



## OPTIMIZACIÓN DE PROPIEDADES MECÁNICAS DE UN COMPUESTO DE PET/MADERA MEDIANTE DISEÑO DE EXPERIMENTOS PARA MEZCLAS

### MECHANICAL PROPERTIES OPTIMIZATION OF A PET/WOOD COMPOSITE BY MIXTURE EXPERIMENTS

J. Cruz-Salgado<sup>1\*</sup>, S. Alonso-Romero<sup>2</sup>, A. Estrada-Monje<sup>2</sup>, R. Zitzumbo-Guzman<sup>2</sup>.

<sup>1</sup>Universidad Politécnica del Bicentenario. Carretera Estatal Silao-Romita Km 2, San Juan de los Duran, C.P. 36283, Silao Gto.

<sup>2</sup>Centro de Innovación Aplicada en Tecnologías Competitivas. Omega 201, Fraccionamiento Industrial Delta, C.P. 37545, León Gto.

Received May 28, 2015; Accepted May 17, 2016

#### Resumen

En el presente trabajo se describe un diseño de experimentos para mezclas D-óptimo, el cual fue empleado para determinar la formulación óptima de un compuesto de PET-madera conformado por: polietilén tereftalato (PET) como matriz polimérica, madera en polvo como relleno y un agente de acoplamiento. La formulación se desarrolló en función de tres variables de respuesta: resistencia a la flexión, tensión y compresión. Se ajustaron 3 modelos matemáticos con los cuales se describió la relación existente entre los porcentajes de los componentes del compuesto y sus propiedades mecánicas. Mediante un análisis de la varianza se determinaron los componentes con mayor efecto sobre las variables de respuesta. A través de la función de deseabilidad se determinó la formulación que optimiza de manera simultánea las propiedades mecánicas del compuesto.

*Palabras clave:* compuestos de madera plástico, polietilén tereftalato, diseño de experimentos para mezclas.

#### Abstract

A D-optimal mixture experiment is described in this paper to determine the optimal formulation of a PET-wood composite with: polyethylene terephthalate as a polymer matrix, wood flour as filler and a coupling agent. The formulation was developed in function of three variable responses: tensile, flexural and compressive strength. Three mathematical models were fitted and the relation between the composite components relative amount and their mechanical properties was described. By analysis of variance we determine the components with highest effect over the responses. The formulation that simultaneously optimizes the mechanical properties of the composite was determined through a desirability function.

*Keywords:* wood plastic composite, polyethylene terephthalate, mixture experiments.

## 1 Introducción

Los compuestos de madera plástico (WPC), por sus siglas en inglés, son materiales que consisten de una fase polimérica primaria (Termoplástico/Termofijo) en donde una fase secundaria de relleno es embebida; el relleno generalmente es un desecho de madera en forma de fibras, polvo u hojuelas. Inicialmente los termoplásticos/termofijos no eran usados en los WPC, pero los beneficios de mezclar resinas termoplásticas con fibras naturales es hoy en día una práctica habitual. Los WPC formados con resinas termoplásticas son ambientalmente atractivos ya que, tanto la fase primaria como la secundaria, suelen ser de materiales

reciclados o de desecho.

Las fibras de madera, usadas como relleno, fueron inicialmente utilizadas para reducir la densidad y los costos de los productos, pero se ha descubierto que el relleno de madera mejora el desempeño mecánico de los productos cuando se utiliza un agente de acoplamiento para mejorar la compatibilidad entre la matriz polimérica y el relleno. Incorporando fibras de madera en una matriz polimérica, la rigidez y otras propiedades mecánicas del compuesto, pueden ser significativamente mejoradas. El reforzamiento de termoplásticos, mediante la incorporación de rellenos naturales puede proveer propiedades comparables a

\* Corresponding author. E-mail: [jcruz@upbicentenario.edu.mx](mailto:jcruz@upbicentenario.edu.mx)  
Tel. (472)723-87-00, Ext. 125

las presentes en la fibra de vidrio (Herrmann y col., 1998). Los WPC han sido usados primeramente en la construcción de accesorios decorativos, ventanas y puertas, donde un desempeño estructural substancial no es requerido. La información respecto a WPC de ingeniería con poliolefinas como matriz polimérica, está ampliamente disponible en la literatura (Clemons, 2002), pero el uso de PET como matriz polimérica en WPC, es de interés reciente en la comunidad científica (Cruz-Salgado y col., 2015).

El diseño para mezclas D-óptimo es un tipo de enfoque estadístico, empleado para construir diseños de experimentos generados por computadora "ideales" para una región experimental particular de interés, la cual está sujeta a ciertas restricciones (Raymond y col., 2009). Permite restringir el intervalo de las proporciones de los componentes (Ver Ec. (2) más adelante), ajustar modelos matemáticos y usarlos para mejorar las características del producto final. Por otra parte, un diseño D-óptimo puede reducir considerablemente el número de experimentos necesarios para obtener información, científica y técnica, sobre la relación existente entre los componentes de un compuesto y alguna propiedad de interés (Rachel y col., 2011).

Cabe mencionar que los diseños de experimentos factoriales y de mezclas han sido utilizados en experimentos de WPC con matrices poliméricas diferentes al PET (Cruz-Salgado y col., 2015). Matuana y Mengelöglu (2002) utilizaron un diseño de composición central con cuatro factores para desarrollar un modelo de superficie de respuesta y estudiar la espumabilidad de un WPC rígido. Stark y Matuana (2003) aplicaron un diseño factorial  $2^4$  para determinar la interacción entre dos estabilizadores de luz, un colorante, un absorbedor de luz ultravioleta y la foto estabilización de un WPC que contenía polietileno de alta densidad como matriz polimérica. Jun y col. (2008) utilizaron un diseño Box Behnken, mediante la metodología de superficie de respuesta, para determinar qué variable presentaba un efecto estadísticamente significativo sobre la respuesta de interés. Chatree y col. (2014) aplicaron un diseño para mezclas D-óptimo para modelar características mecánicas de un WPC, optimizaron las proporciones de los compuestos de polipropileno reciclado y hule-madera en polvo, basados en las propiedades mecánicas determinadas experimentalmente. El uso de métodos estadísticos es cada día más frecuente en áreas como la ingeniería mecánica, algunos ejemplos se pueden encontrar en (Alas, 2014; Cruz-Salgado y col., 2015; Soto-Borbón y col., 2014).

En la formulación de un WPC la fracción de los componentes no puede ser cambiada de manera independiente, ya que el incremento del porcentaje de uno de los componentes afectará la concentración del resto de los componentes de la mezcla. Esta restricción surge por el hecho de que la cantidad total de la mezcla (combinación de los componentes que forman el compuesto) debe ser la misma para todas las formulaciones que se deseen comparar (ver Ec. (1) más adelante).

En el presente artículo se describe una estrategia estadística para optimizar las propiedades mecánicas de un compuesto de plástico/madera, con PET como matriz polimérica. Los puntos experimentales del diseño se determinaron mediante un diseño para mezclas D-óptimo (Ver figura 1). Con la información del diseño de experimentos se ajustaron tres modelos matemáticos, con los cuales, se modeló la relación existente entre las proporciones de los componentes del compuesto (mezcla) y cada una de las variables de respuesta (propiedades mecánicas). Así mismo, mediante el análisis de la varianza se identificaron los componentes que tienen un efecto estadísticamente significativo sobre las variables de respuesta. Por último, mediante la función de deseabilidad, se obtuvo la formulación del compuesto que maximiza simultáneamente las tres variables de respuesta.

La aplicación de esta estrategia estadística provee una referencia matemática para establecer cuáles de los componentes de la formulación generan un cambio significativo en las propiedades mecánicas del compuesto. Dicho cambio está en función de las diferentes proporciones de los componentes (puntos experimentales Figura 1). Es importante resaltar que esta referencia matemática garantiza la obtención de la formulación óptima, en la región experimental estudiada.

## 2 Materiales y métodos

### 2.1 Materiales

Se moldearon probetas del material compuesto de PET de baja viscosidad como matriz polimérica y madera en polvo como relleno. El PET fue obtenido de la empresa INVISTA (México D.F.), la madera en polvo se obtuvo de una maderería local y un aditivo que funciona como agente de acoplamiento (Polietileno/Polipropileno) fue obtenido de la empresa CELANESE (México D.F.).

## 2.2 Procesamiento del compuesto

Primeramente el aserrín fue tamizado con una Vibradora analítica de tamices AS 200 y un tamiz de prueba para análisis de granulometría con el objetivo de caracterizar el tamaño de partícula de relleno. De esta manera se obtuvo el polvo de madera utilizado como material de relleno.

Los tamaños de partícula utilizados en el experimento fueron de 1, 1.4 y 2 mm, correspondientes a un tamaño de malla de 18, 14 y 10 (ASTM) respectivamente. La proporción empleada de cada tamaño de partícula, en todos los experimentos, fue de 33.3% para los tres tamaños de partícula. Los tres materiales fueron deshidratados en un horno de secado a una temperatura de 100 °C durante un tiempo de 8 horas.

Después de la deshidratación, se pesaron los materiales para elaborar las diferentes formulaciones de cada tratamiento del diseño experimental. Para el mezclado de los materiales se utilizó un extrusor de laboratorio monohusillo Brabender (PL2200 PLASTICORDER, México). La velocidad del husillo fue de 90 RPM y el perfil de temperatura en el extrusor 240, 250, 260 y 260 °C.

Para formar la mezcla que dio origen al WPC, los ingredientes o componentes de la mezcla se procesaron en el extrusor, el cual es alimentado mediante una tolva. Cuando los componentes de la mezcla se encuentran dentro del extrusor son empujados a través de las 4 zonas de calentamiento por un tornillo sin fin llamado husillo. Cuando el PET entra en contacto con las paredes del cilindro del extrusor se comienza a fundir y la madera es encapsulada por el PET fundido. El agente de acoplamiento, que tiene un punto de fusión menor al del PET, se funde primero lo que hace que se adhiera al PET y a la madera antes de que la madera sea encapsulada por el PET. Cuando el material ha atravesado las 4 zonas de calentamiento se encuentra completamente reblandecido y mezclado, lo que le permite ser maleado en formas diversas. Una vez obtenido el compuesto este fue molido para obtener un polvo fino. La molienda se llevó a cabo en un molino de cuchillas PAGANI 5HP con una malla de 5 mm de diámetro. Con el material molido se moldearon probetas.

## 2.3 Propiedades mecánicas

Las probetas moldeadas fueron analizadas siguiendo el estándar ASTM D 638 para propiedades de tensión

(ASTM, 2008). Las pruebas fueron llevadas a cabo usando una Máquina de Pruebas Universal Instron (modelo 1196) con una velocidad de 1 mm/min. Las variables de respuesta analizadas se midieron en kilogramos fuerza  $\text{kg}_f/\text{mm}^2$ .

## 2.4 Diseño de experimentos para mezclas

En el contexto de diseño de experimentos para mezclas, la variable de respuesta depende sólo de las proporciones relativas de los ingredientes o componentes de la mezcla. Estas proporciones, denotadas por  $x_1, x_2, x_3, \dots, x_q$ , están conectadas por una restricción lineal, de la forma:

$$x_1 + x_2 + \dots + x_q = 1 \quad (1)$$

Comúnmente la región de diseño (1) está sujeta a restricciones adicionales de la forma

$$a_i \leq x_i \leq b_i \quad (2)$$

Cuando se tienen restricciones en los componentes de la mezcla es recomendable reescalar las proporciones mediante pseudocomponentes. Los pseudocomponentes en experimentos para mezclas son como las variables codificadas en diseños factoriales. En ocasiones, facilitan la construcción del diseño y ayudan a disminuir problemas de multicolinealidad entre las proporciones, que son frecuentes en los diseños de mezclas con restricciones (Cornell, 1990).

Si los componentes originales se denotan con  $x_i (i = 1, \dots, q)$ , los pseudocomponentes  $z_i$  se definen con la transformación:

$$z_i = \frac{x_i - a_i}{1 - \sum_{i=1}^q a_i}; \quad i = 1, 2, \dots, q$$

donde  $a_i$  es la cota inferior del componente  $x_i$ . Para uno o varios componentes, estas restricciones adicionales pueden resultar en un intervalo extremadamente pequeño en términos de la mezcla.

Un modelo general para mezclas, en términos de matrices, puede ser presentado como  $Y = X\beta + \epsilon$  o  $E(Y) = X\beta$  (Cornell, 1990). Para estimar  $\beta$ , mediante mínimos cuadrados, se puede utilizar la siguiente expresión:

$$\hat{\beta} = (X'X)^{-1} X'y \quad (3)$$

Donde la matriz de covarianzas es  $V(\hat{\beta}) = (X'X)^{-1} \sigma^2$ , la covarianza es un valor que indica el grado de variación conjunta de dos variables. El vector de los valores ajustados (valores de las variables de respuesta estimadas por el modelo) está dado por  $\hat{y} = X\hat{\beta}$  y el vector de los residuales es  $e = y - \hat{y} = y - X\hat{\beta}$  (diferencia

entre el valor observado en la experimentación y el valor predicho por el modelo). Usualmente, se asume que el vector  $e$  sigue una distribución normal, con  $e \sim N(0, \sigma^2)$ . El vector de residuales es utilizado para verificar los supuestos del modelo, los cuales son: normalidad, varianza constante e independencia de los residuales (Montgomery, 2009).

### 3 Resultados y discusión

Los componentes analizados, que forman parte de la mezcla, fueron: PET ( $x_1$ ), madera en polvo ( $x_2$ ) y un agente de acoplamiento E-GMA ( $x_3$ ). Estos componentes están sujetos a la restricción (1), ya que la suma de los porcentajes de los componentes debe representar el 100% de la mezcla. Por otra parte, los componentes también están sujetos a restricciones del tipo (2), se desea encontrar el porcentaje de relleno (Madera), que maximiza, o conserva, las propiedades mecánicas del PET. Para el caso del agente de acoplamiento (E-GMA) se considera que el intervalo en el cual el agente favorece el acoplamiento entre el PET y la madera va del 0 al 3%. Las restricciones inferiores y superiores de los porcentajes de contribución de los componentes de la mezcla se muestran en la Tabla 1.

El diseño del experimento para mezclas (Diseño D-óptimo) y el análisis fueron realizados con el software Design-Expert (versión 8.0.6, Stat-Ease, Inc.). Los puntos experimentales generados por computadora, mediante el diseño D-óptimo, que constituyen la región experimental se muestran en la Figura 1. El diseño consta de tres corridas de puntos del modelo, 5 para estimar la falta de ajuste y 5 réplicas, dando un total de 13 corridas experimentales. El diseño experimental se muestra en la Tabla 2.

Para analizar los resultados del diseño de mezcla la primera tarea es seleccionar y ajustar el modelo adecuado, el cual puede ser lineal, cuadrático, cúbico especial y cúbico (Montgomery, 2009). En la Tabla 3 se muestra la información que permite seleccionar los modelos para las variables de respuesta  $Y_1$ ,  $Y_2$  y  $Y_3$ .

Tabla 1. Componentes de la mezcla y sus restricciones.

Componente	Restricción de la fracción (wt%)
PET ( $x_1$ )	$60 \leq x_1 \leq 90$
Madera ( $x_2$ )	$10 \leq x_2 \leq 40$
E-GMA ( $x_3$ )	$0 \leq x_3 \leq 3$

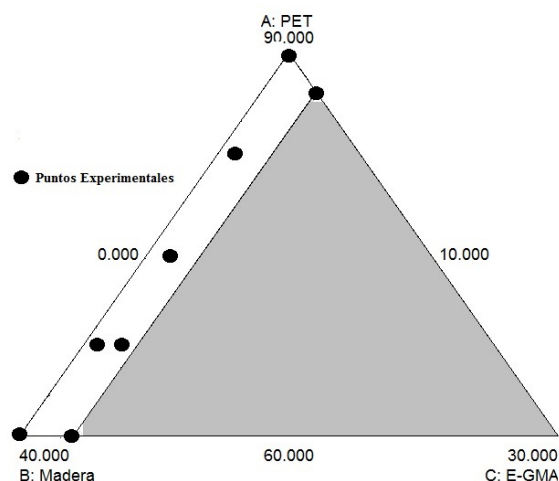


Fig. 1. Región experimental.

El criterio del valor-p consiste normalmente en elegir el modelo menos complicado, o de menor orden, con un valor-p menor que 0.05 (Montgomery, 2009). Así mismo, para la selección del modelo se tiene el criterio de los coeficientes de determinación ( $R^2$  y  $R^2_{ajus}$ ), los cuales muestran el porcentaje de la variación en las variables de respuesta  $Y_1$ ,  $Y_2$  y  $Y_3$  que es explicada por el correspondiente modelo, valores mayores al 80% indican un ajuste satisfactorio. De manera adicional, se tiene el criterio del estadístico PRESS, el cual es una forma de validación cruzada usada para proveer una medida del ajuste de un modelo sobre una muestra de observaciones que no fueron usadas para estimar el modelo, valores menores del estadístico PRESS indican una mejor estructura (Montgomery, 2009). Con base en el valor-p,  $R^2$ ,  $R^2_{ajus}$ , desviación estándar y estadístico PRESS, mostrados en la Tabla 3, se elige el modelo cuadrático.

El modelo cuadrático empleado tiene la siguiente forma:

$$Y = \sum_{i=1}^3 \beta_i x_i + \sum_{i < j}^3 \sum_{j=2}^3 \beta_{ij} x_i x_j \quad (4)$$

Los parámetros desconocidos del modelo (4) pueden ser estimados mediante (3), así como la información referente a los valores ajustados ( $\hat{y}$ ) y los residuales ( $e$ ).

Tabla 2. Diseño de experimentos y variables de respuesta.

Corridas	Fracciones de los componentes de la mezcla (% en peso)			Variables de respuesta ( $\text{kg}_f/\text{mm}^2$ )		
	PET ( $x_1$ )	Madera ( $x_2$ )	E-GMA ( $x_3$ )	Flexión ( $Y_1$ )	Compresión ( $Y_2$ )	Tensión ( $Y_3$ )
1	87	10	3	3	4.8	9.71
2	87	10	3	3.02	4.91	9.72
3	60	40	0	1.44	5.06	10.05
4	82.125	17.125	0.75	2.83	5.07	10
5	60	37	3	1.52	5.22	10.37
6	90	10	0	3.19	4.81	9.35
7	87	10	3	3.02	4.94	9.82
8	67.125	32.125	0.75	1.83	5.33	10.28
9	60	40	0	1.36	5.04	10.29
10	60	37	3	1.49	5.23	10.44
11	90	10	0	3.32	4.89	9.53
12	74.25	24.25	1.5	2.15	5.25	10.31
13	67.125	30.625	2.25	1.74	5.39	10.6

Tabla 3. Análisis de los posibles modelos para las variables de respuesta  $Y_1$ ,  $Y_2$  y  $Y_3$ .

Fuente	Valor-P $Y_1$	Valor-P $Y_2$	Valor-P $Y_3$		
Lineal	0.0001	0.0182	0.0004		
<b>Cuadrático</b>	<b>0.0239</b>	<b>0.0019</b>	<b>0.0042</b>		
Cúbico esp.	0.4265	0.3056	0.4875		
Cúbico	0.2506	0.1405	0.6055		
$Y_1$	Modelo	Desviación estándar	$R^2$	$R^2_{aj}$	PRESS
Lineal		0.081	0.9807	0.9888	0.11
<b>Cuadrático</b>		<b>0.051</b>	<b>0.9974</b>	<b>0.9955</b>	<b>0.07</b>
Cúbico esp.		0.053	0.9977	0.9953	+
Cúbico		0.050	0.9983	0.9958	+
$Y_2$	Modelo	Desviación estándar	$R^2$	$R^2_{aj}$	PRESS
Lineal		0.1447	0.551	0.4615	0.33
<b>Cuadrático</b>		<b>0.0631</b>	<b>0.940</b>	<b>0.8974</b>	<b>0.09</b>
Cúbico esp.		0.0620	0.9505	0.9010	+
Cúbico		0.0535	0.9693	0.9263	+
$Y_3$	Modelo	Desviación estándar	$R^2$	$R^2_{aj}$	PRESS
Lineal		0.1943	0.7869	0.7443	0.59
<b>Cuadrático</b>		<b>0.0952</b>	<b>0.9641</b>	<b>0.9386</b>	<b>0.24</b>
Cúbico esp.		0.0984	0.9671	0.9343	+
Cúbico		0.10473	0.9690	0.9257	+

En la Tabla 4 se exponen los Valores-P del análisis de la varianza de las respuestas  $Y_1$ ,  $Y_2$  y  $Y_3$ . En la Tabla 5 se presentan el resumen del ajuste de los modelos cuadráticos. Los modelos ajustados en

seudocomponentes se presentan a continuación:

$$Y_1 = 3.26x_1 + 1.39x_2 + 1264.77x_3 + 15.06x_1x_2 - 1404.44x_1x_3 - 1402.51x_2x_3 \quad (5)$$

$$Y_2 = 4.84x_1 + 5.07x_2 - 377.69x_3 - 3.40x_1x_2 + 425.48x_1x_3 + 427.17x_2x_3 \quad (6)$$

$$Y_3 = 9.45x_1 + 10.17x_2 - 1109.02x_3 - 11.94x_1x_2 + 1246.10x_1x_3 + 1246.23x_2x_3 \quad (7)$$

Para el caso del modelo (5), con base en los coeficientes estimados, podemos notar que el agente de acoplamiento ( $x_3$ ) influye sobre la resistencia a la flexión ( $Y_1$ ), lo mismo podemos observar en la resistencia a la compresión ( $Y_2$ ) y a la tensión ( $Y_3$ ), mediante los coeficientes de (6) y (7) respectivamente. Como se puede ver en la Tabla 4, la mezcla lineal en las tres variables de respuesta ( $Y_1$ ,  $Y_2$  y  $Y_3$ ), tiene un valor-p menor que el nivel de significancia prefijado de 0.05, por lo tanto, uno o varios efectos lineales presentan un efecto estadísticamente significativo sobre la variable de respuesta. Dado que se empleó un diseño de experimentos para mezclas, no es posible estimar los efectos lineales de forma independiente, al menos no de una forma directa (Cornell, 1990), sin embargo, los coeficientes estimados de los modelos (5), (6) y (7) pueden servir para dar luz, sobre cuál efecto lineal afecta mayormente a la variable de respuesta. Para esto, en la Tabla 5 se presenta el intervalo de confianza de los coeficientes estimados. En la Tabla 4, mediante el valor-p, podemos notar que solo en el caso de  $Y_1$  se tiene un efecto estadísticamente significativo en los efectos de interacción (valor-p < 0.05). Se debe recordar que los efectos de interacción tienen prioridad sobre los principales (Cornell, 1990). Teniendo esto en mente, para el caso de  $Y_1$ , el efecto de interacción  $x_1x_2$  tiene un efecto sinérgico sobre  $Y_1$ , dado que el signo del coeficiente es positivo. Por otra parte, los efectos de interacción  $x_1x_3$  y  $x_2x_3$  tienen un efecto antagónico sobre  $Y_1$ , dado que el signo de los coeficientes es negativo. En la Tabla 5 se muestran los coeficientes estimados de los tres modelos junto con sus respectivos errores estándar e intervalos de confianza al 95%. Por otra parte, cabe mencionar que los supuestos del modelo, normalidad, independencia y varianza constante de los residuales (vector  $e$ ) se cumplieron satisfactoriamente para los tres modelos ajustados.

En las Figuras 2, 3 y 4 se muestran las gráficas de superficie de respuesta para las respuestas  $Y_1$ ,  $Y_2$  y  $Y_3$  respectivamente. La región de diferentes tonos en escala de grises en las Figuras 2, 3 y 4 representa la región experimental limitada por las restricciones de la formulación mostradas en la Tabla 1. Las Figuras 2, 3 y 4 modelan mediante las Ecs. (5), (6) y (7) la relación existente entre las proporciones de los componentes

de la mezcla y las propiedades mecánicas. Para cada una de las respuestas se determinó el porcentaje de los componentes que provee el mayor valor de la resistencia, tomando cada respuesta como independiente (Figura 2, 3 y 4). Sin embargo, es de interés considerable el encontrar los porcentajes de cada componente que provean los valores más altos de las tres respuestas de manera simultánea.

A través de la función de deseabilidad (Montgomery, 2009) es posible encontrar una solución compromiso, en la cual se obtengan los porcentajes de los componentes que mejor favorecen las tres respuestas al mismo tiempo. El método de la función de deseabilidad consiste en definir una función en el espacio de factores que estima la deseabilidad global del producto en cada punto; de esta forma, convierte el método de optimización multivariado en un problema de optimización univariado. Basta maximizar la deseabilidad global para obtener el punto óptimo buscado. Para definir la deseabilidad global se requiere que todas las  $Y$  estén en la misma escala, y esto se logra transformando cada respuesta predicha  $\hat{Y}_i(x)$ , en un valor de deseabilidad individual  $d_i(x)$  que cae en el intervalo [1,0]. La transformación  $d_i(x)$  se hace en términos de las especificaciones y del valor objetivo de cada  $Y$  (Humberto y Román, 2015).

En particular, si la variable  $Y_i$  tiene por especificaciones inferior y superior a  $EI_i$  y  $ES_i$ , y su valor objetivo o nominal es  $T_i$ , se define la transformación  $d_i$  como:

$$d_i(x) = \left\{ \begin{array}{ll} \left[ \frac{\hat{Y}_i(x) - EI_i}{T_i - EI_i} \right]^s & \text{si } EI_i \leq \hat{Y}_i(x) \leq T_i \\ \left[ \frac{\hat{Y}_i(x) - ES_i}{T_i - ES_i} \right]^t & \text{si } T_i \leq \hat{Y}_i(x) \leq ES_i \\ 0 & \text{si } \hat{Y}_i(x) < EI_i \text{ o } \hat{Y}_i(x) > ES_i \end{array} \right\} \quad (8)$$

Donde  $s$  y  $t$  son exponentes que sirven para elegir la forma deseada de la transformación y con ello reflejan los deseos del experimentador sobre cada  $Y$ . Una vez calculadas las  $m$  deseabilidades individuales sobre el punto  $x$ , la deseabilidad global ( $DG$ ) toma la forma siguiente:

$$DG = (d_1 * d_2 * \dots * d_n)^{1/2} \quad (9)$$

En la Figura 5 se muestra la superficie de respuesta de la función de deseabilidad, en esta Figura se describe de manera gráfica dicha función respecto a las tres variables de respuesta de interés, valores altos de deseabilidad sugieren una mejor solución compromiso para las variables analizadas.

Tabla 4. Valores-P del análisis de la varianza de las respuestas  $Y_1$ ,  $Y_2$  y  $Y_3$ .

Fuente	Valor-P $Y_1$	Valor-P $Y_2$	Valor-P $Y_3$
Modelo	0.0001	0.0004	0.0001
Mezcla lineal	0.0001	0.0003	0.0001
$x_1x_2$	0.0281	0.6272	0.2758
$x_1x_3$	0.0254	0.5071	0.2168
$x_2x_3$	0.0255	0.5054	0.2167
Falta de Ajuste	0.3631	0.1884	0.6939

Tabla 5. Resumen del ajuste de los modelos cuadráticos.

Respuesta	Desviación estándar	$R^2$	$R^2_{ajus}$	PRESS		
$Y_1$	0.050	0.9974	0.9955	0.073		
$Y_2$	0.063	0.9402	0.8975	0.098		
$Y_3$	0.095	0.9642	0.9386	0.240		
$Y_1$	Componente	Coefficiente Estimado	Grados de libertad	Error Estándar	95% IC Bajo	95% IC Alto
	$x_1$ -HDPE	3.26	1	0.0357	3.17	3.34
	$x_2$ -PET	1.39	1	0.0357	1.30	1.47
	$x_3$ -E-GMA	1264.76	1	446.60	208.7	2320.8
	$x_1x_2$	15.06	1	5.45	2.15	27.96
	$x_1x_3$	-1404.44	1	496.15	-2577	-231.2
	$x_2x_3$	-1402.50	1	496.08	-2575	-229.4
$Y_2$	Componente	Coefficiente Estimado	Grados de libertad	Error Estándar	95% IC Bajo	95% IC Alto
	$x_1$ -HDPE	4.83	1	0.0439	4.73	4.94
	$x_2$ -PET	5.06	1	0.0438	4.96	5.16
	$x_3$ -E-GMA	-377.68	1	547.9	-1673	917.8
	$x_1x_2$	-3.40	1	6.69	-19.23	12.43
	$x_1x_3$	425.47	1	608.6	-1013	1864.8
	$x_2x_3$	427.16	1	608.6	-1011	1866.3
$Y_3$	Componente	Coefficiente Estimado	Grados de libertad	Error Estándar	95% IC Bajo	95% IC Alto
	$x_1$ -HDPE	9.44	1	0.0662	9.29	9.60
	$x_2$ -PET	10.16	1	0.0661	10.0	10.32
	$x_3$ -E-GMA	-1109.0	1	826.25	-3062	844.76
	$x_1x_2$	-11.9	1	10.09	-35.8	11.94
	$x_1x_3$	1246.1	1	917.92	-924.4	3416
	$x_2x_3$	1246.2	1	917.81	-924.0	3416

En la Tabla 6 se presentan las proporciones de los componentes de la mezcla que maximiza la función de deseabilidad. Así mismo, se presentan los valores estimados de las variables de respuestas.

El porcentaje óptimo de los componentes del WPC que provee la mayor resistencia a la tensión, flexión y compresión, dentro de la región experimental estudiada son: 79.27, 18.87 y 1.84 (% en peso)

para el PET, la madera y el agente de acoplamiento respectivamente. En la Figura 6 se muestra, con una flecha, el punto experimental que corresponde al porcentaje óptimo de los componentes.

Para verificar que tan acertada fue la predicción

del punto óptimo calculado, se realizaron tres pruebas confirmatorias utilizando los valores de concentración de cada uno de los componentes de la mezcla, y se evaluaron las respuestas de interés. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 7.

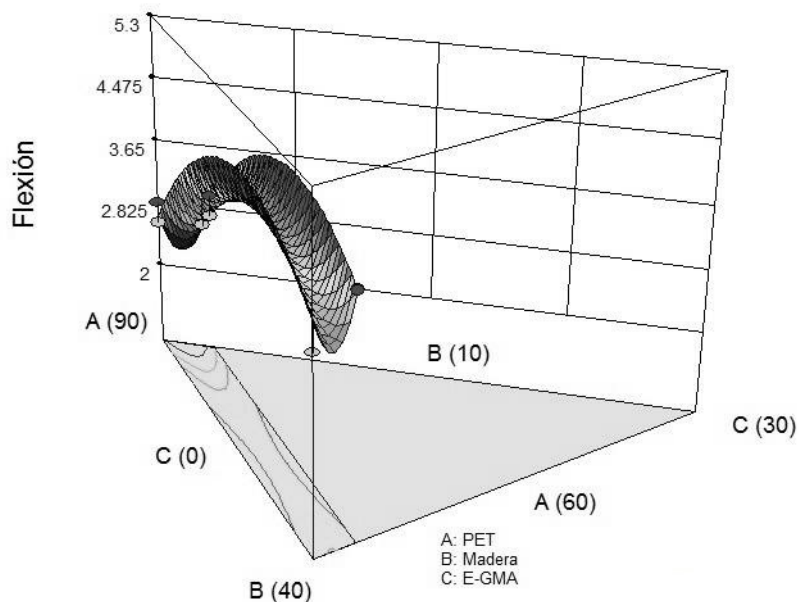


Fig. 2. Superficie de respuesta para  $Y_1$ .

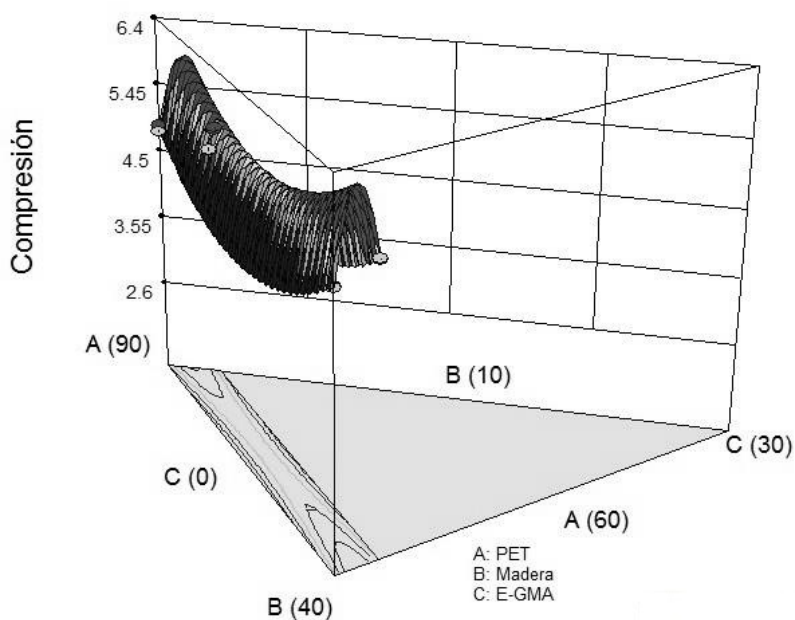


Fig. 3. Superficie de respuesta para  $Y_2$ .



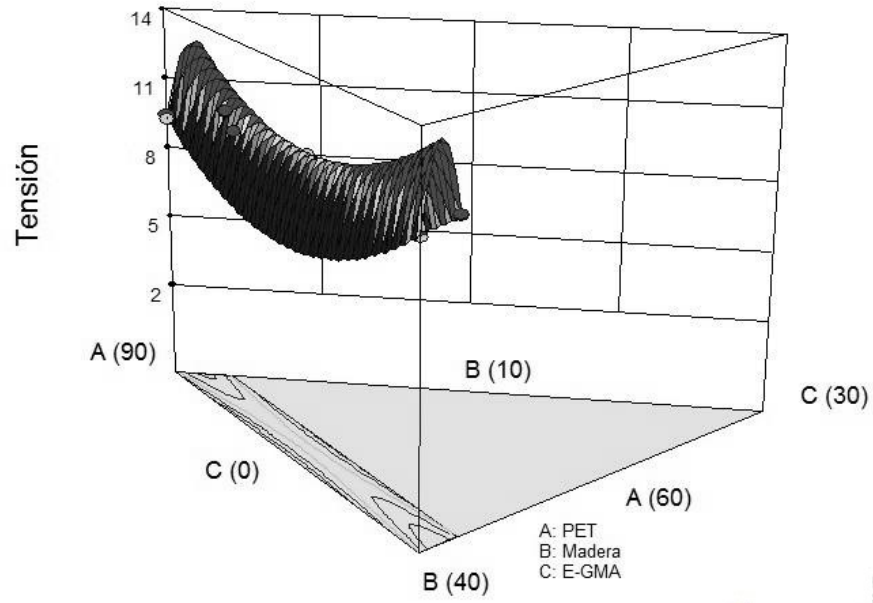


Fig. 4. Superficie de respuesta para  $Y_3$ .

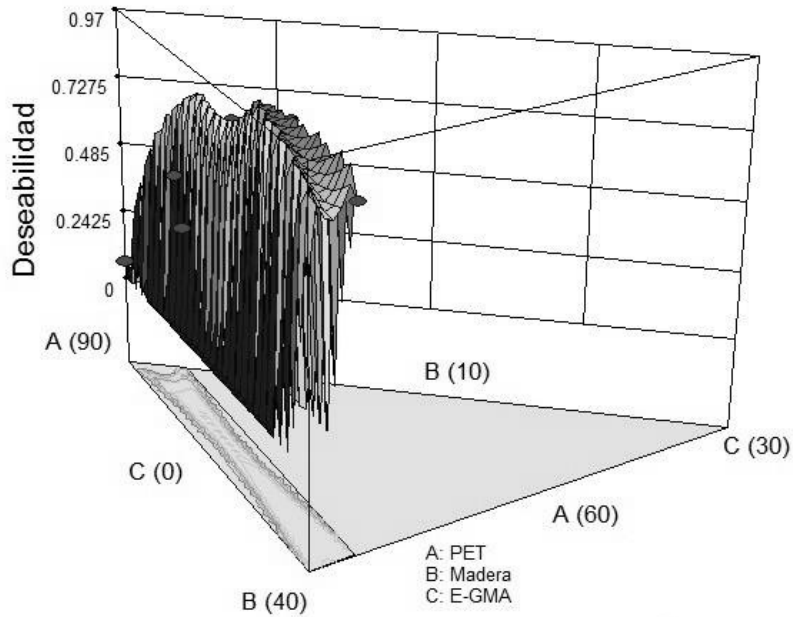


Fig. 5. Superficie de respuesta para la función de deseabilidad.

Tabla 6. Formulación óptima y respuestas predichas para cada propiedad mecánica.

Proporción de los componentes de la mezcla (% en peso)			Respuesta predicha			Deseabilidad
$x_1$	$x_2$	$x_3$	$Y_1$	$Y_2$	$Y_3$	$D$
66.9	30.8	2.2	4.05	5.39	10.67	0.965

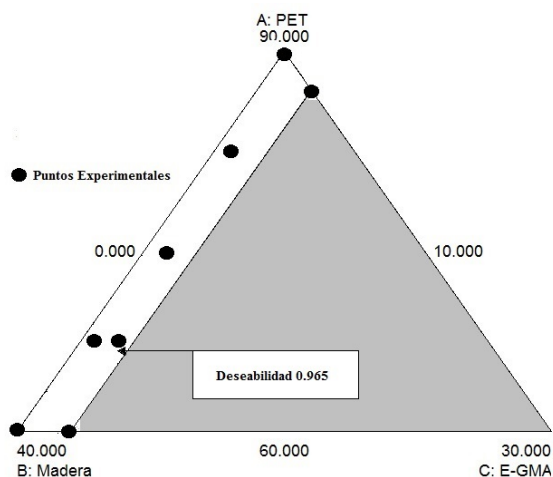


Fig. 6. Punto experimental óptimo.

Tabla 7. Pruebas confirmatorias.

Proporción de los componentes de la mezcla (% en peso)			Respuesta observada		
$x_1$	$x_2$	$x_3$	$Y_1$	$Y_2$	$Y_3$
66.9	30.8	2.2	3.95	4.99	11.67
66.9	30.8	2.2	4.25	5.01	10.98
66.9	30.8	2.2	4.01	5.36	10.86
Promedio			<b>4.07</b>	<b>5.12</b>	<b>11.17</b>
Desviación estándar			0.15	0.20	0.43

Como puede observarse en la Tabla 7, los valores de la resistencia a la tensión, a la flexión y a la compresión de las pruebas confirmatorias, concuerdan con los valores predichos con el diseño de experimentos para mezclas D-óptimo.

## Conclusiones

Los efectos lineales de la mezcla, para las tres respuestas fueron estadísticamente significativos, así como, los efectos de interacción  $x_1x_3$ ,  $x_1x_2$  y  $x_2x_3$  para la respuesta  $Y_1$  (resistencia a la flexión). Se encontró que el componente con mayor importancia, respecto al cambio en la resistencia a la flexión, tensión y compresión, es el agente de acoplamiento, lo cual concuerda con la intuición práctica del problema, ya que la labor del agente de acoplamiento es mantener anclada químicamente la madera con la matriz polimérica con el fin de promover la compatibilidad entre ambas fases. Para el caso de la resistencia a la flexión el agente de acoplamiento tiene un efecto positivo, lo que quiere decir que una mayor concentración de este componente favorecerá la flexión del material. El relleno, una vez unido químicamente a la matriz polimérica, actúa como un reforzante en el material compuesto, es por esta razón que se observa una mejora en las propiedades mecánicas. No debe perderse de vista que el efecto del agente de acoplamiento interactúa, tanto con el porcentaje de PET, como con el porcentaje de madera, lo cual quiere decir que la labor del agente de acoplamiento será más satisfactoria dependiendo de la concentración, tanto de PET como de la madera de relleno. Para el caso de la resistencia a la tensión y compresión solo los efectos principales tuvieron un efecto estadísticamente significativo. En la práctica, determinar el porcentaje óptimo de un componente importante como en este caso lo es el agente de acoplamiento, sin el uso de una metodología estadística como la empleada aquí, conllevaría el uso de una cantidad significativa de recursos, y aun así no se podría tener la seguridad de que el resultado obtenido es óptimo. Comúnmente la caracterización de propiedades mecánicas de materiales compuestos suele llevarse a cabo mediante experimentos no diseñados; la evidencia mostrada en el presente trabajo, sugiere que el uso del diseño de experimentos

para mezclas es una estrategia rentable, eficiente y eficaz, para encontrar una formulación óptima de propiedades en los WPCs, comparada a la experimentación no diseñada.

Es importante resaltar las ventajas de utilizar un paquete estadístico, tanto en el diseño del experimento, como en el análisis. El paquete estadístico provee de un diseño óptimo para la mezcla, realizando el análisis con base en el diseño.

Por último, mediante el trabajo experimental realizado en el laboratorio para el desarrollo del experimento, se encontró que es posible obtener materiales compuestos de PET con madera, a pesar de que la temperatura de fusión del PET es mayor que la temperatura de degradación de la madera. Durante el procesamiento para la obtención de los materiales compuestos, el polímero fundido encapsula a las fibras de madera, impidiendo que el oxígeno llegue a la fibra y retardando de esta manera la degradación de las mismas (Herrmann y col., 1998). La degradación de las fibras de madera, también está en función del tiempo de residencia del material compuesto en el mezclador. Con los resultados obtenidos y el análisis realizado, se puede plantear una nueva hipótesis que suponga que las propiedades mecánicas del compuesto pueden ser mejoradas aún más mediante la optimización del tiempo de residencia del compuesto en el mezclador. Dicha optimización puede llevarse a cabo utilizando los porcentajes de los componentes indicados en este trabajo de investigación, y experimentando con los parámetros operacionales del mezclador. La optimización del tiempo de residencia del material queda como propuesta de investigación para trabajos futuros.

## Agradecimientos

El primer autor agradece el apoyo al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca otorgada para cursar el doctorado en Ingeniería Industrial y Manufactura dentro del programa de doctorado de Postgrado Interinstitucional en Ciencia y Tecnología (PICYT), incluido en el padrón de Postgrados de Excelencia.

## Referencias

Alas, S. J. (2014). Estudio del efecto de sitios inertes en la reacción  $\text{CO}+\text{O}_2$  en Pt(100) por simulaciones de monte carlo dinámico. *Revista*

*Mexicana de Ingeniería Química* 13, 811-821.

- ASTM. (2008). Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. *Designation: D*, 638-08.
- Chatree, H., Thanate, R., and Wiriyaa, T. (2014). Optimizing the formulation of polypropylene and rubberwood flour composites for moisture resistance. *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 0, 1-14.
- Clemons, C. (2002). Wood-plastic composites in the United States- The interfacing of two industries. *Forest Products Journal* 25, 10-18.
- Cornell, J. A. (1990). *Experiments With Mixtures*, (2nd ed.), New York: Wiley.
- Cruz-Salgado, J., Alonso-Romero, S., and Domínguez-Domínguez, J. (2015). Optimization of the Tensile and Flexural Strength of a Wood-PET Composite. *Ingeniería Investigación y Tecnología* 16, 105-112.
- Herrmann, A., Nickel, J., and Riedel, U. (1998). Construction materials based upon biologically renewable resources-from components to finished parts. *Polymer Degradation Stability* 59, 251-61.
- Humberto, G. P., and Román, D. L. (2015). *Análisis y Diseño de Experimentos*. México: Mc Graw-Hill.
- Jun, Z., Xiang-Ming, W., Jian-Min, C., and Kai, Z. (2008). Optimization of processing variables in wood-rubber composite panel manufacturing technology. *Bioresource Technology* 99, 2384-2391.
- Matuana, L., and Mengeloglu, F. (2002). Manufacture of rigid PVC/wood-flour composite foams using moisture contained in wood as foaming agent. *Journal of Vinyl Addit Technology* 8, 264-270.
- Montgomery, D. (2009). *Design and Analysis of Experiments*. EUA: Wiley & Sons.
- Rachel, T. J., Douglas, C. M., and Bradley, A. (2011). An Expository Paper on Optimal Design. *Quality Engineering* 23, 287-301.
- Raymond, H. M., Douglas, C. M., and Christine, M. A.-C. (2009). *Computer-Generated Designs in RSM Response Surface Methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments*. EUA: Wiley.

Soto-Borbón, M.A., Sánchez-Corrales, V.M., Trujillo-Camacho, M.E. (2014). Caracterización de películas serigráficas de TiO<sub>2</sub>/Alginato. *Revista Mexicana de Ingeniería Química* 13, 227-236.

Stark, N., and Matuana, L. (2003). Ultraviolet weathering of photostabilized wood-flourfilled high-density polyethylene composites. *Journal of Applied Polymer Science* 90, 2609-2617.