

Aplicación del diseño de mezclas con el ciclo PHVA para la optimización de las propiedades de un recubrimiento arquitectónico

Hernán A. González R.¹

hernan.gonzalez@epn.edu.ec

<https://orcid.org/0009-0007-3982-038X>

Escuela Politécnica Nacional

Quito, Ecuador

Pedro E. Buitrón F.

pedro.buitron@epn.edu.ec

<https://orcid.org/0009-0000-3614-6421>

Escuela Politécnica Nacional

Quito, Ecuador

RESUMEN

Este trabajo aplicó el diseño de mezclas con el ciclo PHVA para la optimización de las propiedades de un recubrimiento arquitectónico. En la etapa Planificar se diseñó un plan experimental que permita alcanzar las propiedades de interés, se estableció como componentes principales de la mezcla a tres tipos de cargas; carbonato de calcio, talco y caolín. El diseño simplex con centroide aumentado se utilizó para ejecutar las corridas experimentales (Hacer), se ejecutaron 20 experimentos en total y fueron caracterizados en cuanto a viscosidad, porcentaje de relación de contraste, porcentaje blancura, brillo y costo. En la etapa Verificar, se evaluaron los resultados experimentales y cada propiedad se ajustó a un modelo estadístico para la predicción de sus valores. La viscosidad, porcentaje de blancura y brillo fueron ajustados a un modelo cuadrático y el porcentaje de relación de contraste fue ajustado a un modelo cúbico especial. Finalmente, en la etapa Actuar, se realizó la optimización de las propiedades de acuerdo con las restricciones establecidas y al menor costo posible. La mezcla óptima estuvo compuesta por 0,2934 de carbonato de calcio, 0,5450 de talco y 0,1616 de caolín. La prueba experimental se realizó con la mezcla optimizada para garantizar la exactitud y precisión de los resultados del modelo estadístico.

Palabras clave: diseño de experimentos; ciclo PHVA; mezclas; recubrimientos; optimización

¹ Autor principal.

Correspondencia: hernan.gonzalez@epn.edu.ec

Application of mixture design with the PDCA cycle for the optimization of the properties of an architectural coating

ABSTRACT

This work applied the mixture design with the PDCA cycle for the optimization of the properties of an architectural coating. In the Plan stage, an experimental plan was designed to achieve the properties of interest; three types of fillers; calcium carbonate, talc and kaolin were established as the main components of the mixture. The simplex design with increased centroid was used to execute the experimental runs (Do), 20 experiments were executed in total and were characterized in terms of viscosity, contrast ratio percentage, whiteness percentage, brightness and cost. In the Check stage, the experimental results were evaluated and each property was fitted to a statistical model for the prediction of its values. The viscosity, percent whiteness and gloss were fitted to a quadratic model and the percent contrast ratio was fitted to a special cubic model. Finally, in the Act stage, the properties were optimized according to the established restrictions and at the lowest possible cost. The optimum mixture was composed of 0.2934 calcium carbonate, 0.5450 talc and 0.1616 kaolin. The experimental test was carried out with the optimized mixture to guarantee the accuracy and precision of the results of the statistical model.

Keywords: experimental design; PDCA cycle; mixtures; coatings; optimization

*Artículo recibido 15 noviembre 2023
Aceptado para publicación: 20 diciembre 2023*

INTRODUCCIÓN

En la industria de la fabricación de recubrimientos es necesario realizar experimentos para determinar las proporciones de las materias primas que participan en la composición de la mezcla de un recubrimiento, este proceso es complejo y requiere un conocimiento especializado. Generalmente, esto se lo realiza mediante experimentos basados en el ensayo y error, en donde las proporciones de los ingredientes se establecen a través de la experiencia e intuición del formulador, es decir de manera arbitraria, para seleccionar la mezcla que obtenga las propiedades de interés; en lugar de utilizar el diseño de experimentos (DOE) que garantice un resultado óptimo, por la exploración de todas las combinaciones posibles de los componentes (Gutiérrez & De la Vara, 2012, p.2).

La tecnología, el proceso de fabricación, la competencia y la escasez de materias primas condicionan la formulación, lo que hace necesario la modificación de las recetas de pinturas. De esta manera, el método de prueba y error puede resultar demorado, costoso e incluso inviable, lo que da paso a la utilización de otros métodos experimentales más rápidos y eficientes. Entre ellos tenemos el diseño de experimentos de mezclas, que es una metodología estadística utilizada en la optimización de formulaciones industriales, como por ejemplo la optimización de recubrimientos (Ortega et al., 2015, p.150), ya que proporciona un enfoque orientado a la generación de estudios significativos de manera óptima y determina las relaciones de causa y efecto; esto se lo puede aplicar a cualquier proceso con entradas y salidas medibles. Cada proyecto de formulación de recubrimientos implica un plan, ya sea un estudio competitivo de homologación o una reformulación más extensa. El concepto de causa y efecto se manifiesta cuando se investigan los impactos de modificar algún ingrediente del recubrimiento. Las entradas son cantidades de materias primas, y los resultados medibles incluyen características físicas como viscosidad, densidad, brillo, resistencia a la abrasión, entre otras (Caldwell, 2012).

Con el fin de estandarizar el proceso de optimización de recubrimientos, se trabajará en un caso de estudio en dónde se plantea utilizar el diseño de experimentos de mezclas con el ciclo de mejora continua PHVA (Planificar, Hacer, Verificar y Actuar) como herramienta de gestión de calidad. El ciclo PHVA aplicado en el diseño de mezclas de formulaciones industriales permite mejorar la productividad y la calidad del producto terminado. Con esta aplicación se pretende crear un enfoque simplificado para

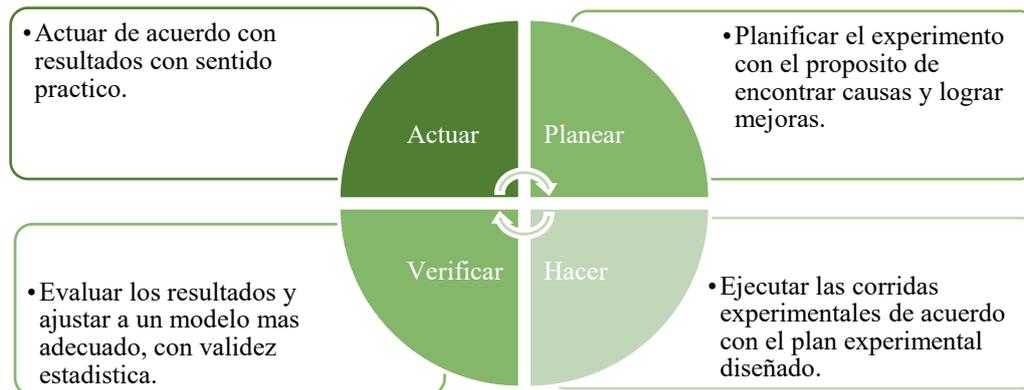
la gestión del cambio del modelo de formulación de recubrimientos, en dónde se generen ideas que pueden ser probadas antes de su aplicación (Patel & Deshpande, 2017, pp.199-201). El resultado esperado es un procedimiento estandarizado y replicable para el diseño de mezclas en la optimización de recubrimientos que permitirá mejorar la calidad de los procesos de producción, reducir los costos de fabricación e incrementar la satisfacción de los clientes finales.

Diseño de Experimentos (DOE)

El DOE es la forma más eficiente para realizar experimentos (Costa et al., 2006, pp.42-43; Rössler, 2014, p.387), su uso ha permitido mejorar rendimientos y la elaboración de productos de forma más sencilla. Los principios básicos de un DOE son: aleatorización, repetición y bloqueo (Montgomery, 2013, p.2). Entre los distintos tipos de DOE, se pueden describir algunos como los diseños completamente al azar, los diseños factoriales, el diseño de superficie de respuesta, el diseño de mezclas, entre otros. El DOE de mezclas involucra la combinación de varios ingredientes o componentes en diferentes proporciones para obtener una mezcla o producto final. La característica principal de este tipo de diseño es que la variable de respuesta depende únicamente de las proporciones relativas de los ingredientes en la mezcla y no de la cantidad total de la mezcla. Las proporciones de los ingredientes se miden en masa, volumen o fracción (Cornell, 2011, pp.1-2). En este tipo de diseños, lo que se busca es determinar cuáles de los ingredientes de la mezcla o interacciones entre ellos tienen un mayor impacto sobre la variable de respuesta, modelar las respuestas en funciones de las proporciones de los ingredientes y determinar la mezcla óptima que permita obtener las propiedades deseadas.

El diseño de mezclas de tipo simplex con centroide se aplica cuando se tienen pocos componentes y ha sido utilizado satisfactoriamente en la optimización de formulaciones industriales, los resultados con este tipo de diseño de mezclas permitieron identificar los efectos sinérgicos y antagónicos de los componentes en las mezclas y predecir modelos que brindan respuestas traducidos en alta calidad y menores costos (Hadizadeh et al., 2020; Fatemi et al., 2006, pp.337-344; Yoshiara et al., 2012, p.2). El diseño de mezclas desde el enfoque de un proceso puede seguir el ciclo PHVA, así como se describe en la Figura 1.

Figura 1. El ciclo PHVA aplicado al diseño de experimentos de mezclas



Fuente: Gutiérrez & De la Vara, 2012 (p.288)

Recubrimientos

Los recubrimientos arquitectónicos base acuosa son pinturas en emulsión que se componen de resina, solvente, aditivos, pigmentos y cargas en diferentes proporciones. El pigmento universal utilizado en la industria de recubrimientos es el dióxido de titanio (TiO_2). De acuerdo con Ruszala et al. (2015, p.331), el TiO_2 destaca como uno de los pigmentos más eficientes para proporcionar opacidad en formulaciones de recubrimientos, pero por su alto costo, la disminución de recursos y procesos de fabricación con alta demanda de energía y generación de subproductos no deseados, se necesita buscar alternativas de sustitución que no afecten las características del producto final. Sevilla et al. (2018, p.357) estudiaron el uso de siete exténderes en la sustitución de TiO_2 para una pintura base acuosa; la investigación concluyó que el uso de dos tipos de carbonato de calcio y el caolín cumplieron con las características fisicoquímicas de las pinturas. De la misma forma, Karakaş et al. (2015, p.64) investigaron el efecto de las adiciones de carbonato de calcio precipitado en recubrimientos base acuosa a diferentes concentraciones de pigmento en volumen (PVC), el estudio demostró que se puede utilizar con éxito el carbonato de calcio precipitado para la sustitución de TiO_2 junto con otros extensores. Por otro lado, Abu et al. (2022, p.26) optimizaron los componentes de una pintura acuosa de bajo costo, utilizaron la metodología de superficie de respuesta para determinar las cantidades de resina, pigmento y extender necesarios para obtener las propiedades deseadas como pH, densidad y viscosidad.

METODOLOGÍA

Esta investigación aplicó el diseño de experimentos de mezclas con el uso del ciclo PHVA para la optimización de un recubrimiento arquitectónico mediante la determinación de los ingredientes que permitan optimizar sus propiedades, los resultados se analizaron estadísticamente y discutieron para determinar la viabilidad y pertinencia de esta aplicación. La naturaleza de la investigación es cuantitativa, la metodología para la aplicación del diseño de mezclas implicó la recopilación de datos numéricos a través de la experimentación y el análisis estadístico, mientras que la aplicación de las etapas del PHVA se orientó a la gestión de procesos y a mejora continua. El enfoque cuantitativo es una metodología que involucra un conjunto de procesos secuenciales y probatorios, en los que cada etapa es necesaria para avanzar a la siguiente, sin posibilidad de evitarlas (Hernández et al., 2014, p.4). Esta investigación tiene un alcance descriptivo porque se enfocó en describir y analizar los resultados del estudio, no buscó explorar nuevas hipótesis. La investigación es de tipo experimental, debido a que se utilizó el diseño de experimentos de mezclas para optimizar las propiedades de un recubrimiento arquitectónico.

Para llevar a cabo esta investigación, se utilizaron las cuatro etapas del ciclo PHVA. Primero, en la etapa de Planificar se diseñó un plan experimental, en dónde se identificó un problema general en la industria de recubrimientos, en este caso fue obtener un recubrimiento arquitectónico de buena calidad al menor costo posible, de modo que tenga las propiedades deseadas para satisfacer las necesidades del usuario final. Después, se definieron los componentes y proporciones de la mezcla, se eligieron las propiedades más representativas del recubrimiento como variables de respuesta, que para este caso fueron viscosidad, porcentaje de relación de contraste, porcentaje de blancura y brillo. A continuación, se seleccionó el tipo de diseño experimental que permitió evaluar las diferentes combinaciones de mezcla, con una repetición en cada punto experimental, la configuración del diseño se realizó con ayuda del software Minitab. Cada experimento se preparó para un volumen total de pintura de 800 mL. En esta etapa se prepararon todos los materiales, equipos y materias primas para la ejecución de los experimentos. Las materias primas usadas se muestrearon de un mismo lote para evitar variaciones en los productos finales. En la segunda etapa del ciclo PHVA (Hacer) se ejecutaron las corridas experimentales de acuerdo con el plan diseñado. Los experimentos se realizarán en orden aleatorio y

bajo las mismas condiciones de proceso de fabricación. Después, cada experimento se caracterizó según las propiedades de interés. La viscosidad se midió de acuerdo con la norma American Society for Testing and Materials [ASTM] D562 – 10 (2023), el brillo medido a un ángulo de 85° de acuerdo con la ASTM D523 – 14 (2018), el porcentaje de relación de contraste de acuerdo con la ASTM D2805 – 11 (2023) y el porcentaje de blancura de acuerdo con la ASTM E313 – 20 (2020) y los costos se determinaron para un litro de producto final. Se registraron cuidadosamente todos los datos obtenidos durante la experimentación y se analizaron brevemente los datos recolectados para evaluar su sentido práctico. La tercera etapa del ciclo PHVA (Verificar) consistió en evaluar los datos recolectados de la experimentación. Para cada variable de respuesta se ajustó a un modelo estadístico de acuerdo con el valor - p que sea menor que alfa (0,05), a partir del ANOVA y en conjunto con los coeficientes de determinación R^2 , R^2 ajustado y R^2 predicho. La validez de los resultados se verificó por el cumplimiento de los supuestos del modelo; que son normalidad, varianza constante e independencia de los residuos y se realizaron gráficas de contorno de mezcla para evaluar tendencias e interacciones entre los componentes. En la cuarta etapa Actuar, se realizó la optimización de las propiedades de acuerdo con las restricciones que debe tener cada una y con el menor costo posible. Se determinó la mezcla óptima y se realizaron ensayos experimentales para evaluar la calidad de los resultados pronosticados por el modelo.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Como se describió antes, un recubrimiento es una mezcla de varios ingredientes que, según sus proporciones, le confieren al producto final ciertas propiedades. Para este estudio, se seleccionó un recubrimiento arquitectónico con base a la composición descrita en la Tabla 1 y un PVC igual a 72%.

Tabla 1. Composición en volumen del recubrimiento arquitectónico

Componente	Volumen (mL)	*% v/v
Resina	133,33	16,67%
Pigmento	25,64	3,21%
Cargas	166,70	20,84%
Agua	450,30	56,29%
Aditivos	24,03	3,00%
Total	800,00	100,00%

Nota: *% v/v = porcentaje en volumen

Cuando se aplica un recubrimiento en una superficie, empieza el proceso de curado donde toda la parte volátil se evapora y solo quedan las partículas de pigmento, cargas y fibras de la resina, de modo que las partículas sólidas, específicamente las cargas afectan directa y fuertemente en las características de la pintura. El caolín calcinado, talco y carbonato de calcio son cargas que se utilizan para disminuir el costo de la formulación y mejorar las propiedades físicas, ópticas y mecánicas (Ciullo, 1996, pp.124-136). De este modo, se eligieron estos tres tipos de cargas como componentes principales de la mezcla; carbonato de calcio, talco y caolín; el resto de los componentes como son resina, pigmento, agua y aditivos permanecieron constantes para toda la experimentación.

El diseño simplex con centroide aumentado en sus puntos axiales fue seleccionado para ejecutar las corridas experimentales, cada experimento se realizó por duplicado, en total 20. Con apoyo del *software* Minitab se obtuvo la configuración experimental del diseño, así como se muestra en la Tabla 2. Cada punto experimental representa una combinación distinta de los componentes. La proporción de cada componente está representado por x_1 , x_2 y x_3 , acompañado cada uno de su % v/v respecto a la fórmula total, en cada fila la suma de las proporciones es uno y la de los porcentajes en volumen igual a la cantidad total de cargas que intervienen en el recubrimiento, es decir igual a 20,84%. Además, en cada punto se especifica el orden de ejecución de cada experimento de acuerdo con el orden de corrida.

Tabla 2. Configuración experimental para un diseño simplex con centroide aumentado para una mezcla de tres componentes con una réplica

Punto experimental	Orden de corrida	Carbonato de calcio		Talco		Caolín	
		x_1	%v/v	x_2	%v/v	x_3	%v/v
1, 4	5, 15	0,5000	10,42%	0,0000	0,00%	0,5000	10,42%
2, 5	6, 16	0,0000	0,00%	0,5000	10,42%	0,5000	10,42%
3, 13	12, 2	0,0000	0,00%	1,0000	20,84%	0,0000	0,00%
6, 15	10, 20	0,1667	3,47%	0,1667	3,47%	0,6667	13,89%
7, 14	13, 3	0,0000	0,00%	0,0000	0,00%	1,0000	20,84%
8, 17	1, 11	1,0000	20,84%	0,0000	0,00%	0,0000	0,00%
9, 12	8, 18	0,6667	13,89%	0,1667	3,47%	0,1667	3,47%
10, 19	7, 17	0,3333	6,95%	0,3333	6,95%	0,3333	6,95%
11, 20	4, 14	0,5000	10,42%	0,5000	10,42%	0,0000	0,00%
16, 18	19, 9	0,1667	3,47%	0,6667	13,89%	0,1667	3,47%

De acuerdo con Ortega et al. (2015, p.156), la etapa de planificar es la más crítica, debido a que en esta etapa se diseña el plan experimental, en dónde se eligen los componentes más críticos de la mezcla, las variables de salida y la elección del tipo de diseño experimental. La calidad de los resultados se encuentra intrínsecamente ligada a estas decisiones. Una planificación meticulosa garantiza la eficiencia del proceso de optimización, que se traduce en ahorro de tiempo y recursos.

En este apartado se hizo un análisis rápido de los datos recolectados, cada punto experimental fue ejecutado con una réplica, de forma aleatoria de acuerdo con el *software* Minitab. De los datos presentados en la Tabla 3, se concluyó que no existieron datos atípicos que pudieran afectar los modelos, además se observó que los datos obtenidos tienen un gran sentido práctico.

Tabla 3. Caracterización de los experimentos para un diseño simplex con centroide con una réplica

Punto experimental	Viscosidad (KU)		% Relación de contraste		% Blancura		Brillo a 85°		*Costo (\$/L)
1, 4	119,50	120,20	98,80	98,80	84,34	85,13	23,90	22,50	4,67
2, 5	125,50	126,30	99,20	99,10	85,13	85,67	21,90	20,60	4,88
3, 13	123,40	122,80	97,70	97,80	86,18	86,11	3,00	3,60	4,54
6, 15	123,30	124,00	99,30	99,30	84,49	84,73	33,50	34,20	4,92
7, 14	126,00	125,60	99,40	99,50	83,75	84,30	62,50	63,70	5,22
8, 17	112,00	113,80	95,50	95,80	83,72	84,54	5,40	5,60	4,12
9, 12	118,80	117,00	97,60	97,70	84,73	85,48	7,50	7,80	4,37
10, 19	121,90	123,30	98,80	98,70	85,18	85,75	12,40	11,40	4,62
11, 20	120,20	119,50	96,90	97,00	85,09	85,62	3,60	3,40	4,33
16, 18	122,30	122,70	98,40	98,50	85,69	86,10	5,90	4,90	4,58

Nota: *datos obtenidos de sitios web de proveedores

La evaluación de los resultados se realizó con ayuda del software Minitab. El análisis estadístico para cada propiedad se presenta a continuación con un nivel de confianza del 95% y un nivel de significancia expresado por alfa (α) igual a 0,05. El nivel de significancia se utilizó para determinar la aceptación o rechazo de la hipótesis nula en los análisis estadísticos.

Análisis estadístico para la viscosidad

Basado en el ANOVA presentado en la Tabla 4, el modelo sugerido para la correlación entre los tres componentes de la mezcla y la respuesta de viscosidad fue el cuadrático con un valor - p igual a 0,006 menor que α (0,05). El valor del coeficiente de determinación R^2 fue de 0,9720, el R^2 ajustado igual a 0,9645 con un R^2 predicho igual a 0,9519, esta diferencia fue menor a 0,2 de acuerdo con lo esperado

y mencionado por Nunna et al. (2019, p.8) y un valor de error estándar de 0,7288 para el modelo de segundo grado que se presenta en la ecuación 1.

$$\text{Viscosidad} = 113,150x_1 + 122,927x_2 + 125,896x_3 + 7,07x_1x_2 + 5,16x_2x_3 \quad [1]$$

El termino x_1x_2 fue no significativo con un valor - p mayor que alfa, por tanto, fue removido del modelo, la falta de ajuste es no significativa, en relación con el error puro que es representado por las réplicas, con un valor - p igual a 0,552 mayor que alfa. El estudio realizado por Abu et al., (2022, p.31) también obtuvo un modelo cuadrático para explicar la viscosidad en función de tres componentes de una pintura en emulsión.

Tabla 4. Análisis de varianza para la viscosidad

Fuente	GL	SC Sec.	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	4	276,682	276,682	69,1705	130,23	0,000
Lineal	2	268,974	199,333	99,6664	187,64	0,000
Cuadrático	2	7,708	7,708	3,8541	7,26	0,006
Carbonato de calcio*Talco	1	5,013	5,058	5,0581	9,52	0,008
Talco*Caolín	1	2,695	2,695	2,6949	5,07	0,040
Error residual	15	7,967	7,967	0,5312		
Falta de ajuste	5	2,352	2,352	0,4705	0,84	0,552
Error puro	10	5,615	5,615	0,5615		
Total	19	284,649				

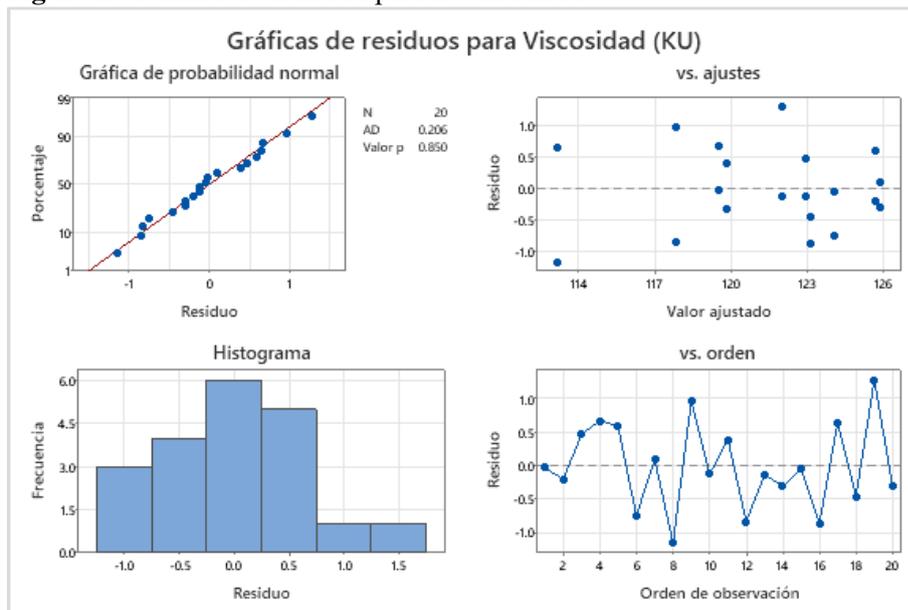
Nota: **GL:** Grados de libertad, **SC sec.:** Sumas secuenciales de los cuadrados, **SC ajust.:** Sumas ajustadas de los cuadrados, **CM Ajust.:** Cuadrados medios ajustados.

En la Figura 2 se presentan las gráficas para la verificación de los supuestos de la respuesta viscosidad. El supuesto de normalidad se verificó con la gráfica de probabilidad normal, donde el estadístico de Anderson Darling fue igual a 0,85, mayor a 0,05, es decir, se cumple el supuesto de normalidad, y se evidencia en el gráfico de histograma que los residuos siguen una distribución normal. El supuesto de varianza constante se verificó con la gráfica de residuos versus ajustes, en dónde existe una dispersión de los puntos a lo largo de la gráfica, sin ninguna tendencia. El supuesto de independencia de los residuos se verificó con la gráfica de residuos versus orden de observación), aquí se observa que los puntos están distribuidos arriba y abajo sin ninguna orientación hacia algún sentido.

La gráfica de rastreo de respuesta que se presenta en la Figura 3a indica como cada componente afecta a la variable de respuesta, que toma una mezcla de referencia que en este caso es el punto global, para

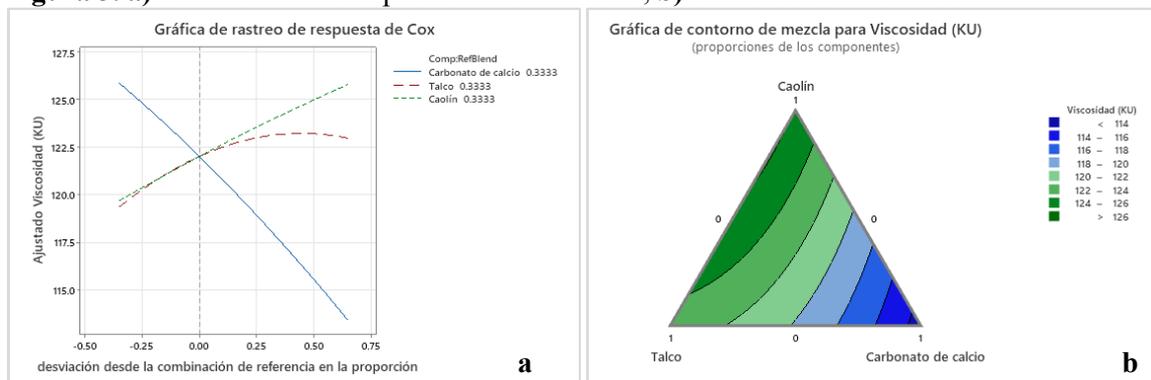
evaluar los efectos. Se observa que cuando se incrementa la proporción de carbonato de calcio y los otros dos componentes disminuyen, la viscosidad disminuye, por el contrario, cuando se aumenta la proporción de caolín, la viscosidad también incrementa, lo mismo ocurre con el incremento de talco, pero el efecto ocurre hasta un valor aproximado de 123 KU. Este fenómeno puede explicarse por el porcentaje de absorción de aceite de cada componente, el carbonato de calcio tiene un menor porcentaje que los otros dos componentes, mientras que el caolín es el componente de mayor absorción.

Figura 2. Gráficas de residuos para la viscosidad



El gráfico de contorno permite facilitar la visualización de la superficie de respuesta, fue útil para establecer valores de respuesta deseables. Este gráfico muestra como la variable de viscosidad se relaciona con los tres componentes de la mezcla de acuerdo con la ecuación del modelo.

Figura 3. a) Efectos de los componentes de la mezcla, **b)** Contorno de mezcla sobre la viscosidad



Análisis estadístico para el porcentaje de relación de contraste (RC)

Según el ANOVA presentado en la Tabla 5, el modelo que sugiere para explicar la variable de % de

relación de contraste u opacidad fue el cubico especial. La ecuación polinomial se presenta en la ecuación 2.

$$RC = 95,688x_1 + 97,784x_2 + 99,393x_3 + 1,144x_1x_2 + 4,962x_1x_3 + 2,153x_2x_3 + 6,88x_1x_2x_3 \quad [2]$$

El R^2 para el modelo de predicción fue de 0,9916, los valores de R^2 ajustado y R^2 predicho fueron 0,9878 y 0,9811 respectivamente con una diferencia menor a 0,2 y el error estándar fue igual a 0,1293 para el modelo de regresión. Cabe mencionar que el modelo cuadrático presentaba valores altos de los coeficientes de determinación, pero los supuestos del modelo no se cumplían, en este caso la variable de respuesta necesitó el término de la mezcla ternaria para ajustar mejor el modelo de regresión.

De la tabla 5 de ANOVA se tiene que la falta de ajuste del modelo es significativa, con un valor - p igual a 0,015 menor que 0,05. La falta de ajuste significativa representa que la variación de los puntos de diseño respecto a los valores predichos es mayor que la variación de las réplicas respecto a sus valores medios, es decir que el modelo no predice bien los datos o que los tratamientos se replican muy bien que su varianza es pequeña. En este caso, la falta de ajuste significativa resulta de la alta precisión de las réplicas y no de una mala predicción del modelo, así como lo detalla Taheri (2022, p.5) en su investigación, en donde concluye que la falta de ajuste del modelo resultó de la alta precisión de los puntos centrales y la existencia del error en los puntos axiales.

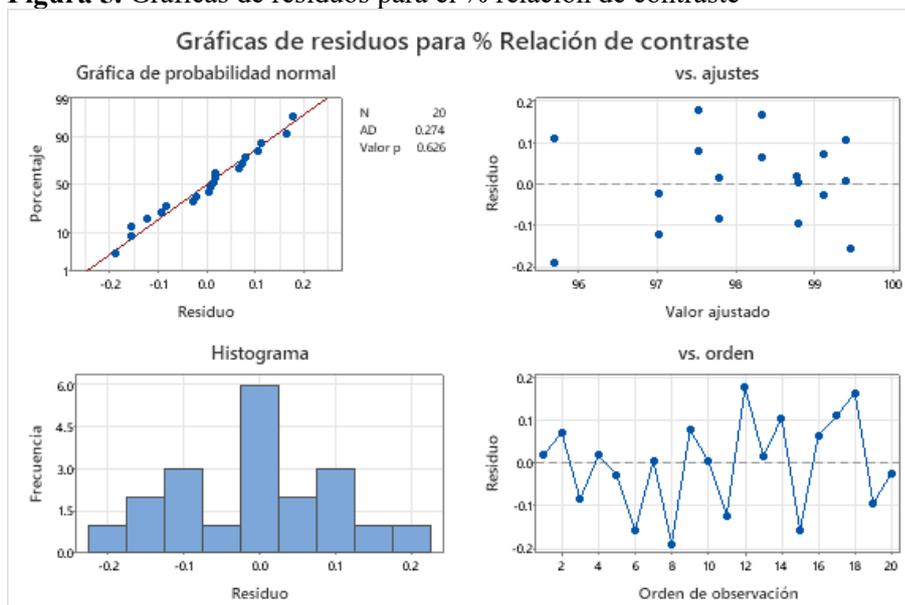
Tabla 5. Análisis de varianza para el % relación de contraste

Fuente	GL	SC Sec.	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	6	25,8006	25,8006	4,30010	257,16	0,000
Lineal	2	21,8817	15,1828	7,59138	453,99	0,000
Cuadrático	3	3,8269	2,2290	0,74298	44,43	0,000
Carbonato de calcio*Talco	1	0,2339	0,1105	0,11051	6,61	0,023
Carbonato de calcio*Caolín	1	2,9203	2,0796	2,07962	124,37	0,000
Talco*Caolín	1	0,6726	0,3915	0,39150	23,41	0,000
Cúbico especial	1	0,0920	0,0920	0,09205	5,50	0,035
Carbonato de calcio*Talco*Caolín	1	0,0920	0,0920	0,09205	5,50	0,035
Error residual	13	0,2174	0,2174	0,01672		
Falta de ajuste	3	0,1374	0,1374	0,04579	5,72	0,015
Error puro	10	0,0800	0,0800	0,00800		
Total	19	26,0180				

Nota: **GL:** Grados de libertad, **SC sec.:** Sumas secuenciales de los cuadrados, **SC ajust.:** Sumas ajustadas de los cuadrados, **CM Ajust.:** Cuadrados medios ajustados.

Los supuestos del modelo fueron verificados mediante la Figura 5. La grafica de probabilidad normal de los residuos indica que los puntos caen muy cerca de una línea recta, lo que significa que los datos son bastante normales, no existe evidencia de valores atípicos y la prueba estadística de normalidad indica un valor igual a 0,626, mayor a 0,05. El gráfico de histograma muestra una tendencia de normalidad para los datos, lo que ayuda a confirmar el supuesto de normalidad. Según la gráfica de valores ajustados frente a los residuos, los residuos parecen estar dispersos aleatoriamente alrededor de cero, se puede decir que no existe evidencia de varianza no constante por tanto se cumple el supuesto. De la gráfica de orden de observación respecto a los residuos se observa que los residuos fluctúan en un patrón aleatorio alrededor de la línea central, no existe una tendencia ascendente o descendente de los residuos.

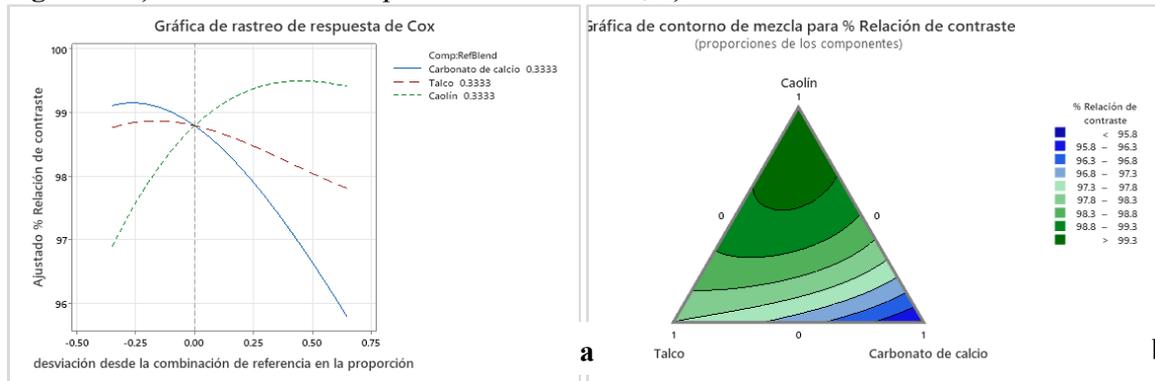
Figura 5. Gráficas de residuos para el % relación de contraste



El efecto de los componentes sobre el % RC se presenta en la Figura 6a. Se observa que para alcanzar los mayores porcentajes de relación de contraste se debería utilizar el componente caolín, mientras que el uso del componente carbonato de calcio ocasiona que la variable de respuesta disminuya, a su vez el uso del componente talco provocó que el recubrimiento también disminuya su opacidad, pero en menor medida que el carbonato de calcio. La gráfica de contorno de mezcla se muestra en la Figura 6b en donde se observa como la variable de respuesta se relacionó con los tres componentes de acuerdo con la ecuación del modelo. Los puntos que presentaron la misma respuesta están conectados para producir

curvaturas de nivel de respuestas constantes. Para maximizar el porcentaje de relación de contraste, se debería elegir proporciones para los componentes que se encuentren en la esquina superior, el contorno verde más oscuro es el de mayor altura en el espacio del diseño, mezclas con gran proporción de caolín ayudará a maximizar la variable de respuesta.

Figura 6. a) Efectos de los componentes de la mezcla, **b)** Contorno de mezcla sobre el % RC



Análisis estadístico para el porcentaje de blancura

De acuerdo con la tabla 6 de ANOVA, el modelo sugerido fue el cuadrático con la remoción de algunos términos que fueron no significativos. Los términos x_1x_2 y x_2x_3 presentaron un valor - p mayor que 0,05, es decir no fueron significativos para la construcción del modelo, por tal motivo es que fueron eliminados.

Tabla 6. Análisis de varianza para % blancura

Fuente	GL	SC Sec.	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	3	8,3738	8,3738	2,79125	20,01	0,000
Lineal	2	7,5869	8,1986	4,09932	29,39	0,000
Cuadrático	1	0,7869	0,7869	0,78688	5,64	0,030
Carbonato de calcio*Caolín	1	0,7869	0,7869	0,78688	5,64	0,030
Error residual	16	2,2317	2,2317	0,13948		
Falta de ajuste	6	0,5869	0,5869	0,09782	0,59	0,729
Error puro	10	1,6447	1,6447	0,16447		
Total	19	10,6055				

Nota: **GL:** Grados de libertad, **SC sec.:** Sumas secuenciales de los cuadrados, **SC ajust.:** Sumas ajustadas de los cuadrados, **CM Ajust.:** Cuadrados medios ajustados.

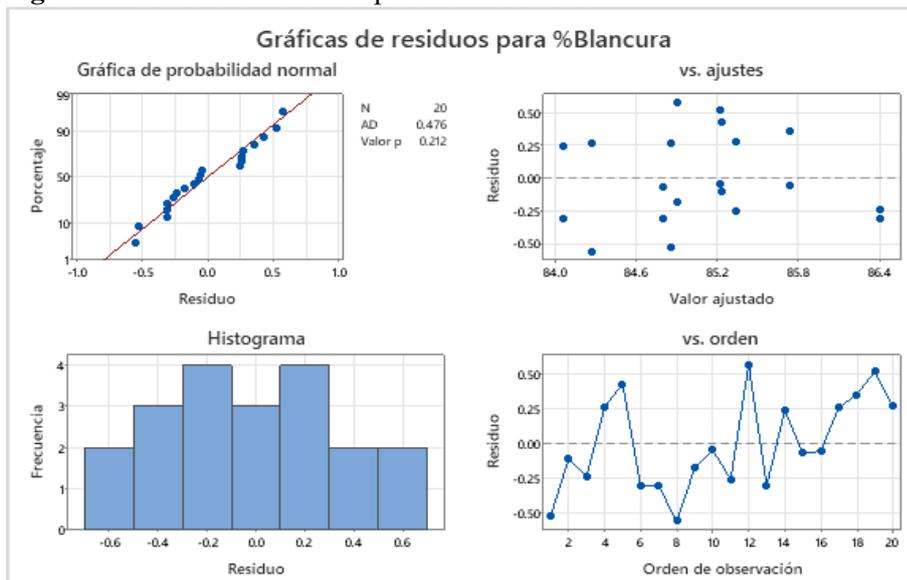
El R^2 fue 0,7896, los R^2 ajustado y R^2 predicho fueron 0,7501 y 0,6320 con una diferencia menor a 0,2, que es lo esperado en modelos de regresión. La falta de ajuste fue no significativa, es decir que el

modelo seleccionado fue el que mejor se ajustó a los datos. El error estándar de la regresión presentó un valor igual a 0,3735. Los R^2 no son tan elevados como se esperaría, pero no quiere decir que el modelo no sea el adecuado, todo dependerá de la naturaleza del fenómeno de estudio. De acuerdo con Gutiérrez & De la Vara (2012, p.310), para fines de predicción se recomienda valores de R^2 ajustados superiores a 0,7. La ecuación de segundo grado se presenta en la ecuación 3.

$$\% \text{Blancura} = 84,277x_1 + 86,415x_2 + 84,0576x_3 + 2,79x_1x_3 \quad [3]$$

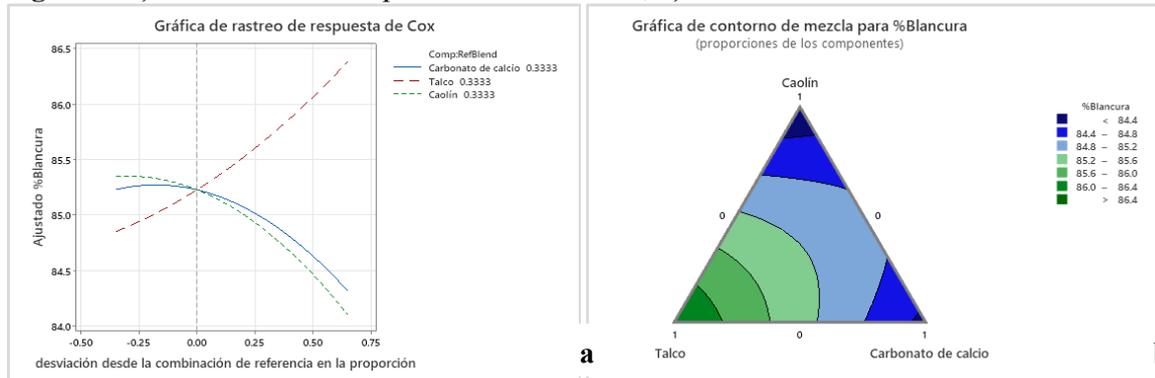
La comprobación de los supuestos del modelo cuadrático para el % de blancura se visualiza en la Figura 7. La gráfica de probabilidad normal muestra que los datos siguen una tendencia aproximada de línea recta, es importante indicar que esta tendencia no tiene que ser perfecta, debido a que el análisis de varianza resiste pequeñas y moderadas desviaciones al supuesto de normalidad y es lo que ocurre en este caso. Este supuesto se pudo comprobar con el valor-p que se presenta en la gráfica, dónde se tiene que para cumplir el supuesto de normalidad se necesitan valores superiores a 0,05. El histograma indica que no existe evidencia de asimetría o valores atípicos. De la gráfica de valores ajustados respecto a los residuos, claramente se observa que los datos están espaciados de forma aleatoria en toda la banda horizontal, sin seguir ningún patrón, se cumple el supuesto. La independencia de los residuos fue verificada con la gráfica de orden de observación frente a los residuos. No se observa una tendencia hacia arriba o abajo del eje cero, se ve que los datos están distribuidos aleatoriamente a lo largo de la gráfica, lo que indica la no correlación de los errores.

Figura 7. Gráficas de residuos para el % blancura



La Figura 8a muestra los efectos de los tres componentes sobre el % de blancura. De la gráfica se puede interpretar que usar el componente talco maximiza la variable de salida; por el contrario, el uso de carbonato de calcio y caolín la disminuye. Del gráfico también se observa que la mezcla de referencia, el centroide global en donde todos los componentes participan en igual proporción en la mezcla tiene un % de blancura aproximado de 85.3, debido al efecto del caolín sobre la variable de respuesta.

Figura 8. a) Efectos de los componentes de la mezcla, **b)** contorno de mezcla sobre el % blancura



La gráfica de contorno de mezcla para la variable de respuesta se presenta en la Figura 8b. Este gráfico permitió establecer mezclas y valores de respuesta deseables, en donde se confirma que el componente talco ocasiona una maximización en la variable de respuesta.

Análisis estadístico para el brillo

Según el ANOVA que se presenta en la Tabla 7, el modelo que se sugiere para ajustar los datos fue el cuadrático, en donde todos los términos fueron significativos. La ecuación 4 es la que define el modelo de segundo grado para el brillo, se observa que las mezclas binarias conformadas por dos de los tres componentes en todos los casos existen antagonismo, que resulta del signo negativo de los términos x_1x_2 , x_1x_3 y x_2x_3 .

$$\text{Brillo} = 5,579x_1 + 3,143x_2 + 63,475x_3 - 6,04x_1x_2 - 45,78x_1x_3 - 49,65x_2x_3 \quad [4]$$

El R^2 para el modelo de predicción fue 0,9985, lo que indica una fuerte predicción del modelo con los datos. El R^2 ajustado tuvo un valor igual a 0,9980, prácticamente igual al R^2 , esto confirma que el modelo no tiene términos no significativos, mientras que el R^2 predicho fue igual a 0,9971; la diferencia del R^2 ajustado y R^2 predicho fue menor a 0,2, que ratifica la validez del modelo cuadrático para el brillo. Por último, se obtuvo un valor de error estándar igual a 0,8309, lo que significa que los datos se encuentran a esa distancia promedio de la línea de regresión.

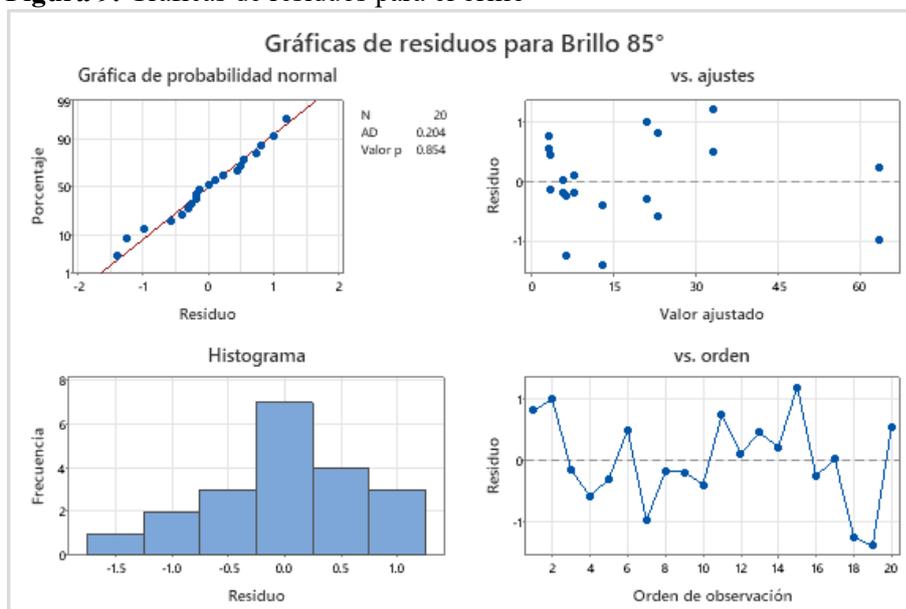
Tabla 7. Análisis de varianza para el brillo

Fuente	GL	SC Sec.	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	5	6411,06	6411,06	1282,21	1857,00	0,000
Lineal	2	5949,19	5131,68	2565,84	3716,06	0,000
Cuadrático	3	461,86	461,86	153,95	222,97	0,000
Carbonato de calcio*Talco	1	3,02	3,69	3,69	5,35	0,036
Carbonato de calcio*Caolín	1	209,32	212,12	212,12	307,21	0,000
Talco*Caolín	1	249,53	249,53	249,53	361,39	0,000
Error residual	14	9,67	9,67	0,69		
Falta de ajuste	4	5,61	5,61	1,40	3,46	0,051
Error puro	10	4,05	4,05	0,41		
Total	19	6420,73				

Nota: **GL:** Grados de libertad, **SC sec.:** Sumas secuenciales de los cuadrados, **SC ajust.:** Sumas ajustadas de los cuadrados, **CM Ajust.:** Cuadrados medios ajustados.

Como se ha realizado con las otras propiedades, es importante completar el análisis de la validación del modelo con la verificación de los tres supuestos. La Figura 9 muestra cuatro gráficas que permiten determinar si el modelo cuadrático para el brillo cumple con los supuestos.

Figura 9. Gráficas de residuos para el brillo

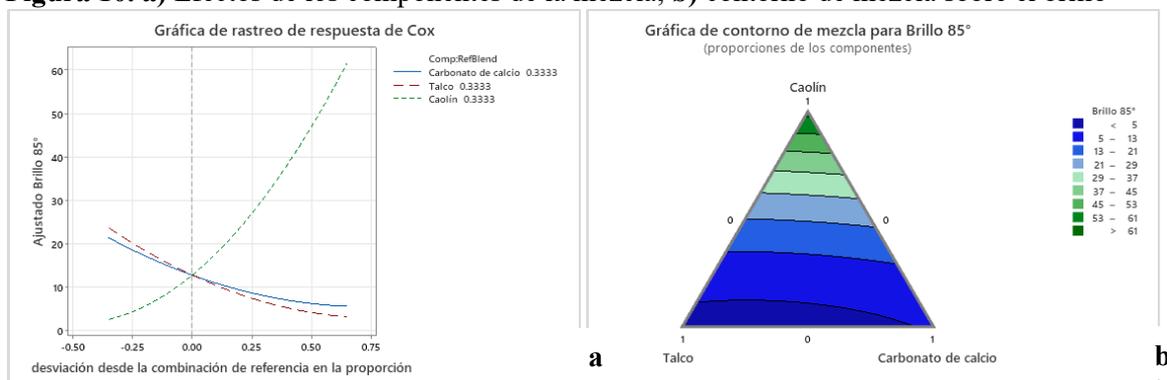


La grafica de probabilidad normal indica que los datos se distribuyen a muy cerca de la línea recta. La prueba estadística de Anderson – Darling presentó un valor - p igual a 0,854 mayor a 0,05, de dónde se concluye que los datos cumplen con el supuesto de normalidad. Para confirmar este supuesto, la gráfica de histograma muestra la distribución de los residuos para todas las observaciones clasificadas por

frecuencias, se observa que tiene la gráfica sigue una distribución normal. De la gráfica de residuos frente a los valores ajustados se observa que los puntos se distribuyen aleatoriamente, no hay evidencia de patrones en forma de abanicos o curvilíneos, por lo que se concluye que la varianza de los residuos es constante. Adicional, se observa que los residuos se ubican aleatoriamente alrededor de la línea central, no existe evidencia de patrones de tipo tendencia, cambio o ciclo; se cumple con el supuesto de independencia de los residuos.

El efecto de cada componente sobre la propiedad brillo se presenta en la Figura 10a, se aprecia que la utilización en las mismas proporciones de carbonato de calcio, talco y caolín producen un brillo aproximado de 13, a partir de esto se interpreta que el aumento del brillo se logra con la utilización del componente caolín, mientras que para disminuir el brillo se debería utilizar cualquiera de los otros dos componentes. El gráfico de contorno de mezcla se presenta en la Figura 10b, que permitió establecer valores de respuesta deseables con la mezcla adecuada, es así como para conseguir brillos menores a 10 se debería trabajar en las dos áreas de mayor intensidad de color azul.

Figura 10. a) Efectos de los componentes de la mezcla, **b)** contorno de mezcla sobre el brillo



Optimización de las propiedades del recubrimiento arquitectónico

La optimización del recubrimiento arquitectónico se realizó con la ayuda del *software* Minitab, en dónde se consideraron restricciones sobre cada propiedad de acuerdo con el punto de vista práctico, al menor costo posible sin afectar la calidad del producto final. En la Tabla 8 se presentan los límites y valor objetivo que debió tener cada propiedad del recubrimiento para lograr la calidad deseada del producto.

Tabla 8. Límites requeridos de las propiedades del recubrimiento arquitectónico

Propiedad	Meta	Inferior	Objetivo	Superior
Viscosidad (KU)	Objetivo	115,0	120,0	125,0
% Relación de contraste	Máximo	98,0	99,0	100,0
% Blancura	Máximo	85,0	86,0	86,0
Brillo a 85°	Mínimo	1,0	5,0	10,0
Costo (\$/L)	Mínimo	4,4	4,4	4,6

Para la característica de viscosidad, se definió un rango permisible de 115 a 125 unidades de KU, con un objetivo específico de 120 KU. Esto se alinea con el requisito estándar para recubrimientos de este tipo. Además, se estableció que el porcentaje de relación de contraste debería ser igual o superior al 98%, se cumplió así con las especificaciones necesarias para recubrimientos similares. En cuanto al parámetro de blancura, se determinó un valor mínimo aceptable del 84%, con un valor objetivo deseado de 86%. Esto garantiza que el recubrimiento tenga una apariencia visual adecuada en términos de sus propiedades ópticas. En el caso del brillo, se impuso un límite superior de 10 unidades, ya que se buscaba obtener un recubrimiento mate, es decir con el menor brillo permitido. Por último, se estableció un costo máximo de \$4,60 por litro para el recubrimiento, este valor se basó en el promedio de los costos derivados de los experimentos realizados y se consideró aceptable desde el punto de vista práctico, dado que uno de los objetivos principales fue minimizar los costos sin comprometer la calidad del producto.

Para asegurar la exactitud del modelo y la precisión de los resultados, se realizó el ensayo experimental con la mezcla optimizada obtenida del software, las proporciones de cada componente se presentan en la Tabla 9. El ensayo experimental se realizó con una réplica y con las mismas materias primas que fueron utilizadas en toda la experimentación, bajo las mismas condiciones de fabricación.

Tabla 9. Mezcla optimizada para la obtención de las propiedades deseadas

Componente	Carbonato de calcio	Talco	Caolín	Total
Proporción	0,2934	0,5450	0,1616	1.00
%v/v	6,11%	11,36%	3,37%	20,84%

En la Tabla 10 se comparan los resultados de cada propiedad que se obtuvieron a través del modelo estadístico y de los ensayos experimentales realizados a nivel de laboratorio, el porcentaje de error fue calculado con base a la ecuación 5 (Mirabedini et al., 2012, p.558).

$$\% \text{ error} = \frac{|\text{experimental} - \text{modelo}|}{\text{experimental}} \quad [5]$$

Tabla 10. % Error de la optimización de las propiedades del recubrimiento arquitectónico

Propiedad	Viscosidad (KU)	% Relación de contraste	% Blancura	Brillo	Costo (\$/L)
Modelo	122,12	98,22	85,54	6,10	-
Experimental	121,20	98,25	84,60	4,95	4,52
% Error	0,76%	0,04%	1,12%	23,21%	-

La predicción a través de los modelos estadísticos para las propiedades de interés se cumple, con errores muy pequeños y una precisión aceptable. El error referente al brillo tiene un valor más alto, sin embargo, se logró el objetivo de conseguir un brillo igual a cinco, la diferencia entre el valor predicho y el experimental para el brillo fue de uno aproximadamente, lo que para fines prácticos cumple con lo requerido para esta propiedad.

CONCLUSIONES

La etapa Planificar del ciclo PHVA aplicado al diseño de experimentos de mezclas fue la más crítica y determinante para la optimización de las propiedades del recubrimiento arquitectónico. Los datos experimentales de las propiedades viscosidad, porcentaje de blancura y brillo fueron ajustados a un modelo cuadrático mientras que el porcentaje de relación de contraste se ajustó a un modelo cúbico especial. La mezcla óptima que permitió alcanzar las propiedades deseadas estuvo compuesta por 0,2934 de carbonato de calcio, 0,5450 de talco y 0,1616 de caolín. Los valores previstos por el modelo estadístico para viscosidad, porcentaje de relación de contraste, porcentaje de blancura y brillo fueron de 122,12 KU, 98,22%, 85,54% y 6,10, en contraste con los valores experimentales de 121.20 KU, 98.25 %, 84,60% y 4,95, respectivamente. Los porcentajes de error obtenidos de la comparación de los resultados del modelo estadístico y del ensayo experimental para las propiedades de interés viscosidad, porcentaje de relación de contraste, porcentaje de blancura y brillo fueron 0.76%, 0.04%, 1.12% y 23.21% respectivamente.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- Abu, J. B., Abdulsalam, S., & Mohammed, J. (2022). Production and optimization of pigments and binder in low-cost emulsion house paint using response surface methodology. *Nigerian Journal of Tropical Engineering*, 16, 26-38. <https://doi.org/10.59081/njte.16.1.003>
- American Society for Testing and Materials D523 – 14. (2018). Standard Test Method for Specular Gloss.
- American Society for Testing and Materials D562 – 10. (2023). Standard Test Method for Consistency of Paints Measuring Krebs Unit (KU) Viscosity Using a Stormer-Type Viscometer.
- American Society for Testing and Materials D2805 – 11. (2023). Standard Test Method for Hiding Power of Paints by Reflectometry. <https://www.astm.org/d2805-11r18.html>
- American Society for Testing and Materials E313 – 20. (2020). Standard Practice for Calculating Yellowness and Whiteness Indices from Instrumentally Measured Color Coordinates. <https://www.astm.org/e0313-20.html>
- Caldwell, R. (2012). Applying Statistical Design of Experiments to VAE-Based Coatings Development | 2012-02-01 | PCI Magazine. Paint & Coating Industry. <https://www.pcimag.com/articles/96044-applying-statistical-design-of-experiments-to-vae-based-coatings-development->
- Ciullo, P. A. (1996). *Industrial minerals and their uses: A handbook and formulary*. Noyes Publications. <http://site.ebrary.com/id/10265728>
- Cornell, J. A. (2011). *A Primer on Experiments with Mixtures*. John Wiley & Sons, Ltd. <https://doi.org/10.1002/9780470907443.fmatter>
- Costa, N. R. P., Pires, A. R., & Ribeiro, C. O. (2006). Guidelines to help practitioners of design of experiments. *The TQM Magazine*, 18(4), 386-399. <https://doi.org/10.1108/09544780610671057>
- Fatemi, S., Varkani, M. K., Ranjbar, Z., & Bastani, S. (2006). Optimization of the water-based road-marking paint by experimental design, mixture method. *Progress in Organic Coatings*, 55(4), 337-344. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2006.01.006>
- Gutiérrez, H., & De la Vara, R. (2012). *Análisis y diseño de experimentos (Tercera)*. MCGRAW-HILL.

- Hadizadeh, E., Pazokifard, S., Mirabedini, M., & Ashrafiyan, H. (2020). Optimizing practical properties of MMA-based cold plastic road marking paints using mixture experimental design. *Progress in Organic Coatings*, 147. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2020.105784>
- Hernández, R., Fernández, C., & Baptista, P. (2014). *Metodología de la investigación (Sexta)*. Mc Graw Hill;
<http://www.pucesi.edu.ec/webs/wp-content/uploads/2018/03/Hern%C3%A1ndez-Sampieri-R.-Fern%C3%A1ndez-Collado-C.-y-Baptista-Lucio-P.-2003.-Metodolog%C3%ADa-de-la-investigaci%C3%B3n.-M%C3%A9xico-McGraw-Hill-PDF.-Descarga-en-l%C3%ADnea.pdf>
<http://www.pucesi.edu.ec/webs/wp-content/uploads/2018/03/Hern%C3%A1ndez-Sampieri-R.-Fern%C3%A1ndez-Collado-C.-y-Baptista-Lucio-P.-2003.-Metodolog%C3%ADa-de-la-investigaci%C3%B3n.-M%C3%A9xico-McGraw-Hill-PDF.-Descarga-en-l%C3%ADnea.pdf>
- Karakaş, F., Vaziri Hassas, B., & Çelik, M. S. (2015). Effect of precipitated calcium carbonate additions on waterborne paints at different pigment volume concentrations. *Progress in Organic Coatings*, 83, 64-70. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2015.02.003>
- Mirabedini, S. M., Jamali, S. S., Haghayegh, M., Sharifi, M., Mirabedini, A. S., & Hashemi-Nasab, R. (2012). Application of mixture experimental design to optimize formulation and performance of thermoplastic road markings. *Progress in Organic Coatings*, 75(4), 549-559. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2012.05.012>
- Montgomery, D. C. (2013). *Design and analysis of experiments (Eighth edition)*. John Wiley & Sons, Inc.
- Nunna, V., Hapugoda, S., Eswarappa, S. G., Raparla, S. K., Kumar, R., & Nanda, N. K. (2019). Beneficiation of Low-grade Iron Ore Fines by Using a Circulating-type Air Classifier. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, 40(5), 356-367. <https://doi.org/10.1080/08827508.2019.1635468>
- Ortega, D. C., Bustamante Rúa, M. O., Gutiérrez-Rôa, D. F., & Correa-Espinal, A. A. (2015). Mixture experiments in industrial formulations. *DYNA*, 82(189), 149-156. <https://doi.org/10.15446/dyna.v82n189.42785>
- Patel, P., & Deshpande, V. (2017). Application Of Plan-Do-Check-Act Cycle For Quality And

- Productivity Improvement—A Review. 5(I), 5.
- Rössler, A. (2014). Design of Experiments for Coatings. Vincentz Network.
- Ruszala, M., Rowson, N., Grover, L., & Choudhery, R. (2015). Low Carbon Footprint TiO₂ Substitutes in Paint: A Review. *International Journal of Chemical Engineering and Applications*, 6, 331-340. <https://doi.org/10.7763/IJCEA.2015.V6.505>
- Sevilla, F., Muñoz, J. L., Pérez, J. A., & Paricaguán, B. M. (2018). Reformulación de pintura látex clase A mate de uso exterior, mediante la sustitución parcial del dióxido de titanio por nuevos exténderes. *Revista INGENIERÍA UC*, 25(3).
<https://www.redalyc.org/journal/707/70757670011/>
- Taheri, M. (2022). Techno-economical aspects of electrocoagulation optimization in three acid azo dyes' removal comparison. *Cleaner Chemical Engineering*, 2, 100007.
<https://doi.org/10.1016/j.clce.2022.100007>
- Yoshiara, L., Madeira, T., Delaroza, F., Da Silva, J., & Ida, E. (2012). Optimization of soy isoflavone extraction with different solvents using the simplex-centroid mixture design. *International journal of food sciences and nutrition*, 63. <https://doi.org/10.3109/09637486.2012.690026>