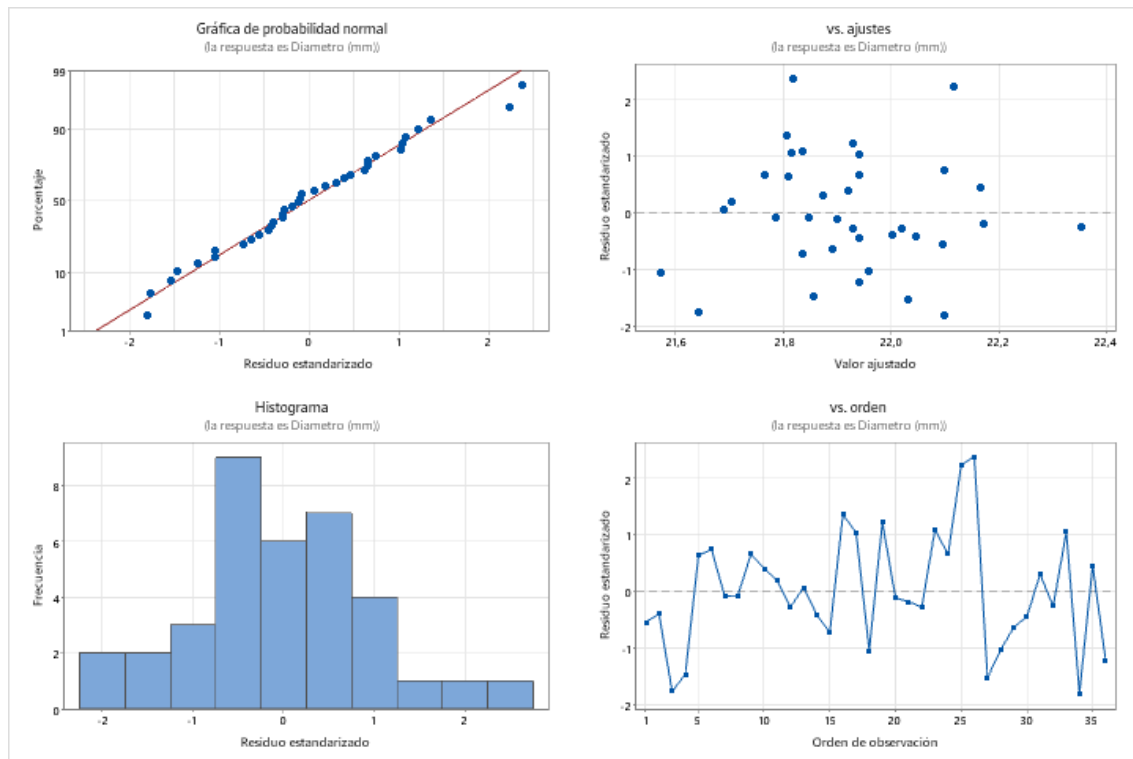
Término	Efecto	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante		21,9176	0,0576	380,61	0,000	
A2	-0,0755	-0,0377	0,0576	-0,66	0,520	1,00
F2	0,1508	0,0754	0,0576	1,31	0,206	1,00
A3	0,0148	0,0074	0,0576	0,13	0,899	1,00
A1	0,0720	0,0360	0,0576	0,63	0,539	1,00
F1	0,0733	0,0366	0,0576	0,64	0,532	1,00
A2*F2	0,0014	0,0007	0,0576	0,01	0,990	1,00
A2*A3	0,1317	0,0659	0,0576	1,14	0,267	1,00
A2*A1	0,0920	0,0460	0,0576	0,80	0,434	1,00
A2*F1	0,0314	0,0157	0,0576	0,27	0,788	1,00
F2*A3	0,1048	0,0524	0,0576	0,91	0,374	1,00
F2*A1	-0,0167	-0,0084	0,0576	-0,15	0,886	1,00

F2*F1	0,0120	0,0060	0,0576	0,10	0,918	1,00
A3*A1	0,0873	0,0437	0,0576	0,76	0,458	1,00
A3*F1	0,1655	0,0827	0,0576	1,44	0,167	1,00
A1*F1	0,0227	0,0113	0,0576	0,20	0,846	1,00
Pt Ctral		0,023	0,173	0,13	0,895	1,00

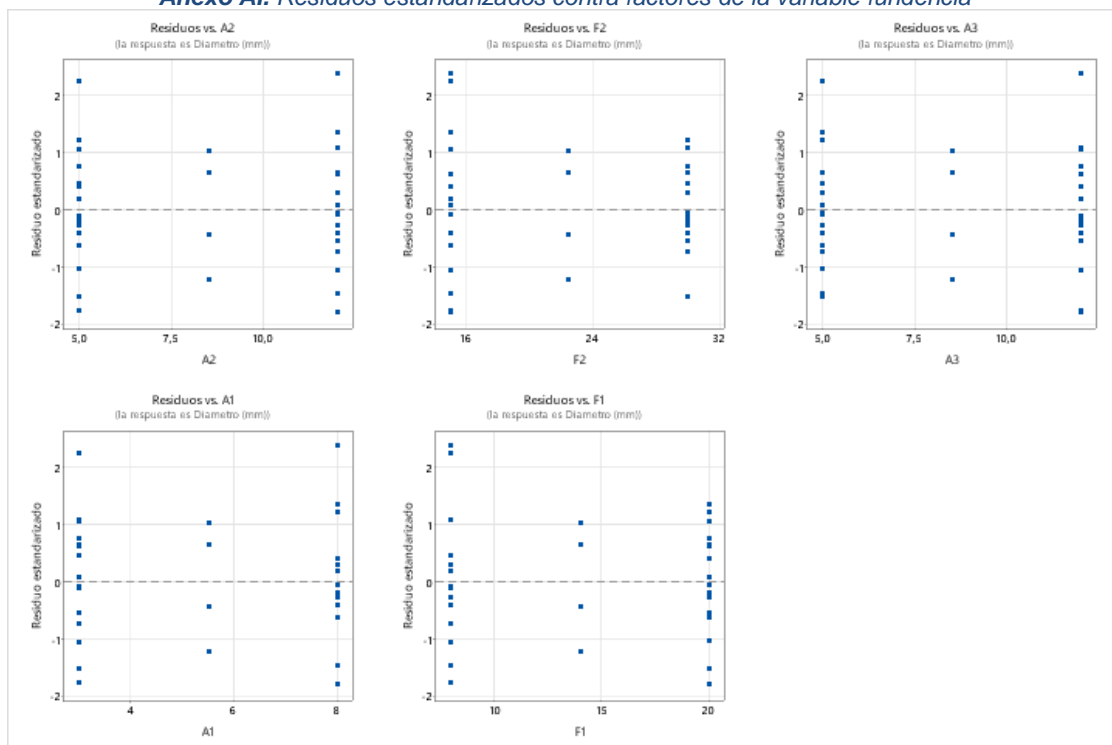
Anexo AG. Análisis de varianza, colapsación de diseño variable fundencia.

Fuente	GL	SC_{Ajust.}	MC_{Ajust.}	Valor F	Valor p
Modelo	16	0,91	0,06	0,53	0,90
Lineal	5	0,31	0,06	0,59	0,71
A2	1	0,05	0,05	0,43	0,52
F2	1	0,18	0,18	1,71	0,21
A3	1	0,00	0,00	0,02	0,90
A1	1	0,04	0,04	0,39	0,54
F1	1	0,04	0,04	0,40	0,53
Interacciones de 2 términos	10	0,59	0,06	0,56	0,83
A2*F2	1	0,00	0,00	0,00	0,99
A2*A3	1	0,14	0,14	1,31	0,27
A2*A1	1	0,07	0,07	0,64	0,43
A2*F1	1	0,01	0,01	0,07	0,79
F2*A3	1	0,09	0,09	0,83	0,37
F2*A1	1	0,00	0,00	0,02	0,89
F2*F1	1	0,00	0,00	0,01	0,92
A3*A1	1	0,06	0,06	0,58	0,46
A3*F1	1	0,22	0,22	2,06	0,17
A1*F1	1	0,00	0,00	0,04	0,85
Curvatura	1	0,00	0,00	0,02	0,90
Error	19	2,02	0,11		
Falta de ajuste	16	1,76	0,11	1,28	0,48
Error puro	3	0,26	0,09		
Total	35	2,92			

Anexo AH. Diagramas de distribución normal y aleatoriedad de datos con residuos estandarizados.



Anexo AI. Residuos estandarizados contra factores de la variable fundencia



Anexo AJ. Coeficientes codificados variable densidad.

Término	Efecto	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante		1775,13	0,30	5879,77	0,000	
A2	-4,625	-2,313	0,302	-7,66	0,005	1,00
F2	-3,750	-1,875	0,302	-6,21	0,008	1,00
A3	-5,750	-2,875	0,302	-9,52	0,002	1,00
A1	-1,875	-0,937	0,302	-3,11	0,053	1,00
F1	-3,875	-1,937	0,302	-6,42	0,008	1,00
A2*F2	0,125	0,063	0,302	0,21	0,849	1,00
A2*A3	-2,125	-1,062	0,302	-3,52	0,039	1,00
A2*A1	-1,000	-0,500	0,302	-1,66	0,196	1,00
A2*F1	-0,250	-0,125	0,302	-0,41	0,707	1,00
F2*A3	0,500	0,250	0,302	0,83	0,468	1,00
F2*A1	0,625	0,312	0,302	1,04	0,377	1,00
F2*F1	-0,375	-0,187	0,302	-0,62	0,579	1,00
A3*A1	-0,625	-0,313	0,302	-1,04	0,377	1,00
A3*F1	-1,625	-0,812	0,302	-2,69	0,074	1,00
A1*F1	-2,000	-1,000	0,302	-3,31	0,045	1,00
A2*F2*A3	-0,625	-0,313	0,302	-1,04	0,377	1,00
A2*F2*A1	-0,250	-0,125	0,302	-0,41	0,707	1,00
A2*F2*F1	-1,500	-0,750	0,302	-2,48	0,089	1,00
A2*A3*A1	-0,750	-0,375	0,302	-1,24	0,302	1,00
A2*A3*F1	-1,500	-0,750	0,302	-2,48	0,089	1,00
A2*A1*F1	-1,125	-0,562	0,302	-1,86	0,159	1,00
F2*A3*A1	-0,375	-0,188	0,302	-0,62	0,579	1,00
F2*A3*F1	-0,375	-0,188	0,302	-0,62	0,579	1,00
F2*A1*F1	0,000	0,000	0,302	0,00	1,000	1,00
A3*A1*F1	1,000	0,500	0,302	1,66	0,196	1,00
A2*F2*A3*A1	-0,750	-0,375	0,302	-1,24	0,302	1,00
A2*F2*A3*F1	0,500	0,250	0,302	0,83	0,468	1,00
A2*F2*A1*F1	0,625	0,313	0,302	1,04	0,377	1,00
A2*A3*A1*F1	-0,125	-0,062	0,302	-0,21	0,849	1,00
F2*A3*A1*F1	-1,750	-0,875	0,302	-2,90	0,063	1,00
A2*F2*A3*A1*F1	-0,625	-0,312	0,302	-1,04	0,377	1,00
Pt Ctral		0,125	0,906	0,14	0,899	1,00

Anexo AK. ANOVA preliminar variable densidad.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	32	905,56	28,30	9,70	0,04
Lineal	5	696,38	139,28	47,75	0,01
A2	1	171,13	171,13	58,67	0,01
F2	1	112,50	112,50	38,57	0,01
A3	1	264,50	264,50	90,69	0,00
A1	1	28,13	28,13	9,64	0,05
F1	1	120,13	120,13	41,19	0,01

Interacciones de 2 términos	10	107,25	10,73	3,68	0,16
A2*F2	1	0,13	0,13	0,04	0,85
A2*A3	1	36,13	36,13	12,39	0,04
A2*A1	1	8,00	8,00	2,74	0,20
A2*F1	1	0,50	0,50	0,17	0,71
F2*A3	1	2,00	2,00	0,69	0,47
F2*A1	1	3,13	3,13	1,07	0,38
F2*F1	1	1,13	1,13	0,39	0,58
A3*A1	1	3,13	3,13	1,07	0,38
A3*F1	1	21,13	21,13	7,24	0,07
A1*F1	1	32,00	32,00	10,97	0,05
Interacciones de 3 términos	10	64,50	6,45	2,21	0,28
A2*F2*A3	1	3,13	3,13	1,07	0,38
A2*F2*A1	1	0,50	0,50	0,17	0,71
A2*F2*F1	1	18,00	18,00	6,17	0,09
A2*A3*A1	1	4,50	4,50	1,54	0,30
A2*A3*F1	1	18,00	18,00	6,17	0,09
A2*A1*F1	1	10,13	10,13	3,47	0,16
F2*A3*A1	1	1,13	1,13	0,39	0,58
F2*A3*F1	1	1,13	1,13	0,39	0,58
F2*A1*F1	1	0,00	0,00	0,00	1,00
A3*A1*F1	1	8,00	8,00	2,74	0,20
Interacciones de 4 términos	5	34,25	6,85	2,35	0,26
A2*F2*A3*A1	1	4,50	4,50	1,54	0,30
A2*F2*A3*F1	1	2,00	2,00	0,69	0,47
A2*F2*A1*F1	1	3,13	3,13	1,07	0,38
A2*A3*A1*F1	1	0,13	0,13	0,04	0,85
F2*A3*A1*F1	1	24,50	24,50	8,40	0,06
Interacciones de 5 términos	1	3,13	3,13	1,07	0,38
A2*F2*A3*A1*F1	1	3,13	3,13	1,07	0,38
Curvatura	1	0,06	0,06	0,02	0,90
Error	3	8,75	2,92		
Total	35	914,31			

Anexo AL. Coeficientes codificados colapsación de diseño variable densidad.

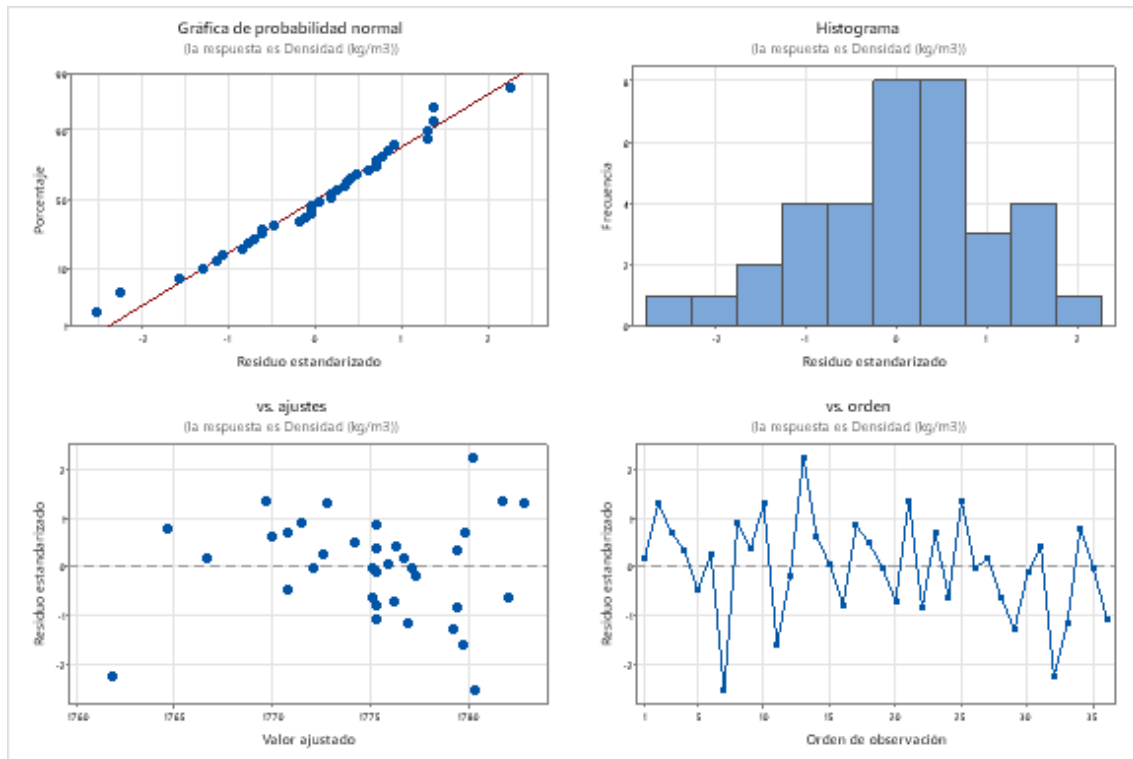
Término	Efecto	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante		1775,13	0,43	4161,54	0,000	
A2	-4,625	-2,313	0,427	-5,42	0,000	1,00
F2	-3,750	-1,875	0,427	-4,40	0,000	1,00
A3	-5,750	-2,875	0,427	-6,74	0,000	1,00
A1	-1,875	-0,937	0,427	-2,20	0,041	1,00
F1	-3,875	-1,937	0,427	-4,54	0,000	1,00
A2*F2	0,125	0,063	0,427	0,15	0,885	1,00
A2*A3	-2,125	-1,062	0,427	-2,49	0,022	1,00
A2*A1	-1,000	-0,500	0,427	-1,17	0,256	1,00

A2*F1	-0,250	-0,125	0,427	-0,29	0,773	1,00
F2*A3	0,500	0,250	0,427	0,59	0,565	1,00
F2*A1	0,625	0,313	0,427	0,73	0,473	1,00
F2*F1	-0,375	-0,187	0,427	-0,44	0,665	1,00
A3*A1	-0,625	-0,313	0,427	-0,73	0,473	1,00
A3*F1	-1,625	-0,812	0,427	-1,90	0,072	1,00
A1*F1	-2,000	-1,000	0,427	-2,34	0,030	1,00
Pt Ctral		0,13	1,28	0,10	0,923	1,00

Anexo AM. Análisis de varianza, colapsación de diseño variable densidad.

Fuente	GL	SC_{Ajust.}	MC_{Ajust.}	Valor F	Valor p
Modelo	16	803,68	50,23	8,63	0,00
Lineal	5	696,38	139,28	23,92	0,00
A2	1	171,13	171,13	29,39	0,00
F2	1	112,50	112,50	19,32	0,00
A3	1	264,50	264,50	45,43	0,00
A1	1	28,13	28,13	4,83	0,04
F1	1	120,13	120,13	20,63	0,00
Interacciones de 2 términos	10	107,25	10,73	1,84	0,12
A2*F2	1	0,13	0,13	0,02	0,89
A2*A3	1	36,13	36,13	6,20	0,02
A2*A1	1	8,00	8,00	1,37	0,26
A2*F1	1	0,50	0,50	0,09	0,77
F2*A3	1	2,00	2,00	0,34	0,57
F2*A1	1	3,13	3,13	0,54	0,47
F2*F1	1	1,13	1,13	0,19	0,67
A3*A1	1	3,13	3,13	0,54	0,47
A3*F1	1	21,13	21,13	3,63	0,07
A1*F1	1	32,00	32,00	5,50	0,03
Curvatura	1	0,06	0,06	0,01	0,92
Error	19	110,63	5,82		
Falta de ajuste	16	101,88	6,37	2,18	0,29
Error puro	3	8,75	2,92		
Total	35	914,31			

Anexo AN. Dispersión normal variable de salida diámetro



Anexo AO. Residuos estandarizados contra factores variable de salida densidad.

