Mezcla lograda

Optimización de PVC con diseños experimentales

La buena regulación de las cantidades de materias primas constituye la base de la producción de un producto de matéria plástica de alta calidad. Pero es imprescindible efectuar series experimentales ilimitadas. Con el fin de encontrar la composición de matérias óptima, con un número de experimentos sorprendentemente pequeño, Alcan Airex utiliza las ventajas de los diseños experimentales estadísticos en el desarrollo de PVC duros.

Nikolaus Haselgruber
AICOS Technologies AG, Basilea, Suiza
Dr. Philippe Solot
AICOS Technologies AG, Basilea, Suiza
Erich Wettstein
Alcan Airex AG, Sins, Suiza

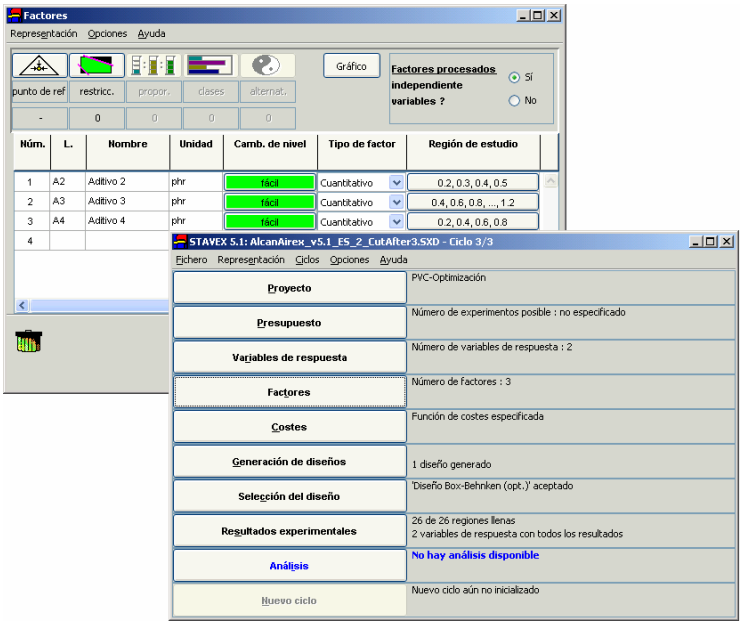

Imagen 1. La pantalla principal de STAVEX guía el utilizador a través de todas las etapas de la planificación experimental. Los componentes de la mezcla deben ser definidos en la pantalla de factores.

En el ambiente actual muy competitivo, el uso de procesos de producción muy eficientes es una necesidad en la industria de procesos. Aún más importante que la maximización del rendimiento es sobre todo conseguir, como también garantizar, el nivel de calidad exigido por el mercado. Para eso es generalmente indispensable efectuar una serie de experimentos para determinar valores apropiados de los parámetros del procedimiento, a menudo numerosos.

En tal ambiente, frecuentemente se efectúa experimentos variando un factor a la vez y manteniendo los demás factores fijos. Procesando de esta manera una cosa es segura: ¡se necesitará efectuar muchos experimentos y mismo así la probabilidad de encontrar el óptimo es baja! En otras palabras: los recursos de laboratorio y de producción habrán sido malgastados. Pero para los que quieren obtener un máximo de informaciones valiosas con un mínimo de experimentos, el diseño de experimentos (Design of Experiments) es un utillaje especialmente beneficioso. Por un lado, este método le propone diseños experimentales basados en la descripción del problema, es decir en las variables de respuesta y los factores de influencia probables. Por otro lado, los resultados experimentales están analizados y los valores de los parámetros del procedimiento recomendados están calculados.

Diseños ajustados

Para una producción eficiente del PVC duro, utilizando aditivos especiales, como por ejemplo estabilizadores, lubricantes, ingredientes de relleno etc., es importante gelatinizar de forma óptima la mezcla de PVC para obtener un comportamiento inmejorable durante el proceso, por ejemplo de extrusión. El procedimiento de gelatinización o plastificación de tal mezcla puede

© AICOS Technologies, S.A. 2008

ser calificado por medio de una amasadora con medida del par. Ésta mide la variación de la viscosidad en forma del par de giro durante un cierto período. El objetivo es de detectar la composición de los aditivos del plástico que después de un cierto tiempo de amasado muestra una viscosidad más cerca posible de un valor de consigna fijado.

Con diseños experimentales estadísticos se puede encontrar, con un mínimo de experimentos, la relación entre la composición de la mezcla PVC-aditivos y su comportamiento de plastificación. En el caso presente la mezcla consiste en diez componentes, de los cuales se varía cuatro componentes para el ajuste de la gelatinización. Esta situación de ensayo es poco clara y por eso el uso de un software conforme es casi indispensable, dado que la complejidad del problema aumenta con un número de componentes creciente. Para encontrar la composición que conduce a un comportamiento de gelatinización óptimo, el problema ha sido tratado con el programa Stavex.

Este software dirige el usuario habilidosamente a través de todos los pasos del diseño experimental. Encima, el usuario tiene que especificar los componentes con el intervalo de variación correspondiente. Por ejemplo, para el primer aditivo la región de valores va de 0,4 a 1,2 phr, para el segundo 0,2 a 0,5 phr, etc. La mezcla puede ser caracterizada más precisamente especificando interacciones entre componentes y excluyendo ciertas combinaciones de aditivos. La especificación es muy sencilla y pueder ser leída como: “La cantidad del aditivo 3 debería, como máximo, corresponder a la del aditivo 4.” Además, se puede también introducir puros factores de procedimiento, tipicamente un valor de temperatura o la duración del procedimiento.

En la base de los datos de factores introducidos, el programa le propone una serie de diseños experimentales. En este caso, un diseño experimental factorial con ocho experimentos ha sido elegido.

Un análisis inteligible

Los experimentos mencionados han sido efectuados y los resultados introducidos en Stavex. Con un solo clic resulta el análisis de los datos; en este caso un modelo de regresión lineal ha sido estimado. Del informe HTML, que visualiza los resultados en frases completas, se puede deducir que el aditivo 1 no tiene influencia sobre la viscosidad. Sin embargo, el procedimiento de gelatinización se puede controlar bien con los demás componentes. Por eso el software sugiere al usuario poner el aditivo A1 en un valor fijo y efectuar un ciclo de experimentos adicional variando sólo los otros componentes. De la lista de diseños sugeridos, un diseño Box-Behnken conteniendo trece experimentos ha sido elegido. El número de experimentos mayor y, a la vez, el número de componentes reducido, permiten estimar un modelo de regresión más detallado con interacciones y efectos cuadráticos. Eso deja esperar un resultado más exacto.

Si no es posible atenerse estrictamente al diseño experimental fijado por el software, entonces se puede escribir el verdadero diseño en Excel y importarlo a Stavex después. Se puede proceder de la misma manera si existen resultados de experimentos pasados que no han sido diseñados con Stavex. El software permite importar y analizar estos diseños « externos ».

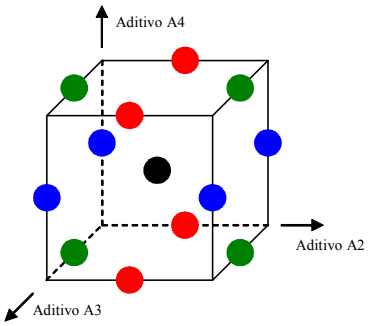

Imagen 2. Diseño de Box-Behnken para 3 factores.

El espacio del experimento, definido por las regiones de valores de los tres componentes A2, A3 y A4, está visualizado por medio del parallelepípedo en imagen 2. Los puntos de color indican los trece experimentos con las mezclas correspondientes. Excepto del punto negro en el centro del sillar, la cantidad de un aditivo está para cada punto (por ejemplo A2 para los tres puntos rojos) en el centro de su intervalo de variación, mientras que los dos otros aditivos están presentes en cantidad mínima o máxima.

Después de haber efectuado los trece experimentos en la amasadora, hay que introducir los valores de las variables de respuesta observados en el programa. El análisis del caso presente ha revelado que el par aumenta, es decir la viscosidad aumenta, lo más pequeño que los porcentajes de los aditivos A2, A3 y A4 están. Hay una serie de gráficos disponibles al usuario para visualizar los resultados numéricos. Por ejemplo, el gráfico de curvas de nivel permite facilmente determinar la combinación de aditivos que conduce a un comportamiento de gelatinización óptimo (vea imagen 3).

Numerosos resultados están puestos a disposición para efectuar el diagnóstico del modelo, como por ejemplo la calidad de su adecuación, un análisis de los residuos (test de la distribución normal y gráfico quantiles-quantiles), las posibilidades de transformación de la variable de respuesta, etc.

© AICOS Technologies, S.A. 2008

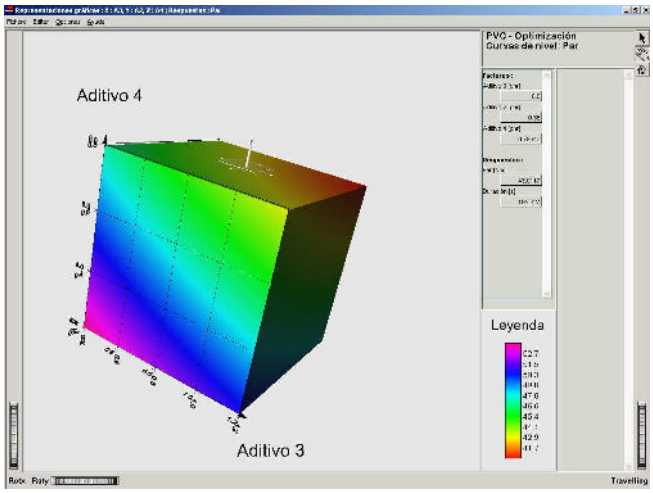

Imagen 3. Los resultados numéricos pueden ser visualizados gracias a una serie de gráficos, como por ejemplo el gráfico de curvas de nivel 4D. A cada aditivo corresponde una dimensión; la respuesta está representada por una escala cromática.

Dado que, según la calidad de la adecuación, más de 98% de la varianza de la respuesta puede ser explicada por el modelo y que el análisis de los residuos no señala ninguna vulneración de las hipótesis tomadas durante la regresión, se puede suponer que para las mezclas óptimas calculadas la viscosidad está efectivamente cerca del valor de consigna (vea imagen 4).

Para comprobar el modelo, dos experimentos de confirmación han sido efectuados con las composiciones óptimas sugeridas. Ambas veces la viscosidad estaba dentro de la región pronosticada – una confirmación más que los resultados son buenos.

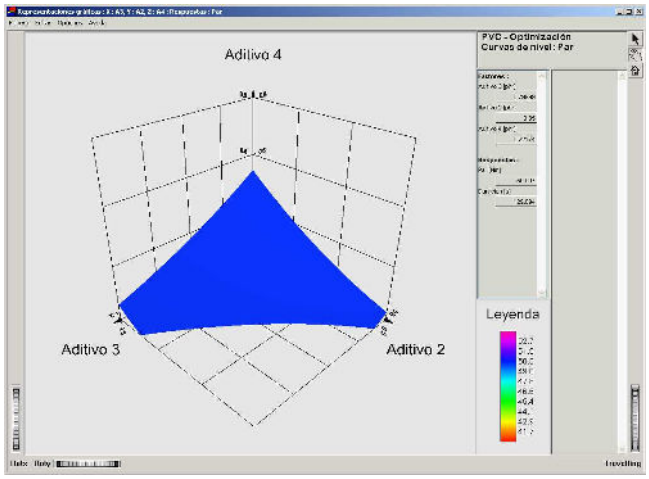

Imagen 4. El gráfico de superficie muestra los puntos en el espacio que permiten obtener el valor de par óptimo.

Gracias a los diseños experimentales estadísticos ha sido posible determinar una mezcla de PVC específica con solamente veintitres experimentos, cuya composición ha facilitado un buen procesamiento en una planta de producción.

A par de pocos experimentos y más saber, por un lado la calidad de producción ha sido aumentada y por otro lado los costes han sido bajados. Un software de fácil manejo permite alcanzar estas ventajas, aunque el planteamiento del problema muestre una alta complejidad.

Diseño experimental estadístico

Más de 150 empresas de la industria de procesos utilizan actualmente STAVEX en todo el mundo, por ejemplo: Alcan Airex, Bayer, Ciba, Ems-Chemie, F. Hoffmann-La Roche, Nestlé, Novartis, Sanofi-Aventis y Uralita. La versión 5.1 ofrece nuevos diagramas, una flexibilidad crecida, una biblioteca de diseños experimentales ampliada y mucho más nuevas funciones. El software también puede estar utilizado para optimizar los experimentos del laboratorio, tanto como los procesos de producción. STAVEX ha por ejemplo sido aplicado en los siguientes proyectos:

- el análisis de la velocidad de disolución de preparados retard
- la maximización del rendimiento de la síntesis química o biotecnológica
- la optimización de la formulación de comprimidos
- la soldadura térmica de los embalajes blíster para comprimidos
- la identificación de componentes de mezcla importantes en la producción de adhesivos.

© AICOS Technologies, S.A. 2008