



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

ESCUELA SUPERIOR DE FÍSICA Y MATEMÁTICAS

**DISEÑO 3^{4-2} APLICADO EN LA PREPARACIÓN
DE PELÍCULAS DEL SISTEMA Bi-Pb-Sr-Ca-Cu- O**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE

INGENIERO MATEMÁTICO

P R E S E N T A

EPIGMENTIA NÁJERA CISNEROS

ASESORES:

DRA. ELVIA DÍAZ VALDÉS

M. EN C. FERNANDO JIMÉNEZ TOVAR

TESIS DESARROLLADA DENTRO DEL PROYECTO

SIP 20070843

MÉXICO, D. F. 2007



DEDICO ESTE TRABAJO DE TESIS, CON CARÍÑO

A MIS PADRES:

Juventino Nájera Santillan

Ma. Soledad Cisneros Vargas

A MIS HERMANOS:

J. Concepción Nájera Cisneros

Ma. Concepción Nájera Cisneros

Bonifacio Nájera Cisneros

Macrino Nájera Cisneros (finado)

Eugenia Nájera Cisneros

Ma. de los Angeles Nájera Cisneros

Consuelo Nájera Cisneros

Esteban Nájera Cisneros

Ma. Soledad Nájera Cisneros

Artemio Nájera Cisneros

Juventino Nájera Cisneros

Sofia Nájera Cisneros

AGRADECIMIENTOS

A la Dra. Elvía Díaz Valdés, mi más sincero agradecimiento por la dirección de esta tesis, por los conocimientos transmitidos del tema de la misma, por su amistad, paciencia y por la convivencia agradable.

Al M. en C. Fernando Jiménez Tovar, mi más sincero agradecimiento por la dirección de esta tesis, por los conocimientos transmitidos del tema de la misma, por su disponibilidad, paciencia y por la convivencia agradable.

Al M. en C. Rubén Téllez Sánchez, mi más sincero agradecimiento por la revisión de la tesis, por el apoyo al trabajo de tesis, comentarios, sugerencias y por la convivencia agradable.

Al Lic. Manuel Robles Bernal, por la revisión de la tesis, comentarios sugerencias, por haber transmitido en mi interés al conocimiento en el transcurso de la carrera.

A la Dra. Concepción Mejía García, por la revisión de la tesis, comentarios, sugerencias.

A toda mi familia, por su apoyo en el transcurso de mi formación académica.

A todos los formadores que han aportado recursos a mi formación académica.

A mis amigos y compañeros.

A la E. S. F. M. por darme la formación y el método de adquirir conocimientos.

Al instituto politécnico nacional por ser mi alma matter y proporcionarme una formación académica.

ÍNDICE

	INTRODUCCIÓN	<i>pág.</i> 2
I	FUNDAMENTO TEÓRICO	5
1.1	Conceptos básicos de superconductividad	5
1.1.1	Definición de superconductividad	5
1.1.2	Sistema base-Bi	7
1.1.3	Obtención de películas superconductoras	7
1.1.4	Método de depósito por aerosol	9
1.1.5	Aplicación de espectroscopia de absorción atómica al análisis químico de películas	9
1.1.6	Aplicación de materiales superconductores	9
1.2	Diseño experimental	10
1.2.1	Breve historia del diseño experimental estadístico	11
1.2.2	Conceptos básicos del diseño experimental	13
	1) ¿Qué se entiende por diseño experimental?	13
	2) Necesidad de un diseño experimental	14
	3) El propósito de un diseño experimental	15
	4) Principios básicos del diseño experimental	16
	5) Factores y niveles de factor	18
	6) Selección de factores, niveles e interacciones a evaluar	19
	7) Tratamientos y combinaciones de tratamientos	20
	8) Efectos e interacciones	21
	9) Grados de libertad	22
	10) Arreglo ortogonal	23
	11) Medición	25
	12) Análisis e interpretación de la información	28
	13) Procedimiento recomendado para aplicar un diseño experimental	28

		<i>Pág</i>
	14) Ventajas de los experimentos diseñados estadísticamente	30
	15) Desventajas de los experimentos diseñados estadísticamente	31
	16) Diseño factorial	31
	17) Métodos de análisis estadístico	50
II	DESARROLLO EXPERIMENTAL	59
2.1	Establecimiento del problema a resolver	59
2.2	Necesidad de la aplicación de un diseño experimental	59
2.3	Elección del diseño experimental	60
2.4	Aplicación del diseño experimental factorial fraccionado 3^{4-2}_{III}	61
2.5	Selección del método de análisis estadístico	64
2.6	Aplicación del análisis Señal/Ruido (S/R)	64
2.6.1	Reducción de la variabilidad	64
2.6.2	Ajuste al valor promedio	65
III	RESULTADOS, ANÁLISIS Y DISCUSIÓN	67
3.1	Resultados obtenidos por la aplicación del mejor valor nominal.	67
3.1.1	Resultados de la reducción de la variabilidad	68
3.1.2	Resultados del ajuste del valor promedio	70
	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	77
	BIBLIOGRAFÍA	79
ANEXO A	Preparación de las películas de Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O	81
ANEXO B	Procedimiento del cálculo realizado en excel de la aplicación del análisis señal/ruido (S/R)	83
ANEXO C	Aplicación de la estrategia S/R (con la característica del mejor valor nominal)	87

INDICE DE FIGURAS

Figura No.	Título	pág.
1.1	Dependencia del estado superconductor con respecto a la temperatura, campo magnético y densidad de corriente.	5
1.2	Proceso de preparación de películas base-Bi.	8
1.3	Proceso o sistema bajo estudio.	10
1.4	Diseño factorial 2^2	35
1.5	Diseño factorial 2^3	36
1.6	Distribución de los resultados producidos con cada nivel o posición de un factor de control	53
1.7	Optimización, reducción de la variación y ajuste del valor promedio para una característica de calidad del “mejor valor nominal”	54
3.1	Gráficas de los promedios $\overline{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Bif}	69
3.2	Gráficas de promedio de las respuestas promedio $\overline{P_j}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Bif}	71
C-1	Gráficas de los promedios $\overline{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{pbf}	88
C-2	Gráficas de promedio de las respuestas promedio $\overline{P_j}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{pbf}	90
C-3	Gráficas de los promedios $\overline{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{caf}	93
C-4	Gráficas de promedio de las respuestas promedio $\overline{P_j}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{caf}	95
C-5	Gráficas de los promedios $\overline{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{cuf}	98
C-6	Gráficas de promedio de las respuestas promedio $\overline{P_j}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{cuf}	100

INDICE DE TABLAS

Tabla No.	Título	pág.
1.1	Fases superconductoras del sistema base-Bi.	7
1.2	Arreglo ortogonal $L_8(2^7)$	24
1.3	Diferentes notaciones para el arreglo matricial del diseño 2^3	34
1.4	Arreglo matricial del diseño 2^3	36
2.1	Arreglo matricial del diseño 3_{III}^{4-2}	61
2.2	Dominio experimental del diseño 3_{III}^{4-2} aplicado a la preparación de películas base-Bi	62
2.3	Matriz experimental del diseño 3_{III}^{4-2} aplicado a la preparación de películas base-Bi	63
2.4	Réplicas de los resultados del número de moles de Bi en las películas base-Bi	63
3.1	Respuestas, promedios (P_i) y resultados de la relación Señal/Ruido, para el análisis de n_{Bif}	68
3.2	Resultados de los promedios $\overline{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Bif}	69
3.3	Promedio de las respuestas promedio (P_i), de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Bif}	70
3.4	Niveles de los factores que conducen hacia el mejor valor nominal en el estudio de composición de películas Bi-Pb-Ca-Cu-O	72
3.5	Niveles de los factores recomendados que conducen hacia el mejor valor nominal en el estudio de composición de películas Bi-Pb-Ca-Cu-O	74
3.6	Corrida confirmatoria del análisis del diseño 3_{III}^{4-2} y la composición ideal	75
B-1	Respuestas, promedios (P_i), Sm , $(Sm-Ve)/nve$ y resultados de la relación Señal/Ruido, para el análisis de n_{Bif}	84
B-2	Resultados de los promedios $\overline{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Bif}	85
B-3	Promedio de las respuestas promedio (P_i), de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Bif}	85
C-1	Respuestas, promedios (P_i) y resultados de la relación Señal/Ruido, para el análisis de n_{Pbf}	87
C-2	Resultados de los promedios $\overline{S/R}$, de los factores en cada	88

	nivel, para el análisis de n_{Pbf}	<i>Pág</i>
C-3	Promedio de las respuestas promedio (P_i), de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Pbf}	89
C-4	Respuestas, promedios (P_i) y resultados de la relación Señal/Ruido, para el análisis de n_{caf}	92
C-5	Resultados de los promedios $\overline{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{caf}	92
C-6	Promedio de las respuestas promedio (P_i), de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{caf}	94
C-7	Respuestas, promedios (P_i) y resultados de la relación Señal/Ruido, para el análisis de n_{cuf}	97
C-8	Resultados de los promedios $\overline{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{cuf}	97
C-9	Promedio de las respuestas promedio (P_i), de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{cuf}	99

RESUMEN

Se presenta la aplicación del diseño factorial fraccionado 3^{4-2}_{III} para el estudio de la composición en la preparación de películas base-Bi a partir de compuestos órgano-metálicos (tetrametil-heptanedionatos de metal y trifenilbismuto). Se reconoció y estableció el problema, se eligieron los parámetros experimentales y los valores de variación, se seleccionaron las variables de respuestas y se eligió el diseño experimental. Las películas se prepararon en dos etapas que consisten en el depósito de la película precursora y el tratamiento térmico de la misma. En la primera etapa se obtienen las películas precursoras por el método de depósito a partir de aerosol (spray pyrolysis). En la etapa de tratamiento térmico se efectúa la reacción química en estado sólido para formar las fases superconductoras. En la preparación de las películas están involucrados cuatro parámetros de depósito y de tratamiento térmico que se estudian en tres valores diferentes. El análisis del diseño se realizó aplicando la estrategia de la relación Señal/Ruido con la característica de calidad del mejor valor nominal. A partir del análisis del diseño, se calcularon los efectos de los parámetros individuales para seleccionar los niveles de los parámetros en estudio que conducen a la composición deseada. La estrategia de análisis se aplicó a cuatro respuestas que fueron número de moles de bismuto (n_{Bi}), número de moles de plomo (n_{Pb}), número de moles de calcio, (n_{Ca}), número de moles de cobre (n_{Cu}). Los niveles de los factores obtenidos en cada análisis resultaron congruentes.

INTRODUCCIÓN

Antecedentes

Desde el descubrimiento de materiales que son superconductores arriba del punto de ebullición del nitrógeno líquido (77 K), empezó un gran interés en el desarrollo de aplicaciones tecnológicas. Una de las aplicaciones más viables son las películas delgadas para dispositivos opto-electrónicos^[1]. Entre los sistemas superconductores de alta- T_c está el sistema base-Bi como un buen candidato para esta aplicación. Este sistema presenta fases de alta- T_c , no es tóxico y tiene estabilidad con el tiempo. Por otro lado, con respecto a técnicas de depósito de películas, el depósito por aerosol es de interés para una posible producción industrial, ya que no requiere de alto vacío como otras técnicas, por lo que es una técnica simple y de bajo costo. Por lo tanto, la preparación de películas superconductoras base-Bi por el método de depósito por aerosol es de interés para una posible producción de dispositivos opto-electrónicos a bajo costo.

Problemática

Aunque la técnica de depósito por aerosol tiene posibilidades de crecer películas con una calidad comparable a las películas depositadas con técnicas de alto vacío, cuando las películas se depositan con soluciones acuosas, las películas resultan porosas y de textura gruesa. Esto como consecuencia de la disminución de volumen por la evolución de subproductos gaseosos que se descomponen de temperatura ambiente a 750°C^[2]. Estas características no son apropiadas en el desarrollo de dispositivos opto-electrónicos. Esto condujo a proponer la preparación de películas delgadas del sistema Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O, a partir de soluciones de compuestos órgano-metálicos^[3,4,5]. En virtud de que no hay información de depósito de películas a partir de compuestos órgano-metálicos con la técnica de depósito por aerosol, para conocer la dependencia de la formación de las fases superconductoras del sistema de las películas con los parámetros de preparación como depósito en un ciclo o más, tipo de compuestos órgano-metálicos como acetil-acetonatos o heptanedionatos, tiempo y temperatura de reacción en estado sólido, se aplicó un diseño experimental^[5]. De este estudio sistemático se determinaron como mejores condiciones de preparación el depósito en un ciclo y el uso de heptanedionatos como reactivos. En dicho trabajo se obtuvieron películas superconductoras con las fases de baja- T_c y con la fase alta- T_c pero en una proporción relativa baja. El problema observado fue que no se obtuvo la composición adecuada en las películas para el crecimiento de las fases de alta- T_c . En este

trabajo se propuso el estudio de la composición y su dependencia con los parámetros de depósito y tratamiento térmico, estableciendo como parámetros constantes el modo de depósito a un ciclo, y el uso de heptanedionatos de plomo, estroncio, calcio y cobre y trifenil-bismuto.

Objetivos

Estudiar la dependencia de la composición con los parámetros de preparación de las películas Base-Bi (Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O).

Aplicar un diseño experimental para obtener los niveles de los parámetros de estudio, de depósito y tratamiento térmico que proporcionan la composición deseada en las películas base-Bi, crecidas a partir de compuestos órgano-metálicos por la técnica de depósito por aerosol.

Hipótesis

Los compuestos órgano-metálicos presentan puntos de fusión bajos, comparados con los compuestos inorgánicos. Los puntos de fusión bajos de los compuestos órgano-metálicos, permiten un depósito homogéneo y denso seguido de una descomposición completa a la temperatura de depósito.

Metodología

Aplicación de un diseño experimental.

El procedimiento que se siguió fue el siguiente

Reconocimiento y planteamiento del problema

Elección de parámetros experimentales (factores) y valores en que se variarán (niveles).

Selección de una variable de respuesta.

Elección del diseño experimental

Desarrollo del experimento

Análisis de datos.

Conclusiones y recomendaciones

Contenido

Este trabajo de tesis inicia con una introducción en donde se plantean los antecedentes, el problema a resolver, los objetivos a alcanzar, la hipótesis a comprobar, la metodología a seguir y el contenido de la tesis. Posteriormente se presenta los fundamentos teóricos que

apoyan el tema de la tesis. Se continúa con la explicación del desarrollo experimental en donde se indican las condiciones a las que se efectuaron los experimentos. Enseguida se presenta el análisis y la discusión de los resultados y finalmente se presentan las conclusiones del trabajo.

I FUNDAMENTO TEÓRICO

1.1 Conceptos básicos de superconductividad

1.1.1 Definición de superconductividad

Superconductividad, es un fenómeno donde interviene el científico para provocarlo, es un estado de la materia, posee dos propiedades, primera, se elimina toda resistencia eléctrica lo cual quiere decir que no hay disipación de energía al pasar corriente eléctrica por cualquier material superconductor, segunda, no permite que el campo de fuerza de un imán penetre en su interior (esto último se conoce como efecto Meissner). Esta combinación de propiedades eléctricas y magnéticas recibe el nombre de estado superconductor, el fenómeno sólo aparece a temperaturas muy bajas, estas temperaturas sólo pueden conseguirse mediante gases raros, como el helio líquido, nitrógeno líquido o sistemas de refrigeración caros.

Hay tres parámetros asociados con cada superconductor: La temperatura crítica (T_c), el campo crítico (H_c) y la densidad de corriente crítica (J_c), cada uno, tiene un valor máximo abajo del cual existe la superconductividad, figura 1.1. Su descubrimiento fue a principios del siglo XX, en 1911. El trabajo de investigación del doctor Heike Kamerlingh

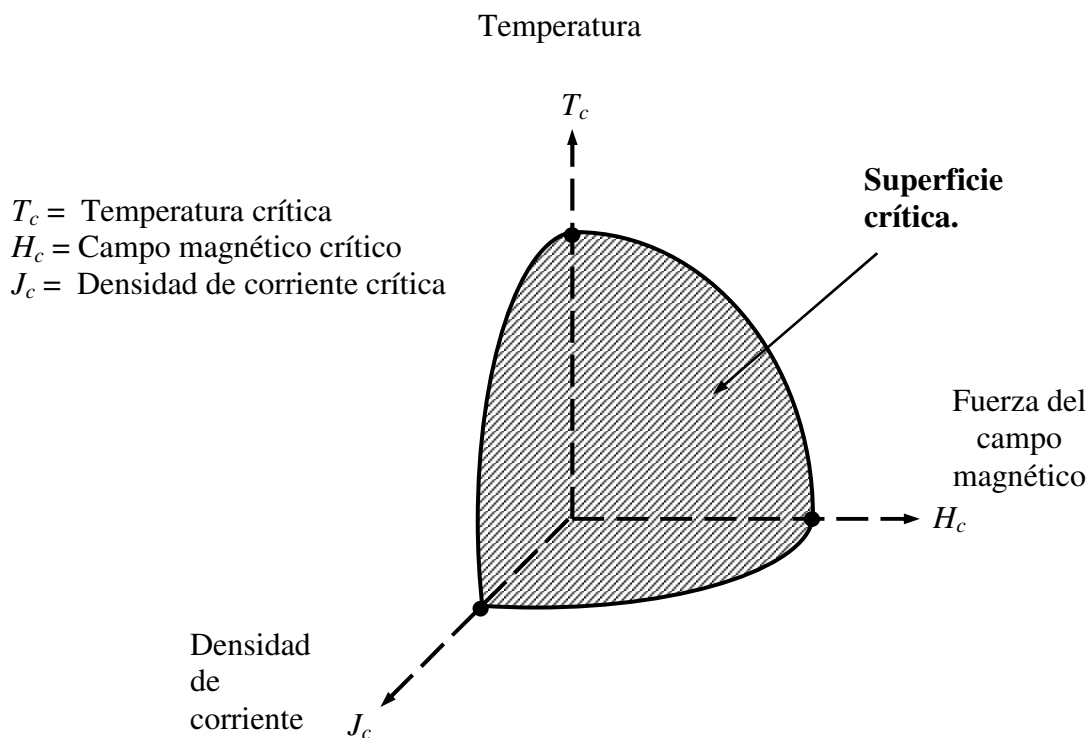


Figura 1.1 Dependencia del estado superconductor con respecto a la temperatura, campo magnético y densidad de corriente.

Onnes de la Universidad de Leyden, Holanda, sobre las propiedades de la materia a bajas temperaturas ayudó a la producción del helio líquido, y a su vez logró bajar el mercurio a temperatura del helio líquido. Observó que la resistencia eléctrica del mercurio a esta temperatura repentinamente desapareció, lo que llamó superconductividad.

Hay dos clases de superconductores, dependiendo de sus características.

Superconductores tipo I

Los superconductores tipo I, conocidos también como suaves o ideales, metales con temperaturas bajas de fusión y de fácil obtención, son mecánicamente suaves y libres de esfuerzos mecánicos internos.

Superconductores tipo II

Los superconductores tipo II, llamados también duros o de campo intenso, son aleaciones o metales superconductores refractarios, tienen la característica de que la superconductividad se conserva aún bajo la influencia de campos magnéticos intensos.

La mayoría de las teorías de la superconductividad se desarrollaron entre 1930 y 1950. Por mencionar alguna de las teorías que fundamentan la superconductividad, en 1957 se publicó la teoría de Bardeen, Cooper y Shriver conocida como BCS. Esta teoría, se basa en la existencia de los llamados pares de Cooper, que son parejas de electrones ligados entre sí y que se forman por la interacción atractiva de dos electrones inducida por un fonón. Esta teoría puede explicar el fenómeno de la superconductividad de elementos y aleaciones con temperaturas cercanas al cero absoluto (0 K), pero no es capaz de explicar totalmente el fenómeno con temperaturas más altas.

En 1986, los científicos J. C. Bednorz y K. A. Muller en Zurich, Suiza, descubrieron los materiales superconductores cerámicos, que tienen temperaturas de transición al estado superconductor superiores a la temperatura de ebullición del nitrógeno líquido. Esto hace factible la utilización de los materiales superconductores a menor costo comparado con el enfriamiento con He líquido, por su trabajo recibieron el premio Nobel de Física en 1987.

1.1.2 Sistema base-Bi

Entre los cerámicos superconductores de alta-T_c se encuentran los superconductores de tierras raras, el sistema base bismuto, el sistema base talio y el sistema base mercurio.

El desarrollo de la familia superconductora base bismuto tuvo su origen en el descubrimiento del superconductor Bi-Sr-Cu-O, hecho por C. Michel y colaboradores, que presenta superconductividad entre 7 y 22 K, con una composición cercana a Bi₂ Sr₂ Cu₁ O₆.

El sistema base bismuto consiste de fases superconductoras que se representan por la formula Bi₂ Sr₂ Ca_{n-1} Cu_n O_{2n+4} para n = 1, 2, 3 y 4, como se indican en la tabla 1.1. Se presentan también sus respectivos valores de T_c (K) determinados en monocristales.

Tabla 1.1 Fases superconductoras del sistema base-Bi.

FASES SUPERCONDUCTORAS DEL SISTEMA BASE-Bi		
Relación catiónica	Composición nominal	T _c (K)
2201	Bi ₂ Sr ₂ CuO ₆	10
2212	Bi ₂ Sr ₂ CaCu ₂ O ₈	90
2223	Bi ₂ Sr ₂ Ca ₂ Cu ₃ O ₁₀	110
2234	Bi ₂ Sr ₂ Ca ₃ Cu ₄ O ₁₂	90

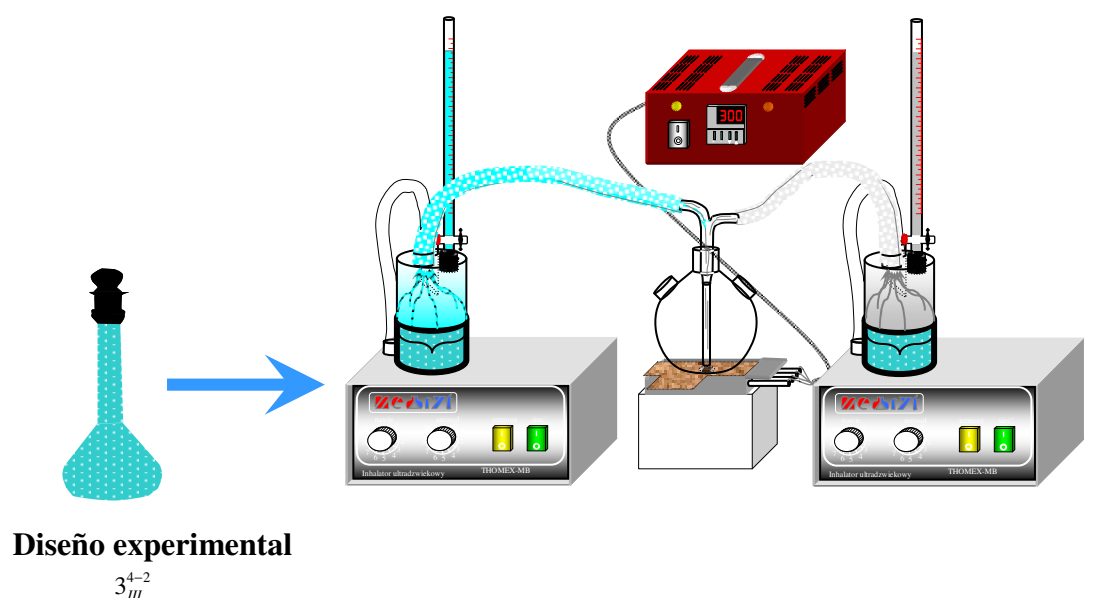
La sustitución parcial del Pb por Bi, incrementa la fracción de volumen de la fase 2223 y la estabiliza.

1.1.3 Obtención de películas superconductoras

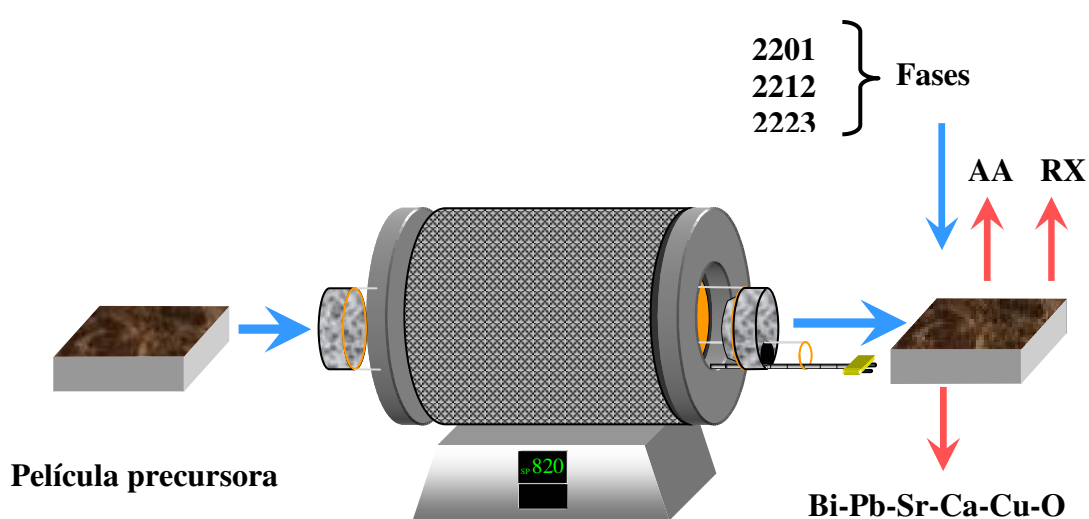
Los materiales superconductores se pueden fabricar en forma de polvo, en volumen, como películas, como alambres ó como cables. Esto depende de la aplicación del material. Hay varias técnicas químicas y físicas para la fabricación de películas de Bi-Sr-Ca-Cu-O sobre sustratos de SrTiO₃ y MgO entre otros sustratos. La mayoría de los procesos de depósito son técnicas físicas (Laser ablation, sputtering, etc). Entre las técnicas químicas se encuentra el método de depósito por aerosol (Spray Pyrolysis) y CVD (chemical vapour deposition). El método de depósito por aerosol que se utilizó en este

trabajo de tesis es rápido, simple, de bajo costo y no requiere ningún equipo caro de evacuación o procesamiento.

Las películas se preparan en dos etapas. La primer etapa consiste en el depósito del material precursor, figura 1.2 (a). Como trabajo previo en esta etapa se lleva a cabo la preparación del sustrato y la preparación de las soluciones fuente para el depósito de las películas precursoras. En la segunda etapa se lleva a cabo el tratamiento térmico al que se someten las películas precursoras y donde se realiza la reacción en estado sólido a alta temperatura para obtener el material candidato a superconductor, figura 1.2 (b).



a) Depósito de la película.



b) Tratamiento térmico de la película.

1.2 Proceso de preparación de películas base-Bi.

1.1.4 Método de depósito por aerosol

La técnica consiste en producir una nube muy tenue de una solución acuosa en la cual van disueltas las sales a depositar en una razón estequiométrica adecuada, el aerosol es arrastrado hacia el substrato caliente donde se evapora el solvente y quedan sólo los precipitados secos sobre la superficie (figura 1.2 (a)), donde toma lugar el proceso pirolítico en cuestión, es una técnica sencilla y barata capaz de producir características superconductoras.

Considerando el costo y las propiedades eléctricas de las películas base-Bi, los substratos de SrTiO_3 , LaAlO_3 y MgO han sido los más apropiados. En este trabajo de tesis se utilizó MgO .

1.1.5 Aplicación de espectroscopia de absorción atómica al análisis químico de películas

Con esta técnica se obtiene la composición global de las películas precursoras y de las superconductoras. La espectroscopia de absorción atómica es una técnica de soluciones, por lo que la película depositada se remueve, se pesa, se disuelve y se afora a un volumen conocido para realizar el análisis. De los valores de las respuestas medidos se obtienen los moles n_{Bi} , n_{Pb} , n_{Ca} , n_{Cu} , de Bi, Pb, Ca y Cu respectivamente en la película candidata a superconductora.

1.1.6 Aplicación de materiales superconductores

La superconductividad se utiliza en diversos campos de la tecnología. A continuación se mencionan algunas aplicaciones.

1. Generación de campos magnéticos intensos. Se aplica a la fabricación de sistemas de transportes masivos levitados, esto es, en trenes que flotan sobre sus rieles sin tener fricción con ellos, alcanzando velocidades de 320 k/h a 500 k/hr. Existen prototipos fabricados en Japón y Alemania llamados MAGLEV.
2. Fabricación de alambres superconductores. Se utilizan en magnetos de baja potencia, generadores eléctricos compactos, antenas, motores y cables de conducción de energía eléctrica. Se abre la posibilidad de la transmisión de energía eléctrica desde los centros de producción, como presas o reactores nucleares, hasta los centros de consumo, sin pérdida de ningún tipo en el trayecto.

3. Electrónica. En esta área tenemos la fabricación de supercomputadoras extremadamente veloces. En EE.UU. se está desarrollando una bomba electrónica.
4. Cintas. Son utilizadas donde se requieren longitudes grandes de material como magnetos de alta potencia, motores, generadores.
5. Películas delgadas superconductoras. Se utilizan para fabricar dispositivos de microondas pasivos y activos, filtros detectores ópticos, dispositivos (SQUID), dispositivos de estado sólido. En medicina se utilizan Squids o magnetómetros para obtener magnetoencefalogramas. Una de las primeras aplicaciones de la superconductividad fue el uso del espectrómetro de resonancia magnética o MRI, permite ver el corazón de un paciente sin tener que hacer disecciones en la piel o introducir sondas en él. Detecta de manera muy precisa las señales eléctricas del corazón.

1.2 Diseño experimental

En el trabajo experimental, así como en el campo industrial generalmente se necesita optimizar una respuesta, conocer el comportamiento de un proceso o un sistema o asegurar la calidad de un producto. Por ejemplo: en el área de investigación, y particularmente hablando de materiales superconductores base Bi, uno de los problemas a resolver es conocer la interrelación entre las tres fases superconductores del sistema, durante la obtención de las mismas.

En el campo industrial, por ejemplo, se puede citar la necesidad de mejorar el procedimiento de materiales cerámicos.

El proceso o sistema bajo estudio se puede representar a través del modelo mostrado en la figura 1.3.

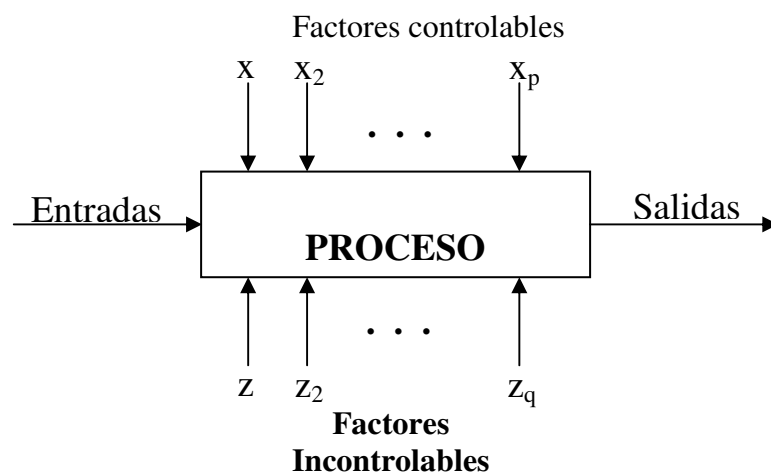


Figura 1.3 Proceso o sistema bajo estudio.

El proceso o sistema se puede visualizar como una combinación de máquinas, métodos, personas u otros recursos que transforma alguna entrada en una salida que tiene una o más respuestas observables. Un proceso o sistema puede considerarse como una caja negra a la cual ingresan diversas variables que interactúan para producir un resultado. Las variables que ingresan al proceso se denominan variables de entrada, y el resultado, variable de salida.

Los ingenieros y científicos están con más frecuencia enfrentados a dos situaciones de desarrollo de productos o procesos. Los términos producto y proceso se pueden usar indistintamente en lo que sigue. Una primera situación de desarrollo es encontrar el nivel de un parámetro que mejore alguna característica de desempeño a un valor óptimo o al menos aceptable. Los métodos de diseños de experimentos son importantes en el desarrollo de diseños en productos y servicios nuevos, en hacer mejoras en los productos existentes, en el desarrollo de procesos de manufactura y el mejoramiento de procesos y se usan generalmente para estudiar el desempeño de procesos y sistemas.

Algunas de las variables del proceso son controlables, mientras que otras no.

Cuando se tienen varias variables en el proceso, surgen las siguientes preguntas.

- a) ¿Cuáles variables ($x_1, x_2, \dots, x_p$) tienen mayor influencia en la respuesta (y)?
- b) De las variables x 's que influyan en y , ¿cuáles son los valores que proporcionan el valor más cercano al deseado en la respuesta (y)?
- c) De las variables x 's que influyan en y , ¿cuáles son los valores que minimizan los efectos de las variables no controlables z 's?

Para resolver estas preguntas surge la necesidad de realizar un diseño experimental.

1.2.1 Breve historia del diseño experimental estadístico

El desarrollo moderno del diseño experimental estadístico tiene tres épocas importantes en su historia. La época agrícola que tiene sus orígenes en los trabajos de Sir Ronald Aylmer Fisher, matemático y biólogo británico, nacido en Londres el 17 de febrero de 1890 y fallecido en Adelaida, Australia, el 29 de julio de 1962, quién sentó la base de la teoría del diseño y que a la fecha se encuentra bastante desarrollada y ampliada. En 1912, se graduó por la Universidad de Cambridge. En 1919, comenzó a trabajar en la Estación Agrícola Experimental Rothamsted en Londres, Inglaterra, donde realizó trabajos estadísticos relacionados con la reproducción de plantas. Desarrolló técnicas para obtener mayor cantidad de información útil a partir de muestras de datos más pequeñas, introdujo

los tres principios básicos que son: réplicas, aleatorización y formación de bloques en la recogida de muestras y el análisis de la varianza o análisis multivariacional. Fisher estuvo a cargo de la estadística y del análisis de datos en la Estación Agrícola Experimental Rothamsted en Londres, Inglaterra. Fisher fue quien desarrolló por primera vez el análisis de variancia como herramienta primaria para el análisis estadístico en el diseño experimental.

En 1920 R. A. Fisher desarrolló los métodos clásicos del diseño de experimentos, que consiste en una variedad de técnicas estadísticas desarrolladas con rigor matemático.

En 1925, publicó su metodología estadística en *Methods for Research Workers*.

En 1930, trasladó sus investigaciones al campo de la genética en *The Genetical Theory of Natural Selection*, que resume sus puntos de vista sobre la eugenesia y el papel de control que ejercen los genes sobre los caracteres dominantes, y en el que considera la selección como la fuerza directriz de la evolución, más que la mutación.

A pesar de que Fisher fue el pionero, muchos otros han contribuido de manera significativa a las publicaciones sobre el diseño de experimentos. Entre ellos pueden encontrarse F. Yates, G.E. P. Box, R. C. Bose, O. Kempthorne y W. G. Cochran.

Muchas de las primeras aplicaciones de los métodos del diseño experimental se iniciaron en el área de la agricultura y ciencias biológicas. Como resultado de ello, gran parte de la terminología proviene de estos antecedentes agrícolas. Sin embargo las primeras aplicaciones industriales del diseño experimental se hicieron en la década de los 30's, es donde da inicio la segunda época, llamada época industrial de la industria textil y de la lana británica. Después de la segunda Guerra Mundial, los métodos del diseño experimental se introdujeron en las industrias químicas y de transformación de Estados Unidos y Europa. Estos grupos industriales siguen aplicando el uso del diseño experimental en el desarrollo de productos y procesos. La industria de los semiconductores y la electrónica se ha servido del considerable éxito de los métodos del diseño experimental. Box y Wilson, desarrollaron la metodología de superficies de respuesta (MSR), basados en dos características de los experimentos industriales que había necesidad de resolver, immediatez y secuencialidad, de 1930 a 1960, la MSR y otras técnicas de diseños se generalizaron en las industrias químicas y de procesos. En este periodo fue George Box quien lideró su aplicación de los diseños de experimentos, claro con la limitante de falta de capacitación de personal, falta de recursos de computación incluido software.

En 1970, con el interés creciente en la industria occidental en el mejoramiento de la calidad, aparece la tercera época del diseño estadístico. El trabajo de Genichi Taguchi, fue importante en el sentido que aumento el interés y el uso de los experimentos diseñados. Taguchi propuso diseños altamente fraccionados y otros arreglos ortogonales junto con algunos métodos estadísticos nuevos para resolver estos problemas.

Genichi Taguchi en Japón estudió un método mediante el cual se mejoraría la eficiencia de la experimentación, con técnicas que están relacionadas con arreglos ortogonales en el diseño de experimentos, sin requerir para ello de profundos conocimientos matemáticos.

Según G. Taguchi: “la calidad es la mínima pérdida que un producto (o proceso) causa a la sociedad a partir del momento en que es embarcado desde la fábrica”.

El Dr. Taguchi es reconocido por tres aportaciones principales al campo de la calidad:

1. La función de pérdida
2. Los arreglos ortogonales y las gráficas lineales
3. El concepto de robustez

En la década de los 80's, Taguchi popularizó la aplicación de la función cuadrática de pérdida. Taguchi motiva el uso de las funciones de pérdida al sugerir que un producto no causa pérdida solo si su característica de calidad alcanza el valor objetivo o nominal.

El nivel de calidad de los productos japoneses en la actualidad es óptimo, comparable al de países como Alemania o Inglaterra. Los japoneses han tenido éxito en el desarrollo de métodos de control estadístico de calidad, en particular en control estadístico de procesos y diseño de experimentos y los han empleado para aventajar a sus competidores. Esto ha despertado el interés hacia el modelo japonés en la competencia calidad/precio, que se da a nivel mundial. El diseño experimental utiliza técnicas como la regresión múltiple, la superficie de respuestas y varias extensiones de análisis de varianza, para su análisis.

1.2.2 Conceptos básicos del diseño experimental

1) ¿Qué se entiende por “diseño experimental”?

El diseño experimental es una prueba o una serie de pruebas, en las que se inducen cambios deliberados en las variables de entrada de un proceso o sistema, de manera que sea posible observar e identificar las causas de los cambios en la respuesta de salida. Por lo tanto, el diseño experimental es la planeación de un experimento de manera que se reúna

información del problema que se estudia para poder tomar decisiones correctas. Es la secuencia completa de pasos ordenados para planear el experimento y asegurar que se obtendrán los datos apropiados que puedan analizarse objetivamente con métodos estadísticos que conduzcan a deducciones válidas y objetivas respecto al problema establecido.

De las herramientas estadísticas, el modelo de diseños de experimentos es importante en apoyo a la investigación, pues si el diseño ha sido correctamente elegido se dispondrá de una gran cantidad de información y no se requerirá de un análisis de datos elaborado, mientras que si el diseño es pobre aunque se realice un análisis muy completo, no se podrá extraer mucha información. Para realizar un experimento es necesario utilizar un enfoque científico para planearlo y así obtener mayor eficiencia posible.

Los investigadores realizan experimentos en todos los campos del saber, por lo general para descubrir algo acerca de un proceso o sistema en particular, actualmente las aplicaciones son múltiples, especialmente en la investigación de las ciencias naturales, ingeniería, laboratorios y casi todas las ramas de las ciencias sociales.

2) Necesidad de un diseño experimental

En un mundo tan cambiante y teniendo en cuenta el avance de la ciencia y la tecnología, el hombre busca en el presente y futuro optimizar procesos, recursos, servicios, etc.

Optimizar.- Es sinónimo de buscar lo mejor, también de alcanzar la ganancia máxima o tener la pérdida mínima, cabe mencionar que los procedimientos matemáticos juegan un papel primordial en las técnicas de optimización, los científicos en especial los matemáticos, generalmente investigan problemas de optimización donde se requiere encontrar puntos extremos, máximo, mínimo o un valor ideal.

El diseño de experimentos permite optimizar la información generada acerca del sistema o proceso, en relación con los objetivos planteados, también es la aplicación del método científico para generar conocimiento acerca de un sistema o proceso, el diseño de experimentos es una herramienta, que permite lograr la máxima eficiencia de los procesos o sistemas con el mínimo costo.

La búsqueda de combinaciones óptimas de las variables de entrada da lugar al diseño experimental, de donde surgen preguntas de una investigación o estudio de un proceso, sistema o suceso como las siguientes:

1. ¿Cuáles son las variables que se van a analizar?
2. ¿Qué factores afectan las variables que se van a analizar?
3. ¿Cuáles de esos factores se estudiarán en esta investigación?
4. ¿Cuántas veces debería ejecutarse el experimento básico?
5. ¿Cuál sería la forma de los análisis?
6. ¿A partir de qué valor se considera importante un efecto?
7. ¿Cómo optimizar la respuesta o respuestas?
8. ¿Cómo conocer el comportamiento de un proceso o sistema?
9. ¿Cómo asegurar la calidad de un producto o servicio que sale al mercado?

Estas preguntas son sólo una pequeña muestra de lo que puede formularse, esto nos hace pensar en la necesidad de implementar un diseño experimental, será evidente que debe meditarse ampliamente la etapa de planeación de cualquier investigación experimental.

La necesidad de estudiar conjuntamente varios factores (diseños factoriales) obedece principalmente a dos razones:

1. Se requiere encontrar un modelo que describa el comportamiento general del fenómeno en estudio. Esto está restringido a la región de exploración o sea al rango de variación de los niveles de los factores.
2. Se requiere optimizar las respuestas o variables dependientes. Esto es, encontrar la combinación de niveles de los factores que produzcan un valor óptimo de la variable dependiente.

3) El propósito de un diseño experimental

El propósito general de un diseño experimental es proporcionar métodos que permitan obtener la mayor cantidad de información válida acerca de una investigación. Sin embargo, también es importante que el diseño o programa de prueba sea tan simple como sea posible. Además, la investigación debe ser lo más eficiente posible. Esto es, debe hacerse todo esfuerzo para ahorrar tiempo, dinero, personal y material experimental.

Afortunadamente, la mayoría de los diseños estadísticos simples, no sólo son fáciles de analizar sino también son eficientes en el sentido económico y estadístico.

La industria mexicana requiere de métodos de manejo sencillo y al mismo tiempo que sean altamente efectivos y no incrementen los costos de producción.

Los propósitos particulares y generales de un diseño experimental deben ser claros y precisos. Si el caso lo requiere se deben jerarquizar los propósitos y se debe tener cuidado en la selección de los verbos que describen la acción que se pretende llegar, a continuación mencionamos algunos de los propósitos que pudieran ser, en un caso particular o general.

1. Que los procesos tengan una variación o desviación mínima de las especificaciones requeridas.
2. Encontrar la mejor combinación de variables y niveles en el proceso.
3. Estudiar si el utilizar un determinado tratamiento produce una mejora en el proceso o no.
4. Determinar las principales causas de variación en la respuesta.
5. Encontrar las condiciones experimentales con las que se consigue un valor óptimo en la variable de interés o respuesta.
6. Obtener un modelo estadístico-matemático que permita hacer predicciones de respuestas futuras.
7. Proporcionar métodos que permitan obtener la mayor cantidad de información válida acerca de la investigación, teniendo en cuenta el factor costo.
8. La optimización de un proceso o sistema al mismo tiempo que reducir costos.
9. La confirmación (¿el sistema se comporta de la misma manera ahora que en el pasado?)
10. Descubrimiento (en un proceso qué ocurre si se exploran nuevos materiales, variables, condiciones de operación, etc.).
11. Estabilidad (encontrar las condiciones de las variables bajo las cuales la respuesta de interés es la deseada).

4) Principios básicos del diseño experimental

Hay tres principios básicos del diseño experimental: repetición, aleatorización y análisis de bloques. La validez del análisis de los datos se apoya fuertemente en estos principios.

Repetición.- Es la reproducción o réplica del experimento básico. La repetición tiene dos propiedades importantes: La primera es la estimación del error experimental, que se convierte en una “unidad básica de medida” para indicar si las diferencias observadas en los datos son estadísticamente diferentes o para determinar la amplitud de un intervalo de

confianza, siendo tal estimación más confiable a medida que aumenta el número de repeticiones; la segunda propiedad permite al experimentador calcular una estimación más precisa del efecto medio de cualquier factor en el experimento.

El error experimental describe el fracaso de llegar a resultados idénticos con dos unidades experimentales tratadas idénticamente, es decir, cuando se realizan varias corridas experimentales y dentro de lo posible se mantienen las mismas condiciones experimentales, se obtiene que las observaciones resultantes no son idénticas. Las fluctuaciones entre resultados se llaman ruido, variación experimental o error experimental.

El error experimental en cada situación particular refleja: 1) errores de experimentación, 2) errores de observación, 3) errores de medición, 4) la variación del material experimental (esto es, entre unidades experimentales) y 5) los efectos combinados de todos los factores extraños que pudieran influir las características en estudio.

El error experimental se puede reducir utilizando una o más de las técnicas siguientes: 1) utilizar material experimental más homogéneo, 2) utilizar información proporcionada por variables aleatorias relacionadas, 3) tener más cuidado al elegir el experimento, 4) utilizar un diseño experimental más eficiente.

La unidad experimental o el experimento básico lo forman los objetos, individuos, material, intervalos de espacio o tiempo a los que se les aplica el tratamiento (que puede ser una combinación de muchos factores) y donde se mide y analiza la variable que se investiga. Algunos ejemplos de unidades experimentales en diferentes áreas son:

En informática: páginas web, ordenadores, buscadores de internet.

En medicina: individuos humanos o animales.

En agricultura: parcelas de tierra.

En la industria: trabajadores, máquinas, materia prima.

De acuerdo a su comportamiento el error experimental se clasifica en:

1. Error inherente.- Si tiende a seguir un patrón consistente después de varias corridas experimentales. Este error se puede atribuir al operador, a la materia prima, a la maquinaria, a la hora del día, etc. Para contrarrestarlo se utiliza la aleatorización y el control local.
2. Error aleatorio.- Si tiende a cambiar de una corrida a otra. Este error se atribuye a causas inevitables y su valor promedio es cero. Para minimizar este error se utiliza el principio de repetición.

Aleatorización.- Se entiende que tanto la asignación del material experimental como el orden en que se realizan las pruebas individuales o ensayos se determinan al azar con el propósito de asegurar que un determinado tratamiento no presenta desviación a la naturaleza del tratamiento. La aleatorización confirma la suposición de que las observaciones (o los errores) en los métodos estadísticos son variables aleatorias con distribuciones independientes. También ayuda a “cancelar o reducir” los efectos de factores extraños que pudieran estar presentes, e incluso ignorados por el experimentador. A su vez da validez a la evaluación, interpretación y conclusión de los resultados.

Existen situaciones en las que una aleatorización completa es imposible o antieconómica. El estadístico, por lo tanto, debe adoptar una posición flexible ante una aleatorización completa o sistemática según sea el caso. Es importante que el experimentador le de el valor apropiado a la aleatorización. Cualquier experimento requiere algún grado de aleatorización para la mayoría de los análisis estadísticos. Claramente, una posición intermedia entre los dos extremos de completa aleatorización o un diseño estrictamente sistemático, es muchas veces más realista. Una vez que el experimentador y el estadístico reconozcan los problemas de ambos podrán encontrar un plan conciliatorio mutuamente satisfactorio.

Análisis por bloques.- Es una técnica que se usa para incrementar la precisión del experimento, de manera que se reduzca el error experimental y así hacerlo más sensible a cualquier prueba de significación. Un bloque es una porción del material experimental que es más homogéneo que el total del material. La función o propósito del análisis por bloques es hacer al diseño experimental más eficiente, es decir, el control local (análisis por bloques) hace más sensible cualquier prueba de significancia o hace más poderosos a los procedimientos de prueba. Este aumento de eficiencia (o sensibilidad o potencia) resulta porque el uso adecuado del control local reducirá la magnitud de la estimación del error experimental.

5) Factores, niveles de factor

En la mayoría de las investigaciones, el investigador trata con más de una variable independiente y con los cambios que ocurren con la variable dependiente, cuando varía una o más de las variables independientes. Existen diversas clasificaciones de las variables y algunas de ellas son las siguientes.

Variables de interés primario.- Son aquellas que permiten medir en forma directa los aspectos fundamentales del estudio, en nuestro caso particular la composición de la película superconductora.

Variables sustitutas.- Cuando no se pueden medir las variables de interés primario, por motivos éticos, tecnológicos o de tiempo, éstas se sustituyen por otras que sean equivalentes o que estén relacionadas fuertemente con las de interés primario.

Variables auxiliares.- Son aquellas que proporcionan información adicional al proceso estudiado, a pesar de no ser fundamentales.

La mayoría de los escritores usan las letras mayúsculas latinas (A, B, C, etc.) para representar factores. Y para los niveles usan números (1,2,3, etc.) o “+” y “-“ según sea el caso. El investigador generalmente se interesa en los resultados experimentales (observaciones de las variables dependientes). A los valores nominales escogidos para realizar los ensayos se llaman niveles del factor, es decir, cuando se permite que uno o varios factores varíen, estos diversos valores, o clasificaciones de factores, se conocen como niveles de los factores

6) Selección de factores, niveles e interacciones a evaluar

La determinación de qué factores, niveles e interacciones se van a investigar, depende de las características de desempeño del proceso (producto) o respuestas de interés. Por ejemplo, cualquier proceso en ciertos valores puede llegar a realizarse. En todo proceso es necesario especificar las variables que se medirán del fenómeno estudiado, así como sus escalas de medición. Las variables consideradas como causales son las que se van a manipular. Estas están diseñadas de acuerdo con los objetivos planteados donde hay varias variables que pueden interactuar. Las variables a considerar en un diseño deben ser relevantes al problema (por ejemplo composición en un compuesto), por lo que, se pueden seleccionar los niveles adecuados para los factores controlables a través del análisis. Así, pueden diferenciarse como factores, variables o parámetros los siguientes:

- a) Los factores o parámetros que no tienen una influencia significativa sobre la característica objetivo y que podemos cambiar para reducir el costo.
- b) Aquellos parámetros que se emplean para ajustar la media de la característica objetivo a su valor nominal, debido a la gran influencia que tienen sobre dicha media, pero no afectan su variación.
- c) Los parámetros que al controlarlos, nos permiten colocar la variación en un

nivel mínimo.

Se puede hacer uso de varios métodos para determinar cuales factores, niveles e interacciones se incluirán en el experimento inicial. Estos son:

Tormenta de ideas.

Diagramas de flujo (especialmente para procesos)

Diagramas causa - efecto.

La tormenta de ideas es una actividad que permite conjuntar a un grupo de gente asociada con el problema particular y solicitar su consejo relacionado a la investigación. Aquí es muy importante traer expertos en productos y procesos, así como, gente con experiencia en análisis estadístico, para discutir los factores y la estructura del experimento.

Los diagramas de flujo son particularmente utilizados en la determinación de los factores que afectan los resultados del proceso. Los flujogramas, agregan alguna estructura al proceso pensado y entonces pueden evitar la omisión de factores importantes.

El diagrama Causa - Efecto inicia con el efecto básico que nos interesa investigar y se desarrolla hacia las causas que pueden ser las que lo originan. Causas primarias, secundarias y hasta terciarias son ramificadas partiendo del tronco principal del “árbol de efectos”. El ciclo de mejoramiento continuo exige encontrar la(s) causa(s) raíz.

7) Tratamientos y combinaciones de tratamientos

Para el estadístico, la palabra tratamiento (o combinación de tratamiento) implica el conjunto particular de condiciones experimentales que deben imponerse a una unidad experimental, dentro de los confines del diseño seleccionado.

En una unidad experimental se pueden variar diferentes factores. Los factores pueden ser procedimientos, procesos, materiales, etc., y cuyos efectos se van a medir y comparar.

Algunos ejemplos de factores en diferentes áreas son:

En agronomía.

1. Cantidad de determinados fertilizantes o nutrientes que necesita el sembrado.
2. Profundidad de la siembra.
3. Distanciamiento entre plantas, variedades de un cultivo, etc.

En zootecnia.

1. Sexo y raza de animales.

2. Cantidad de leche suministrada a becerros novillos.

En psicología y sociología: Un tratamiento se puede referir a.

1. Edad.
2. Sexo.
3. Altura de individuos.
4. Nivel educativo de las personas

En un experimento es conveniente tener un testigo. Testigo es el tratamiento de comparación adicional. La elección del tratamiento testigo es de gran importancia en cualquier investigación, este se constituye como referencial del tratamiento y sirve para la comparación de los tratamientos en prueba.

8) Efectos e interacciones

Una vez establecido el diseño experimental que se va aplicar, el análisis estadístico de los datos permite identificar los factores del proceso que afectan más a una respuesta deseada, a través del cálculo de efectos principales e interacción entre ellos, cuando existen.

El efecto principal de un factor es una medida del cambio promedio en la variable-respuesta correspondiente a cambios en el nivel de un factor promediado sobre todos los niveles de los otros factores, es decir un cambio en el factor A del nivel a_1 al nivel a_2 causa un cambio promedio en la respuesta llamado efecto principal del factor A. El efecto principal se obtiene de la diferencia entre la respuesta promedio para el nivel más alto de la variable menos la respuesta promedio para el nivel mínimo. Cuando la diferencia en respuestas entre los factores de un nivel A no es la misma a todos los niveles del factor B, entonces se tiene una interacción entre A y B; al incremento que se origina se llama efecto de interacción.

Una interacción es una relación o dependencia entre dos o más factores (relación de efecto colectivo). Es decir, la interacción es un efecto adicional debido a la influencia combinada de dos (o más) factores. En general cuando el efecto de interacción es muy grande, los efectos principales correspondientes tienen escaso significado práctico.

El efecto de las interacciones se estudia igual que en el caso de los factores. Los niveles para una interacción están determinados por los niveles individuales de los factores que en ella actúan. Se pueden estimar todos los efectos involucrados en el diseño en estudio y a su vez puede existir una jerarquización en el sentido de la importancia de los

efectos. Por ejemplo la importancia de los efectos principales tiende a ser mayor que la interacción de dos factores, que a su vez tiende a ser mayor que la de la interacción de tres factores y así sucesivamente. A menudo las interacciones de orden mayor resultan insignificantes y puede prescindirse de ellas (generalmente en diseños factoriales fraccionados).

9) Grados de libertad

Para un factor podemos pensar en los grados de libertad como el número de comparaciones independientes que es necesario hacer entre los diferentes niveles para conocer cuál es la mejor elección.

Denotaremos por $G.L(A)$ los grados de libertad asociados con un factor A y los calculamos como sigue:

$$G.L(A) = \text{Número de niveles del factor A} - 1.$$

Es decir, si consideramos “n” niveles para estudiar el efecto del factor A, entonces.

$$G.L(A) = n - 1.$$

Los grados de libertad de la interacción de los factores A y B se calculan mediante:

$$G.L(A \times B) = G.L(A) \times G.L(B).$$

Si consideramos el factor A con “n” niveles y el factor B con “m” niveles para su estudio, entonces $G.L(A \times B) = (n - 1)(m - 1)$.

En el caso de las interacciones los grados de libertad se interpretan como el número de comparaciones independientes necesarias para saber si las interacciones son débiles medias o fuertes.

En un arreglo ortogonal los grados de libertad son una medida de la cantidad de información que podemos obtener al utilizarlo y están relacionados con los grados de libertad de los factores (columnas) dentro del mismo.

Los grados de libertad de un arreglo ortogonal se calculan como:

$$G.L(AO) = 2(d - 1) + \sum_{i=1}^d f_i(l_i - 1) \quad \dots(1)$$

donde:

AO es el arreglo ortogonal

d es el número de grupos de factores con cantidad distinta de niveles

f_i es el número de factores con l_i niveles.

Por ejemplo en el arreglo $L_{16} (2^{15})$ se tiene $d = 1$ pues todos los factores tienen dos niveles, por lo tanto:

$$G.L. (L_{16} (2^{15})) = 2(1 - 1) + 15(2 - 1) = 15.$$

En el arreglo $L_{18} (2^1 \times 3^7)$ $d = 2$ pues hay dos grupos de factores con número distinto de niveles, de hecho se tiene un solo factor con dos niveles y siete factores con tres niveles, por lo tanto:

$$G.L. (L_{18} (2^1 \times 3^7)) = 2(2 - 1) + 1(2 - 1) + 7(3 - 1) = 17.$$

Arreglos ortogonales (OA, por sus siglas en inglés).

10) Arreglo ortogonal

El origen del desarrollo del arreglo ortogonal se atribuye a Sir R. A. Fisher de Inglaterra. Sus primeros esfuerzos al aplicar arreglos ortogonales fueron para controlar el error experimental. El doctor Taguchi adoptó el uso del arreglo ortogonal para determinar el efecto de un factor en el resultado promedio y la variación alrededor de este valor.

Los arreglos ortogonales (también llamados balanceados, separables o no mezclados) son una herramienta útil para la obtención de datos, además nos permite saber si alguno de los factores causa variación en la característica objetivo, y si es así qué tan grande es el efecto de esta variación, usando esta técnica podemos asignar fácil y rápidamente un gran número de factores (aún con diferente número de niveles) así como las interacciones de interés a un pequeño número de experimentos.

Ortogonalidad.- Significa que los factores se pueden evaluar independientemente uno de otro, es decir, el efecto de un factor no afecta la estimación del efecto de otro factor. Proveer de ortogonalidad al experimento es balancearlo: un número igual de muestras bajo las diversas condiciones de los tratamientos.

Notación

Cada arreglo ortogonal se denota mediante la forma general $L_R (n^K)$ donde:

R es el número de corridas experimentales

n es el número de niveles para cada factor

K es el número de factores bajo estudio

Por ejemplo el arreglo $L_8 (2^7)$ contiene 7 factores o interacciones (columnas) a 2 niveles que pueden estudiarse con 8 corridas.

En el contexto de matrices experimentales, ortogonal significa estadísticamente independiente. En la tabla 1.2 se muestra el arreglo ortogonal $L_8 (2^7)$. Observemos que en cada columna de un arreglo ortogonal se tiene el mismo número de ocurrencias para cada nivel del factor. Ahora para cada par de columnas se observa que, para cada nivel de una columna cada nivel de la otra aparece un número igual de veces. Por ejemplo para las columnas 1 y 3 en la tabla 1.2.

El poder real al utilizar un arreglo ortogonal (OA) es su habilidad para evaluar varios factores con un mínimo de pruebas. Este es considerado un experimento eficiente puesto que se obtiene mucha información con solo unas pocas pruebas.

Arreglos ortogonales (OA_s, por sus siglas en inglés).

Tabla 1.2 Arreglo ortogonal $L_8 (2^7)$.

	FACTOR						
CORRIDA	A	B	C	D	E	F	G
1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2	2
3	1	2	2	1	1	2	2
4	1	2	2	2	2	1	1
5	2	1	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1	2	1
7	2	2	1	1	2	2	1
8	2	2	1	2	1	1	2

Selección de un arreglo ortogonal

La selección de cual arreglo ortogonal se usará depende de dos aspectos:

- El número de factores e interacciones de interés.
- El número de niveles para los factores de interés.

Estos dos aspectos determinan el total de grados de libertad requeridos para el experimento completo, fraccionado o saturado según sea el caso.

Los mínimos grados de libertad requeridos en el experimento es la suma de todos los grados de libertad tanto de los factores como de las interacciones.

Matriz de manejo

Un diseño de matriz facilita el manejo de los datos. La matriz del diseño es la relación que define el valor que deben tomar los factores en cada una de las corridas a realizar en el diseño, o la relación de condiciones experimentales para realizar un diseño cualquiera que este sea. El número de corridas experimentales viene delimitado por el número de factores considerados. Es importante notar que no hay dos condiciones experimentales repetidas, ni tampoco falta ninguna combinación posible de los niveles de los factores del diseño en estudio, hablando de diseños factoriales completos. En general la matriz se escribe con variables codificadas (“-”, “+”), (0,1,2...), (etc...), existen varias notaciones diferentes que se utilizan para representar los niveles de los factores. Por ejemplo, se indica con un “-” cuando la variable debe tomar el nivel bajo (valor nominal bajo) y con un “+” cuando la variable debe tomar el nivel alto (valor nominal alto).

Esta matriz para el diseño 2^K factorial se encuentra en orden estándar cuando la primera columna consiste de series de signos - y + sucesivos, la segunda columna de pares de signos - y + sucesivos, la tercera columna de cuatro signos - seguidos de cuatro signos + sucesivamente y así hasta que la k-ésima columna que consiste de 2^{K-1} signos - seguidos de 2^{K-1} signos +.

El importante considerar estas propiedades.

1. Cualquier columna por ella misma es la I. $AA = I$.
2. Cualquier columna por I es la columna original $AI = A$.
3. Propiedad asociativa. $(AB)C = A(BC)$.
4. Propiedad conmutativa. $AB = BA$.

Existen arreglos ortogonales más grandes que se utilizan principalmente en estudios de simulación pero su manejo y análisis es más complejo.

11) Medición

Es importante determinar el proceso de medición, cualquier proceso de medición que proporciona datos continuos está limitado por la precisión del instrumento de medición utilizado. Las medidas reales son teóricas y representan datos continuos.

La captación de datos

Respuesta.- Es el nombre que se le da a la característica estudiada. En la práctica es común que se estudien varias respuestas como consecuencia de un solo diseño, aplicando un análisis estadístico. La estadística, es la ciencia de recolectar, organizar, analizar e interpretar información; en plural, son números obtenidos de un conjunto o colección de informaciones.

Es importante saber relacionar los resultados de un experimento con números reales; ya que cuando los resultados pueden asociarse con números reales, son más fáciles de analizar. Al hecho de asociar los resultados de un espacio muestral de un experimento con números reales únicos se le llama variable aleatoria. Es una regla o función que se asigne un único número real a cada resultado de un espacio muestral en un experimento. Esta regla o función se denota como una función (Y,Z,W, etc.) que asocia una relación de valores estudiados, por ejemplo una botella de agua con su contenido en cm^3 . La función (Y,Z,W, etc.) convierte la muestra de observables (botellas de agua) en números reales (contenido en cm^3), que se pueden tratar matemáticamente.

Esta información, números o datos los podemos obtener de una población o muestra.

Una población.- Es el total de información o de los objetos de interés para un estadístico en una investigación particular. Dicho de otra forma, las unidades producidas y las que conceptualmente pueden producir un proceso en estado de control son un ejemplo de lo que estadísticamente se conoce como población.

Una muestra.- Es cualquier subconjunto de una población. Por ejemplo un conjunto de “n” películas, botellas, parcelas, alumnos, etc., seleccionados aleatoriamente de entre la población constituye una muestra aleatoria de dicha población.

Los datos pueden clasificarse en dos categorías generales cuantitativos y cualitativos.

Los datos cuantitativos se refieren a información numérica, como cuánto o cuántos y se mide en una escala numérica.

Los datos cualitativos representan una categoría o atributos que pueden clasificarse según un criterio o cualidad.

Los datos consistentes en números se pueden clasificar en términos cuantitativos o cualitativos, dependiendo de cómo se usen.

Los datos cuantitativos pueden clasificarse como discretos o continuos. Los datos, que generalmente se utilizan en diseños de experimentos, son continuos, es decir, pueden asumir un número infinito de valores en un rango dado; y son discretos los que pueden asumir solamente valores tales como “bueno” o “malo”; “defectuoso” o “no defectuoso” etc; aunque para propósito de análisis pueda etiquetarse uno de los resultados con el número “0” y el otro con el “1”. Existen varias formas de captar la información: interrogatorios, observaciones, exploraciones físicas, pruebas de laboratorios o gabinete, etc. En cada caso se selecciona el instrumento más adecuado para asegurarse de la validez y eficacia de dicho proceso u obtención, requiriendo de una cuidadosa atención en la información obtenida. Esto se realiza a través de un seguimiento y diferentes procedimientos, y se hace un registro de los datos. También se toma en cuenta cómo van a ser administrados los instrumentos. Una vez obtenida la información es necesario ordenar, clasificar y agrupar los resultados de cada medición en función de criterios pertinentes al objeto de investigación. Cuando sea conveniente se puede realizar un estudio piloto, previo a la investigación, que es una prueba en un grupo pequeño de unidades, con la finalidad de determinar su validez, fallas y eficacia.

Los datos que generan los diseños experimentales, pueden tener efectos lineales y aditivos, lo que facilita su manejo, pero también pueden generar datos del tipo no lineal y con interacciones. Haciendo referencia a las interacciones, un objetivo de los métodos estadísticos es asegurar que estén tan planeadas y los datos resultantes estén tan analizados que la convergencia sobre una solución sea alcanzada segura y rápidamente, por lo que es importante tener cuidado en la lección de los niveles a estudiar respecto a su factores.

En caso que el análisis por realizar sea complejo, conviene que la información sea procesada por medio de computadoras. Para facilitar este proceso existen varios paquetes comerciales, como son el SPSS (Statistical Package for Social Science), el SAS (Statistical Analysis System), etc.

Una réplica ocurre cuando se realizan 2 o más corridas experimentales bajo las mismas condiciones. También se pueden llevar a cabo 2 o más réplicas de todo el diseño, ya sea, completo, fraccionado o saturado. Para llevar a cabo el análisis estadístico, y obtener cálculos y conclusiones fidedignas, será necesario un mínimo de dos réplicas ($n \geq 2$). Al analizar los resultados se considera la media de las réplicas como la única respuesta, y se procede a calcular los efectos como si sólo se hubiese experimentado una vez bajo cada condición y el resultado hubiese sido precisamente esa medida.

El papel del experimento estadístico es determinar la influencia que tienen estos factores sobre la respuesta de salida del sistema.

12) Análisis e interpretación de la información

Una vez que se ha recabado la información es necesario ordenarla, clasificarla y agrupar los resultados conforme a criterios pertinentes al objeto de investigación.

Ejemplo duración de tratamiento, etc. Posteriormente se debe determinar el significado estadístico de las diferencias entre los grupos comparados, en lo que respecta a las variables que representan el resultado.

Se aplican las herramientas de análisis estadístico, eligiendo las más adecuadas al problema a resolver, en el análisis de los resultados obtenidos en la experimentación práctica e interpretación de la información.

13) Procedimiento recomendado para aplicar un diseño experimental

Como un procedimiento recomendable se sugiere lo siguiente:

1. Reconocimiento y planteamiento del problema. Aunque parece ser un punto obvio, en la práctica no siempre es fácil darse cuenta de que existe un problema que requiere experimentación. En esta etapa se deben determinar los antecedentes, la importancia, los objetivos, las hipótesis a probar y la revisión de la bibliografía. Es necesario desarrollar todas las ideas sobre los objetivos del experimento. Un establecimiento claro del problema generalmente contribuye significativamente en una mejor comprensión del fenómeno y de la solución del problema. Se debe tener en cuenta: Lugar de ejecución del experimento, tamaño de la unidad experimental, número de repeticiones por tratamiento, equipos e instrumentos a utilizar y métodos de evaluación de los resultados.
2. Elección de parámetros experimentales (factores) y valores en que se variarán (niveles). El investigador debe seleccionar los factores (variables independientes) que se van a investigar en el experimento. En un diseño hay factores potenciales, que son los que posiblemente el experimentador quiera hacer variar en el experimento, éstos a su vez se clasifican en factores que se mantienen constantes y factores a los que se permite variar. Estos últimos generalmente son los que se estudian en el experimento. En cambio los factores constantes pueden tener cierto efecto sobre la respuesta, pero para fines del experimento no son de interés y éstos se mantiene fijos en un nivel

específico. Se debe pensar en cómo se van a controlar estos factores en los valores deseados y cómo medirlos.

3. Selección de una variable de respuesta. Es el nombre que se le da a la característica estudiada. Al seleccionar una respuesta o variable dependiente, el investigador debe estar seguro de que ésta da la información útil acerca del problema en estudio. Es importante mencionar que las respuestas múltiples son frecuentes, en esta etapa, es conveniente tener en cuenta la eficiencia de los instrumentos de medición. Se debe pensar en cómo medir la respuesta y en la probable precisión de estas mediciones.
4. Elección del diseño experimental. Esta etapa es de gran importancia en el proceso experimental. El investigador debe determinar la diferencia en la respuesta verdadera que desea detectar y el tamaño del riesgo que se va a tolerar, en base a ello se debe elegir el tamaño de la muestra. También debe determinar el orden en que se reunirán los datos y el método aleatorio que se empleará. La mayoría de los diseños experimentales son estadísticamente eficientes y económicos, por lo que los esfuerzos para obtener precisión estadística usualmente da como resultado eficiencia económica. También se debe proponer un modelo matemático en el experimento para que se pueda realizar el análisis estadístico de los datos y tener en cuenta que existen diferentes tipos de diseño y se pueden utilizar para resolver el sistema o proceso en estudio. Existen también varios paquetes de software de estadística que apoyan en la solución de diseño experimental, en esta etapa es importante tener en cuenta los objetivos experimentales.
5. Desarrollo del experimento. Este es el proceso de recopilación de datos. El investigador debe observar cuidadosamente el progreso del experimento para asegurar que se está procediendo de acuerdo al plan, son comunes los errores en el procedimiento y esto hace por lo general la invalidez experimental, es recomendable hacer corridas piloto o de prueba para asegurar el experimento. Se debe poner especial atención en la selección aleatoria, medir con exactitud y mantener un ambiente experimental lo más uniforme posible.
6. Análisis de datos. Para analizar los datos experimentales se deben utilizar métodos estadísticos a fin de que los resultados y las conclusiones sean objetivas. La precisión numérica es de gran importancia en este paso, aunque actualmente existen varios paquetes de software desarrollados en apoyo al análisis de datos. Con frecuencia, los métodos gráficos también se utilizan en el proceso de análisis de datos. La ventaja principal de los métodos estadísticos es que agregan objetividad al proceso de toma de

decisiones. Las técnicas estadísticas con el conocimiento científico y el sentido común, llevarán por lo general a conclusiones sólidas.

7. Conclusiones y recomendaciones. Una vez que se han analizado los datos, el investigador puede hacer conclusiones o deducciones de los resultados. Las deducciones estadísticas se deben interpretar físicamente y se debe evaluar el significado práctico de ello: se deben hacer recomendaciones a las deducciones: Para presentar los resultados y conclusiones a otros, el experimentador debe eliminar cuidadosamente el uso de terminología estadística innecesaria y organizar la información lo más simple posible. Una forma muy efectiva de organizar la información es utilizar cuadros y gráficos.

Los diseños estadísticos experimentales permiten utilizar un modelo para predecir los valores de respuesta después de que se han obtenido y analizando los resultados.

Existen varios tipos de diseños estadísticos experimentales y uno de ellos es el diseño factorial, que puede ser completo, fraccional o saturado.

14) Ventajas de los experimentos diseñados estadísticamente

1. Se requiere una estrecha colaboración entre los estadísticos y el investigador o productores científicos con ventajas en el análisis e interpretación de las etapas del programa.
2. Se enfatiza respecto a las alternativas previstas y respecto a la preplaneación sistemática, permitiendo aún la ejecución por etapas y la producción única de datos útiles para el análisis en combinaciones posteriores.
3. Debe enfocarse la atención a las interrelaciones y a la estimación y cuantificación de fuentes de variabilidad en los resultados.
4. El número de pruebas requerido puede determinarse con certeza y a menudo puede reducirse.
5. La comparación de los efectos de los cambios es más precisa debido a la agrupación de resultados.
6. La exactitud de las conclusiones se conoce con una precisión matemáticamente definida.
7. Se elimina el efecto de las variables perturbadoras o extrañas mediante el efecto de la aleatorización.
8. Eficiencia, flexibilidad y manipulación estadística.

9. Control y manipulación de las variables predictorias clarifican la naturaleza de la causa.

15) Desventajas de los experimentos diseñados estadísticamente

1. Tales diseños y sus análisis, usualmente están acompañados de enunciados basados en el lenguaje técnico del estadístico. Sería mucho mejor si el estadístico tradujera tales enunciados en términos significativos para la gente en general. Además, el estadístico no debería subestimar el valor de presentarnos los resultados en forma gráfica. De hecho, siempre debería considerar a la presentación gráfica como un paso preliminar de un procedimiento más analítico.
2. Muchos diseños estadísticos, especialmente cuando fueron formulados por primera vez, se han criticado como demasiados caros, complicados y que requieren mucho tiempo. Tales críticas, cuando son válidas, deben aceptarse de buena fe y debe hacerse un intento honesto para mejorar la situación siempre que no sea en detrimento de la solución del problema
3. Dificultad de disponer de muestras representativas.
4. Dificultad de elegibilidad y manejo de las variables de control.
5. Falta de realismo.

16) Diseño factorial

En el mundo competitivo donde nos encontramos, la adquisición de conocimientos nuevos es un factor clave para el ritmo de crecimiento. La experimentación es uno de los elementos que más pueden contribuir a aumentar ese ritmo. En la industria, las técnicas de diseños y análisis de experimentos se utilizan básicamente en dos áreas: En el diseño o mejora de productos y en el diseño o mejora de procesos, debido a que, tanto los productos como los procesos son tan complejos que cada característica del producto o proceso depende de un número enorme de variables. Existen varios tipos de diseños estadísticos experimentales y uno de ellos es el diseño factorial, que puede ser completo, fraccionado o saturado, generalmente se utilizan cuando se tienen dos o más factores de interés en un experimento. Se entiende por experimento factorial aquel en que se prueban todas las combinaciones posibles de los niveles de los factores en cada repetición del experimento. Estos son diseños en los que los factores varían juntos y se investigan simultáneamente los efectos de cierto número de diferentes factores. Estos diseños se utilizan para estudiar el

efecto conjunto de éstos sobre una respuesta y la optimización de procesos o sistemas principalmente. Los tratamientos constan de todas las combinaciones que pueden formarse de los distintos factores, por ejemplo, si se tiene un experimento con dos factores A con **a** niveles y B con **b** niveles, una réplica o repetición del experimento factorial consta de **ab** observaciones.

Existen varios casos especiales del diseño factorial general que son importantes porque simplifican el análisis del mismo y constituyen la base para otros diseños de gran valor práctico.

Regla de oro de la experimentación

“No invertir nunca el presupuesto en un primer conjunto de experimentos y utilizar en su diseño toda la información previa disponible”.

Una consigna en la experimentación es obtener la máxima información con el mínimo de recursos.

Notación para los diseños factoriales

Para hacer referencia a los diseños factoriales se utiliza la potencia n^k , del tipo n^k . La “**n**” significa que cada factor tomará **n** niveles (**n** valores distintos), y **k** es el número total de factores que incluye la experimentación en un diseño factorial completo. El resultado de elevar n^k nos da el número de corridas experimentales que se deben realizar en el diseño estudiado. Es importante mencionar que también se pueden realizar diseños en los que el número de niveles no sea el mismo para todos los factores, por ejemplo, para estudiar tres factores a dos niveles y dos factores a tres niveles, se tendría un diseño $2^3 3^2$.

Diseño factorial general

Para llevar a cabo un diseño factorial general, se selecciona un número fijo de niveles para cada uno de los factores bajo estudio y el experimento se corre bajo todas las combinaciones posibles. Por ejemplo en un diseño donde hay **a** niveles del factor **A**, **b** niveles del factor **B**, **c** niveles del factor **C**, etc., arreglados en un experimento factorial, habrá en general **abc...n** observaciones totales si se hacen **n** réplicas del experimento completo.

Diseño factorial 2^K

Cuando el número de factores y niveles de interés aumenta, el número de corridas requeridas se incrementa con rapidez. En el diseño factorial 2^K , se estudian k factores cada uno a dos niveles. Estos niveles pueden ser cuantitativos, por ejemplo, dos valores de temperatura, presión o tiempo. También pueden ser cualitativos, por ejemplo, dos máquinas, dos operadores, la ausencia o presencia de un factor. Una réplica completa de tal diseño contiene exactamente $2 \times 2 \times \dots \times 2 = 2^K$ observaciones y se conoce como diseño factorial general 2^K . Este diseño da el número más pequeño de combinaciones tratables con las cuales pueden estudiarse k factores a dos niveles cada uno en un diseño factorial completo. Un análisis estadístico de este diseño 2^K , incluiría k efectos principales y las interacciones de 2, 3, 4 y hasta k factores. Es decir, un diseño completo 2^K , contendría $2^K - 1$ efectos. La combinación de los tratamientos puede escribirse en orden estándar, por ejemplo, el orden estándar de un diseño 2^4 es (1), a, b, ab, c, ac, bc, abc, d, ad, bd, abd, cd, acd, bcd y abcd. Otro ejemplo es 2^5 una combinación de tratamiento es abd, denota que los factores A, B y D en el nivel alto y los factores C y E en el nivel bajo. Como solo hay dos niveles para cada factor, se debe asumir que la respuesta es aproximadamente lineal sobre el rango de los niveles del factor escogido.

En el diseño 2^K , se utilizan diferentes notaciones, como las que se indican a continuación:

- a) La primera es la notación “+, -” llamada “geométrica”. Ver tabla 1.4
- b) La segunda consiste en el uso de letras minúsculas para identificar las combinaciones de tratamientos, ver figura 1.4, figura 1.5 y tabla 1.3
- c) La tercera notación utiliza los dígitos 1 y 0 para denotar los niveles alto y bajo del factor respectivamente, ver tabla 1.3

Tabla 1.3 Diferentes notaciones para el arreglo matricial del diseño 2^3

DIFERENTES NOTACIONES PARA EL ARREGLO MATRICIAL DEL DISEÑO 2^3							
	FACTOR				FACTOR		
CORRIDA	A	B	C	ETIQUETAS	A	B	C
1	-	-	-	(1)	0	0	0
2	+	-	-	a	1	0	0
3	-	+	-	b	0	1	0
4	+	+	-	ab	1	1	0
5	-	-	+	c	0	0	1
6	+	-	+	ac	1	0	1
7	-	+	+	bc	0	1	1
8	+	+	+	abc	1	1	1

Diseño factorial 2^2

El caso más simple del diseño 2^K , es el 2^2 . Este diseño tiene sólo dos factores, A y B, cada uno con dos niveles y se conoce como diseño factorial 2^2 . Da un número pequeño de combinaciones de tratamientos. Los niveles del factor los podemos llamar “inferior” y “superior” o bajo y alto. En un diseño 2^2 , nos interesa estimar los efectos principales y estos se denotan con una letra mayúscula latina, “A” se refiere al efecto del factor A, y “B” al efecto del factor B, y “AB” a la interacción AB, los niveles de A y B que por lo general es bajo y alto se denotan por “-” y “+” respectivamente, en los ejes A y B en una representación geométrica. Entonces “-” en el eje A representa un nivel bajo en la variable A y “+” un nivel alto de la misma; lo mismo para la variable B, “-” en el eje B representa un nivel bajo de la variable B mientras que “+” denota el nivel alto de B. En la figura 1.4, (- -) representa ambos factores en el nivel bajo y se denota por (1), (+ -) representa el factor A en el nivel alto y B en el bajo, denotado por “a”, (- +) representa la combinación de tratamiento el factor A en el nivel bajo y el factor B en el nivel alto, denotado por “b” y (+ +) representa ambos factores en el nivel alto, denotado por “ab”. Dicho de otra forma el nivel alto de cualquiera de los factores en una combinación de tratamientos se denota por letra minúscula correspondiente y el nivel bajo de un factor en una combinación de tratamientos se denota por la ausencia de la letra respectiva. Esta notación es utilizada en los diseños factoriales 2^K . El diseño 2^2 , tiene cuatro combinaciones de tratamiento y se

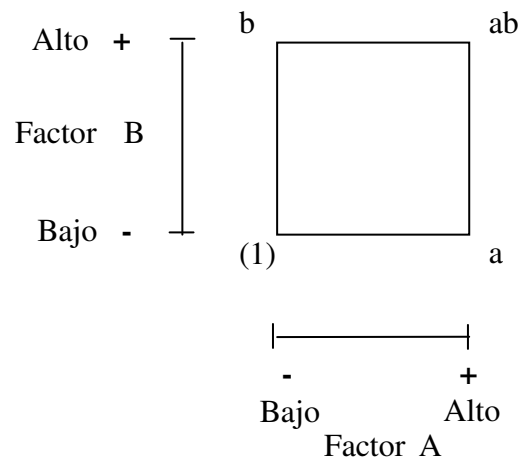


Figura 1.4 Diseño factorial 2^2

representa con letras minúsculas, 1, a, b, ab. En la figura 1.4 se muestra el diseño factorial 2^2 en donde se representan geoméricamente las cuatro corridas que forman los vértices de un cuadrado.

Diseño factorial 2^3

El diseño factorial 2^3 , es el que involucra tres factores (A, B y C), cada uno con dos niveles y se conoce como diseño factorial 2^3 , tiene ocho combinaciones de prueba, que pueden representarse geoméricamente como los vértices de un cubo, mostrado en la figura 1.5 y en la tabla 1.4

Utilizando la notación “+” y “-” para representar los niveles alto y bajo de los factores, las ocho corridas del diseño se muestran en la tabla 1.4. A este arreglo se le conoce como la matriz del diseño. Las diferentes notaciones para las corridas del diseño 2^K (vistas previamente), aplican al diseño 2^3 . El orden estándar de las combinaciones de tratamientos sería (1), a, b, ab, c, ac, bc y abc. Existen siete grados de libertad entre las ocho combinaciones de tratamientos en el diseño 2^3 . Tres de esos grados de libertad se asocian con los principales efectos de A, B y C. Cuatro se asocian con interacciones (AB, AC, BC y ABC), uno para cada una.

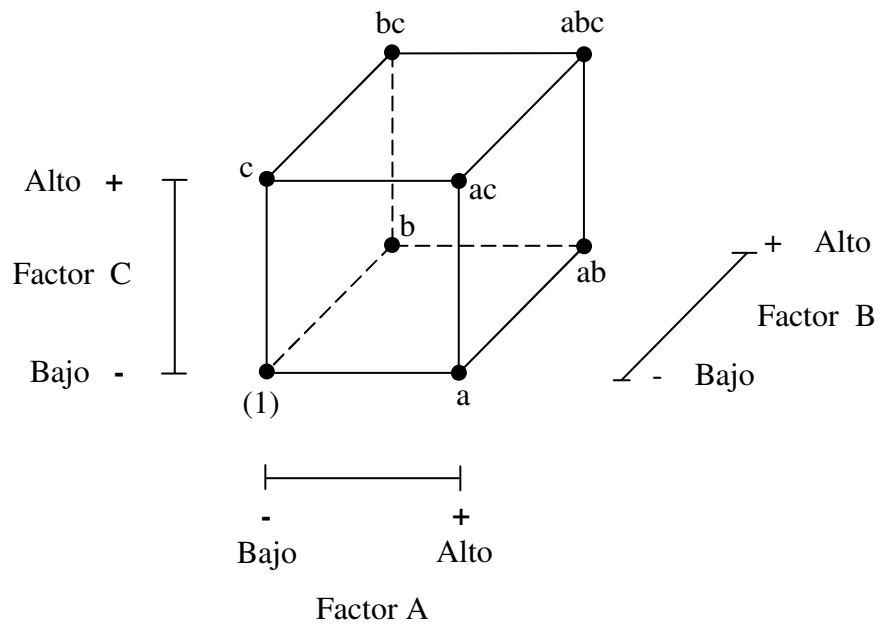


Figura 1.5 Diseño factorial 2^3

Tabla 1.4 Arreglo matricial del diseño 2^3

ARREGLO MATRICIAL DEL DISEÑO 2^3			
	FACTOR		
CORRIDA	A	B	C
1	-	-	-
2	+	-	-
3	-	+	-
4	+	+	-
5	-	-	+
6	+	-	+
7	-	+	+
8	+	+	+

Diseño factorial 3^K

Este diseño es una variación del diseño 2^K . Es el segundo caso especial donde se utilizan k factores con tres niveles cada uno, conocido como diseño factorial 3^K . Los factores y las interacciones se representan mediante letras mayúsculas. Los tres niveles de los factores pueden indicarse como nivel inferior, intermedio y superior. Hay varias notaciones diferentes que se usan para representar estos niveles de los factores, y generalmente estos niveles se representan por medio de los dígitos 0 (nivel inferior), 1 (nivel intermedio), 2 (nivel superior). En un diseño 3^K , una combinación de tratamientos se representa mediante k dígitos, donde el primero indica el nivel de A, el segundo indica el nivel de B, . . . , y el k -ésimo dígito, el nivel del k factor. Por ejemplo en un diseño 3^2 , el 00 representa la combinación de tratamientos, en la que ambos factores A y B están en el nivel inferior, y 01 representa la combinación de tratamientos que corresponden al factor A en el nivel inferior y a B en el nivel intermedio.

Diseño factorial 3^2

El diseño más simple de la serie 3^K , es el 3^2 . Este diseño contiene dos factores con tres niveles cada uno. Como hay $3^2 = 9$ combinaciones de tratamientos, tiene ocho grados de libertad entre ellas. Los efectos principales A y B tienen dos grados de libertad cada uno, y la interacción AB tiene cuatro grados de libertad.

Las sumas de cuadrados de A, B y AB pueden calcularse mediante los métodos usuales para los diseños factoriales. Cada efecto principal puede representarse con un componente lineal y uno cuadrático (cuando el factor es cuantitativo). Los términos A y A^2 son los efectos lineal y cuadrático, B y B^2 efectos lineal y cuadrático. Los términos AB, A^2B , AB^2 , A^2B^2 representan los componentes lineal X lineal, cuadrático X lineal, lineal X cuadrático, cuadrático X cuadrático de una interacción de dos factores.

Diseño factorial 3^3

El diseño 3^3 consta de tres factores cada uno a tres niveles arreglándose en un experimento factorial. Las 27 combinaciones de tratamientos tienen 26 grados de libertad. Cada efecto principal tiene 2 grados de libertad, cada interacción de dos factores tiene 4 grados de libertad y la interacción de tres factores tiene 8 grados de libertad. Si se realizan

n réplicas, hay $n3^3-1$ grados de libertad totales y $3^3(n-1)$ grados de libertad del error. Las sumas de cuadrados se calculan utilizando los métodos usuales para diseños factoriales.

La partición de las interacciones de dos factores es, AB, AB^2 , AC, AC^2 , BC, BC^2 , cada componente tiene dos grados de libertad, estos componentes no tienen significado físico.

La partición de la interacción de tres factores ABC en cuatro componentes ortogonales con dos grados de libertad cada uno, son. AB^2C^2 , AB^2C , ABC^2 y ABC de la interacción ABC, respectivamente. Cuando se consideran expresiones de la forma A^pB^q Y $A^pB^qC^r$, se establece la convención de que el único exponente permitido en la primera letra es 1. Si el exponente de la primera letra no es 1, la expresión completa se eleva al cuadrado y los exponentes se reducen a módulo 3. Por ejemplo, A^2B es lo mismo que AB^2 porque

$$A^2B = (A^2B)^2 = A^4B^2 = AB^2$$

Ventajas de los diseños factoriales

1. Se logra una gran eficiencia en el uso de los recursos experimentales disponibles.
2. Se obtiene información respecto a las diversas interacciones.
3. Los resultados experimentales son aplicables en un rango de condiciones más amplio; esto es, debido a la combinación de los diversos factores en un experimento, los resultados son de naturaleza más comprensible.
4. Existe una ganancia debido a la reproducción latente que surge del arreglo factorial.
5. Los diseños factoriales son más eficientes que los experimentos de un factor a la vez.
6. Permite acercarse al óptimo.
7. Permite la estimación de los efectos de los factores con una varianza reducida.
8. Pueden indicar tendencias en la región del espacio en la que se encuentra el factor para así determinar una dirección prometedora en el caso de requerirse una experimentación más profunda.
9. Se pueden incrementar para formar diseños compuestos, cuando se requiera una exploración más completa.
10. Este método permite producir bienes y servicios al mínimo costo.
11. Estos diseños son importantes porque ofrecen muchas ventajas ya que requieren relativamente pocas corridas por factor estudiado, estos diseños forman la base para los diseños factoriales fraccionados.

Desventajas de los diseños factoriales

1. Cuando los factores que se van a investigar son numerosos, la principal desventaja estriba en el tamaño y complejidad haciendo que el resultado del experimento y el análisis estadístico resultante sean más complejos, aunque se soluciona a través de dos caminos. El primero es utilizar dos niveles para cada variable. El segundo es utilizar los diseños factoriales fraccionados.
2. Con gran número de combinaciones de tratamiento, la selección de unidades experimentales homogéneas es más difícil.
3. Si algunas de las combinaciones de tratamientos pudieran ser de muy poco o ningún interés, algunos de los recursos experimentales se pueden malgastar.
4. Algunas veces, los experimentadores encuentran los resultados de los experimentos factoriales difíciles de interpretar, porque parecen presentar una confusa variedad de comparaciones de tratamientos.
5. Existen casos en que los fenómenos son muy complejos y no porque la experimentación sea defectuosa.
6. Es posible obtener toda o casi toda la información deseada probando solamente una fracción (por ejemplo la mitad o un cuarto) del número total de combinaciones de tratamientos, tomando en cuenta ciertos riesgos.
7. La principal barrera en el uso del diseño de experimentos es la inversión de tiempo, materias primas, formación de personal, etc.

En los diseños experimentales factoriales cuando los factores son independientes en sus efectos, el método factorial nos permite ahorrar considerablemente tiempo y material dedicado a los experimentos.

Con el método factorial, los efectos de cualquier factor se examinan con todas las combinaciones de los otros factores es decir en un experimento se tiene A, B, C y D factores, los efectos de A se examinan con todas las combinaciones de A, B, C y D, que se incluyen en el experimento, esto proporciona una gran cantidad de información sobre los efectos de los factores y sus relaciones entre sí.

Fisher recomienda utilizar un factor auxiliar, es un factor adicional que se anexa al experimento, que no es de interés en sí mismo, pero que ayuda para obtener recomendaciones más seguras sobre los otros factores.

Algunos casos donde la experimentación factorial puede ser adecuada son:

1. En trabajos de exploración, donde el propósito es determinar los efectos de cada uno de los factores dentro de un intervalo específico.
2. En investigaciones de las interacciones entre efectos de varios factores. Por naturaleza las interacciones no pueden estudiarse sin probar algunas de las combinaciones que se forman de los diferentes factores y esto se obtiene probando todas las combinaciones que pueden ser de 2, 3, 4, . . . , n, factores interactuando simultáneamente.
3. En experimentos diseñados sujetos a una gran variedad de condiciones, para poder llegar a recomendaciones que deben aplicarse.
4. En algunas investigaciones que están dirigidas a encontrar la combinación de los niveles de los factores que producirá una óptima respuesta.

Diseño de experimentos factoriales fraccionados

Anteriormente se mencionó el diseño factorial completo, también se comentaron las ventajas e inconvenientes de su utilización. Ahora nos permitimos mencionar los diseños factoriales fraccionados. Los estudiosos de la estadística han desarrollado más planes de prueba eficientes que se llaman experimentos factoriales fraccionados (FFE por sus siglas en inglés). Este tipo de experimento usa solo una porción del total de las combinaciones posibles para estimar los efectos de los factores principales y algunas, no todas, de las interacciones. El primero en proponer los diseños experimentales factoriales fraccionados fue Finney en 1945, que también estableció los métodos de construcción de los factoriales 2^K y 3^K . El principio de confusión dio origen a los diseños factoriales fraccionados. Esto se hace para economizar mediante la reducción del tamaño del experimento. El uso de sólo algunos bloques de una repetición genera un esquema de confusión. El estadístico introduce frecuente y deliberadamente la confusión en un diseño. Estos diseños factoriales fraccionados se utilizan en todos los campos del conocimiento principalmente en la investigación y en la industria. Estos son experimentos donde se consideran muchos factores (en caso de haberlos) y el objetivo es identificar aquellos que tienen efectos grandes y a la vez se puede suponer que ciertas interacciones de orden superior son insignificantes. Con esto es posible obtener información de los efectos principales y las interacciones de orden inferior, llevando a cabo únicamente una fracción del experimento factorial completo. Estos diseños son los más utilizados en la práctica. Por ejemplo, en la industria es común desear estudiar 6, 7, 8 o más factores sobre una respuesta o respuestas. Cabe observar que los diseños factoriales fraccionados permiten estudiar un

elevado número de factores en un experimento mucho menor de lo que requeriría un factorial completo. En la realidad, para estos diseños es raro que aparezcan interacciones de tres o más factores que resulten ser significativos, es decir, se obtienen modelos considerando sólo los efectos principales y las interacciones de dos factores.

La aplicación de los diseños factoriales fraccionados se basa en tres ideas.

1. El principio de efectos esparcidos o escasez de efectos. En un proceso en estudio como hay varias variables, es posible que haya dominio por algunos de los efectos principales y las interacciones de orden inferior, dicho de otra forma, suponer que ciertas interacciones son negligibles.
2. La propiedad de proyección. Estos diseños factoriales fraccionados pueden proyectarse en diseños más fuertes (más grandes) en el subconjunto de los factores significativos.
3. Experimento secuencial. Este permite ensamblar dos o más diseños factoriales fraccionados, para formar un diseño más grande y estimar los efectos de los factores y las interacciones de interés.

Los diseños factoriales más utilizados son los factoriales 2^K fraccionados. Se usan con más frecuencia en los casos siguientes.

1. Cuando se consideran inexistentes algunas interacciones. Aunque puede ser temporal y se procurará verificarlo con el progreso de la experimentación.
2. En casos donde existen muchos factores que influyen el proceso. Sin embargo, se espera que solo unos cuantos sean importantes, y son los de mayor interés, considerando la inexistencia de los efectos de los otros factores.
3. Experimentación secuencial donde se van agregando nuevos tratamientos según sean los resultados anteriores, considerando los objetivos y recursos disponibles. Se decide en qué condiciones se va a realizar un número reducido de experimentos, de manera que, los conocimientos adquiridos se utilicen para decidir en qué condiciones realizar los siguientes experimentos. En la primera decisión es recomendable invertir el 40% del presupuesto.
4. Cuando se tiene factores mayores(o importantes) y factores menores (de poco efecto) y solo se consideran los efectos principales pero no las interacciones.

Existen procesos físicos, químicos o fisicoquímicos en los que lo más común es que los resultados se puedan tener en unos días o incluso en unas horas. El error experimental puede ser pequeño, sin embargo, se pueden necesitar muchas observaciones o repeticiones.

También existen casos, por ejemplo, procesos biológicos donde mientras más grande sea el número de factores incrementa el número de corridas requeridas para llevar a cabo todas las combinaciones de los niveles de los factores, y esto en ocasiones no puede realizarse debido a recursos humanos, materiales o financieros o incluso de tiempo. Por ejemplo un diseño 2^6 requiere de 64 corridas para analizar todas las combinaciones posibles, en la serie 3^K la situación es peor, por ejemplo el diseño 3^5 requiere de 243 corridas. Generalmente una investigación requiere de varias semanas, meses y aún años para su terminación. Con frecuencia el experimentador carece de los recursos (materiales, personal, tiempo, dinero, etc.). Existen casos donde es difícil estudiar todas las corridas experimentales, se debe realizar una estratificación de ellas y procurar que sea representativa de la población general. Cuando la población es grande o numerosa, hay que entender la cantidad de unidades que no pueden estudiarse con los recursos humanos, físicos y financieros de que se dispone.

Recursos humanos

Se especifica qué personas (técnicos de laboratorio, encuestadores, secretarias, profesionistas u otras) van a realizar ciertas actividades en el estudio, e incluye cursos, capacitación para generar, recabar, procesar y analizar la información requerida.

Recursos materiales.

Se deberá de disponer de las instalaciones y equipo con que cuenta el sitio en que se piensa realizar el estudio, y el material de consumo, indicando cantidad y características.

Recursos financieros.

En este apartado incluye los costos de operación, se especificarán detalladamente de tal forma que se consideren en el estudio. En el desglosamiento de costos se deberá indicar qué salarios percibirá el personal (profesionistas, técnico, etc.), determinar los costos del material de consumo (reactivos, material de computación, etc.), los gastos de envío de muestras, de mantenimiento de equipo etc. Es importante mencionar que en caso de no contar con los recursos financieros, se puede solicitar apoyo financiero a instituciones gubernamentales o privadas que lo proporcionan (conacyt, etc), para ello se llenan formas de solicitud específicas.

Cuando el número de factores de interés aumenta, el número de corridas requeridas se incrementa con rapidez, por ejemplo el diseño factorial 2^{10} , es un diseño que requiere de 1024 corridas experimentales, lo cual resulta impracticable en lo que se refiere a tiempo y a los recursos, siendo difícil estudiar.

El diseño factorial fraccionado es una variación del diseño factorial básico en el que sólo se realiza un subconjunto de las corridas. Se utilizan la investigación, desarrollo industrial, etc. Los diseños factoriales fraccionados también pueden ser corridos en bloques, con los contrastes apropiados usados como variables de bloque.

Diseño factorial fraccionado 2^{K-P}

El diseño que contiene 2^{K-P} combinaciones de tratamientos, se le llama fracción $1/2^P$, estos diseños requieren que se elijan p generadores independientes, la relación que define estos diseños consta de los p generadores elegidos y sus $2^P - p - 1$ interacciones generalizadas. Se debe tener cuidado al elegir los generadores para que los efectos de interés potencial no sean alias entre sí. Un criterio es elegir generadores tales que el diseño 2^{K-P} resultante tenga la máxima resolución.

Estructura de los alias.

Los alias pueden determinarse multiplicando cada efecto, vía módulo 2, por la relación que define el diseño, cada efecto tiene $2^P - p - 1$ alias, por lo general se suponen despreciables las interacciones de orden superior (la de tercero, cuarto, y mayor orden) cuando los valores de k son grandes, por ejemplo $k \geq 4$.

Notación para los diseños factoriales fraccionados 2^{K-P} .

Se utiliza la notación 2^{K-P} , donde **2** sigue siendo el número de niveles, **k** el número de factores, con los que se experimentará y la letra **p** indica el grado de fraccionamiento, dependiendo de las necesidades. De tal manera que el resultado de elevar **2** a **k-p** indica el número de corridas experimentales que se van a realizar en el diseño. Por ejemplo

2^{7-1} permite estudiar siete variables en 64 corridas experimentales. Suponiendo que todas las interacciones de cuarto orden o superior sean cero, permitiría estimar los efectos principales y las interacciones de segundo y tercer orden.

2^{7-3} permite estudiar siete variables en 16 corridas experimentales. Suponiendo que todas las interacciones de tercer orden o superior y una parte de las de segundo orden sean cero, permitiría estimar los efectos principales y los de las restantes interacciones de dos factores.

2^{7-4} permite estudiar siete variables en 8 corridas experimentales. Suponiendo que todas las interacciones sean cero, permitiría estimar los efectos principales de las siete variables.

No existe una regla para elegir los generadores, y saber cual o cuales me dan menos confusión en el diseño, esto se hace a ensayo y error y depende en gran parte de la experiencia, habilidad, destreza, sentido común, conocimientos, etc. del analista. En la literatura existen tablas donde recomiendan qué generadores usar para que se obtengan diseños con menos confusión, es práctico hacer uso de estas recomendaciones porque se ahorra investigación, tiempo, dinero, etc., para realizar un estudio. Además no es necesario profundos conocimientos matemáticos para llegar a realizar estos análisis y si es necesario crear una cultura de hacer uso de esta herramienta para mejorar nuestro entorno productivo en todas las áreas de conocimiento.

La fracción un medio del diseño 2^K

En un diseño factorial 2^K el número de corridas experimentales requeridas aumenta geométricamente como aumenta k. Cuando hablamos de medias fracciones implica realizar la mitad de los experimentos que hubiese requerido el completo. Con el diseño factorial fraccionado 2^{K-1} se obtiene un medio del diseño. Este diseño se justifica suponiendo que a lo más k-1 de las k variables producirán efectos detectables mientras que las otras no tendrán efectos principales detectables o interacciones con cualquier otra variable. Los diseños factoriales fraccionados de dos niveles son de gran utilidad cuando se pretende preliminarmente buscar un número grande de factores sólo superficialmente, en lugar de explorar minuciosamente un número reducido de factores. Por ejemplo, en un diseño donde hay tres factores, cada uno a dos niveles, un medio del diseño sería el diseño $2^{3-1} = 4$. En estos casos es común llamar al diseño como una fracción, Por ejemplo, un medio del diseño 2^3 . Al diseño 2^{3-1} se le llama diseño de resolución III, porque en este diseño los efectos principales son alias de las interacciones de dos factores. Por lo general se emplea un subíndice con un numeral romano para denotar la resolución del diseño. Los diseños de resolución III, IV y V son muy utilizados.

1. Diseños de resolución III. En estos diseños ninguno de los efectos principales son alias de ningún otro efecto principal, pero los efectos principales son alias de las interacciones de dos factores, y algunos de los interacciones de dos factores pueden ser alias entre sí. Por ejemplo, el diseño 2^{3-1} , es de resolución R-III, que se denota 2^{3-1}_{III} .
2. Diseños de resolución IV. Son diseños en los que ninguno de los efectos principales es alias de ningún otro efecto principal ni de interacciones de dos factores, pero las

interacciones de dos factores son alias entre sí. Como ejemplo, se tiene el diseño 2^{4-1} , que es un diseño de resolución IV y se denota como 2^{4-1}_{IV} .

3. Diseños de resolución V. En estos diseños ninguno de los efectos principales ni de las interacciones de dos factores son alias de otro factor principal o interacciones de dos factores, pero las interacciones de dos factores son alias de las interacciones de tres factores, un diseño 2^{5-1} es un diseño de resolución V.

El nombre de alias en estadística fue dado por Finney a dos efectos factoriales representados por la misma comparación. Así, si C y AB son alias se escribe $C = AB$ en experimentos con repetición fraccionada.

Es recomendable utilizar diseños factoriales fraccionados de resolución más alta posible. Entre más alta sea la resolución menos confusión hay en el diseño. El concepto de resolución de un diseño indica el nivel de confusiones que se presentan en las estimaciones de los efectos.

Construcción de fracciones un medio

La construcción es sencilla para las medias fracciones con un diseño factorial fraccionado 2^{K-1} con la mayor resolución posible. El procedimiento es el siguiente:

1. Se escribe un diseño factorial completo para las primeras k-1 variables.
2. Asignar la variable restante a la interacción mayor disponible que será la variable k-ésima con + o – la columna ABC,..., (k-1). De esta forma $k = ABC \dots (k-1)$, define el producto de signos más y menos que se usarán en cada conjunto a fin de producir los niveles del k-ésimo factor. Por lo tanto, el diseño factorial fraccionado 2^{3-1} de resolución R-III se obtiene construyendo el diseño completo 2^2 e igualando después el factor C con la interacción AB. El generador elegido está comprendido por $I = ABC \dots K$, aunque podría utilizarse cualquier efecto de interacción para generar el k-ésimo factor, sin embargo no existe la seguridad de obtener un diseño con la mayor resolución. La resolución máxima de una fracción un medio del diseño 2^K es $R = K$.

La fracción un cuarto del diseño 2^K

El diseño que contiene un cuarto de fracción del diseño 2^K consiste de 2^{K-2} corridas experimentales y se llama diseño factorial fraccionado 2^{K-2} . Este diseño requiere que se elijan 2 generadores independientes y se debe tener cuidado al elegir los generadores para que los efectos de interés potencial no sean alias entre sí. Supóngase que p y q representan

las generatrices elegidas, entonces las relaciones $I = p$ e $I = q$, ya sean positivas o negativas, determinan cuál de las cuatro fracciones se forma, por lo tanto, las cuatro fracciones asociadas con la elección de los generadores están dadas por $\pm p$ y $\pm q$ y pertenecen a la misma familia. A la fracción en la que p y q son ambas positivas, se le conoce como fracción principal. La relación de definición completa del diseño está compuesta por todas las columnas que son iguales a la columna identidad I . Éstas son P , Q y la interacción generalizada PQ , es decir, $I = P = Q = PQ$. A los elementos P , Q y PQ de la relación de definición se les denomina palabras. Los alias de cualquier efecto se obtienen mediante la multiplicación de la columna de este efecto por cada palabra de la relación de definición. Se entiende que cada efecto tiene tres alias por la relación de definición.

Construcción del diseño un cuarto de fracción 2^K .

1. Primero se escriben las combinaciones de tratamientos asociados con el factorial completo con $k-2$ factores.
2. Segundo se asocian las dos columnas adicionales con las interacciones elegidas apropiadamente, que incluyen los primeros $k-2$ factores.

Diseño fraccionado de un factorial 3^K

Los conceptos aplicados en las fracciones de un diseño factorial 2^K , se pueden también aplicar a la fracción del diseño 3^K . Un experimento factorial que tiene k factores a tres niveles, resulta en 3^K combinaciones. Un experimento fraccionado que requiere solamente de $1/3^P \times 3^K = 3^{K-P}$ ($k > p$) de combinaciones es un diseño experimental fraccionado $1/3^P$. El fraccionamiento se puede considerar de acuerdo al número de factores a estudiar, y puede ser $1/3$, $1/9$, $1/27$, $1/81$, $1/243$, etc. Estos constituyen un subgrupo del grupo de combinaciones de tratamientos o una subclase de tal grupo. La fracción más simple del diseño 3^K , es en tres bloques, donde cada uno de los bloques es un diseño factorial fraccionado 3^{K-1} y cualesquiera de los bloques se puede seleccionar para hacer las estimaciones en general 3^P cuando el diseño es 3^{K-P} .

Estos diseños requieren que se elijan p generadores independientes. La relación que define estos diseños consta de los p generadores elegidos y sus $(3^P - 2P - 1)/2$ interacciones generalizadas. Se debe tener cuidado al elegir los generadores para que los efectos de interés potencial no sean alias entre sí. Un criterio es elegir generadores tales que el diseño 3^{K-P} resultante tenga la máxima resolución.

Estructura de los alias.

Los alias pueden determinarse multiplicando cada efecto principal o componente de interacción I e I^2 , vía módulo 3, por la relación que define el diseño. Cada efecto tiene $(3^P - P - 1)/2$ alias, por lo general se suponen despreciables las interacciones de orden superior (la de tercero, cuarto, y mayor orden) cuando los valores de k son grandes, por ejemplo $k \geq 4$. Notación para los diseños factoriales fraccionados 3^{K-P} .

Se utiliza la notación 3^{K-P} , donde 3 sigue siendo el número de niveles, k el número de factores, con los que se experimentará y la letra p indica el grado de fraccionamiento, dependiendo de las necesidades. De tal manera que el resultado de elevar 3 a k-p indica el número de corridas experimentales que se van a realizar en el diseño.

No existe una regla para elegir los generadores, se seleccionan con las interacciones de los efectos.

Construcción de fracciones del tipo 3^{K-P} .

1. En el diseño factorial fraccionado 3^{K-P} , se obtienen escribiendo primero las combinaciones de tratamientos del diseño factorial completo 3^K .
2. En seguida se introducen los p factores adicionales e igualándolos con los componentes de interacción, aclarando que éstos se eligen.

Diseño factorial fraccionado 3_{III}^{4-2} .

El diseño factorial fraccionado 3_{III}^{4-2} . Este diseño es donde se utilizan 4 factores con tres niveles cada uno, conocido como diseño factorial 3_{III}^{4-2} de resolución III. Que es un 1/9 de los tratamientos de un 3^4 lo que da $3^{4-2} = 3^2 = 9$ corridas experimentales para obtener la información deseada. A este diseño, Taguchi lo llamó diseño de arreglo interior. Los factores principales se representan mediante letras mayúsculas. Los tres niveles de los factores pueden indicarse como nivel inferior, intermedio y superior. Hay varias notaciones diferentes que se usan para representar estos niveles de los factores, y generalmente estos niveles se representan por medio de los dígitos 0 (nivel inferior), 1 (nivel intermedio), 2 (nivel superior). El inconveniente en este diseño es que no es posible obtener ninguna información acerca de las interacciones entre las variables controlables. De hecho, incluso la información acerca de los efectos principales está potencialmente corrompida, ya que los efectos principales tienen estrechas relaciones de alias con las interacciones de dos

factores. Ocurre también que las relaciones señal a ruido de Taguchi son problemáticas; al maximizarse la relación no se minimiza necesariamente la variabilidad.

Como hay 9 corridas experimentales, tiene ocho grados de libertad entre ellas. Los efectos principales A, B, C y D tienen dos grados de libertad cada uno.

La partición de las interacciones de dos factores es, AB, AB², AC, AC², AD, AD², BC, BC², BD, BD², CD, CD².

La partición de las interacciones de tres factores es, AB²C², AB²C, ABC², ABC, AB²D², AB²D, ABD², ABD, AC²D², AC²D, ACD², ACD, BC²D², BC²D, BCD², BCD.

La partición de las interacciones de cuatro factores es, AB²C²D², AB²C²D, AB²CD², ABC²D², AB²CD, ABC²D, ABCD², ABCD.

Cuando se consideran expresiones de la forma A^pB^q, A^pB^qC^r y A^pB^qC^rD^s se establece la convención de que el único exponente permitido en la primera letra es 1. Si el exponente de la primera letra no es 1, la expresión completa se eleva al cuadrado y los exponentes se reducen a módulo 3. Por ejemplo, A²B es lo mismo que AB² porque

$$A^2B = (A^2B)^2 = A^4B^2 = AB^2$$

Estructura de los alias.

El hecho de usar únicamente 1/9 del factorial 3⁴ produce una mezcla (alias) de los efectos. Para encontrar los grupos de alias, se toma la relación de definición elegida y se multiplica por los efectos en el diseño. Que son A, B, C y D, evaluando las operaciones como la operación binaria definida al sumar exponentes módulo 3.

Los alias pueden determinarse multiplicando cada efecto principal por I y I², vía módulo 3, por la relación que define el diseño, cada efecto tiene (3^P-P-1)/2 alias, en este diseño no se consideran las interacciones.

Notación para los diseños factoriales fraccionados 3⁴⁻².

Se utiliza la notación 3⁴⁻², donde **3** sigue siendo el número de niveles, **4** el número de factores, con los que se experimentará y el número **2** indica el grado de fraccionamiento. De tal manera que el resultado de elevar **3** a **4-2** indica el número de corridas experimentales que se van a realizar en el diseño.

No existe una regla para elegir los generadores, se seleccionan con las interacciones de los efectos. Saber cual o cuales me da menos confusión en el diseño, esto se hace a ensayo y error y depende en gran parte de la experiencia, habilidad, destreza, sentido común, conocimientos, etc. del analista. En la literatura existen tablas donde recomiendan

qué generadores usar para que se obtengan diseños con menos confusión, para realizar un estudio.

Construcción del diseño factorial fraccionado 3^{4-2} .

1. En el diseño factorial fraccionado 3^{4-2} , se escriben primero las combinaciones de tratamientos del diseño factorial completo 3^{4-2} .
2. En seguida se introducen los 2 factores adicionales e igualándolos con los componentes de interacción, aclarando que éstos se eligen.

Este diseño requiere que se elijan 2 generadores independientes. La elección de éstos se realiza de la misma manera que para la fracción un cuarto del diseño 2^K la relación que define estos diseños consta de los 2 generadores elegidos y sus $(3^2-2(2)-1)/2$ interacciones generalizadas. Se debe tener cuidado al elegir los generadores para que los efectos de interés potencial no sean alias entre si. Un criterio es elegir generadores tales que el diseño 3^{K-P} resultante tenga la máxima resolución.

Las sumas de cuadrados se calculan utilizando los métodos usuales para diseños factoriales. Los diseños factoriales fraccionados permiten estudiar un elevado número de factores en un experimento mucho menor de lo que requeriría un factorial completo.

En los diseños factoriales fraccionados, se es capaz de obtener el patrón de confusión para cualquier diseño. Se debe elegir un generador también llamado relación de definición, esto es la clave para el patrón de confusión. Cuando se utilizan fraccionamientos mayores, hay más de un generador. Por ejemplo, una fracción un cuarto esta determinada por dos generadores. Estos generadores pueden ser con doble, triple, cuádruple, etc. interacción. Cuando es positiva, por ejemplo $I = ABC$, suele llamársele la fracción principal.

Unas desventajas de los diseños factoriales fraccionados son:

1. Hacer la disminución del experimento diseñado generalmente se sacrifica otros aspectos.
2. Los resultados están propensos a una mala interpretación, que no se presentaría en diseños completos.

Al diseño 3_{III}^{4-2} es un diseño de resolución III. En este diseño los efectos principales son alias de las interacciones de dos factores.

Diseños saturados

Las medias fracciones son los diseños menos fraccionados. Y los diseños más fraccionados son el extremo opuesto. Se les llama diseños saturados y son los que tanto el número de factores a estudiar casi es el mismo que el número de corridas experimentales en el diseño, y se obtiene mediante la saturación de un completo.

Ejemplo de diseños saturados de resolución III.

2^{3-1}_{III} permite estudiar 3 factores en 4 corridas experimentales.

2^{7-4}_{III} permite estudiar 7 factores en 8 corridas experimentales.

2^{15-11}_{III} permite estudiar 15 factores en 16 corridas experimentales.

Estos se derivan de los fraccionados, su estructura y construcción es parecida.

17) Métodos de análisis estadístico

Las técnicas (modelos) estadísticas de análisis del diseño experimental tienen su razón de ser en la investigación empírica que trata de indagar cómo ciertas variables, conocidas como factores, actúan sobre una o más variables respuestas registradas tras la realización del experimento. Las pruebas de los modelos estadísticos se centran en contrastar si los factores realmente alteran los resultados de los experimentos al fijarlos en sus diferentes niveles.

Análisis (señal/ruido)

En la vida real, casi siempre hay que tomar decisiones en presencia de “ruido” o variabilidad y la estadística es la disciplina especializada en el tema. Ningún sistema es totalmente determinista, es decir la evidencia indica que, a pesar de que se repiten exactamente las mismas condiciones varias veces, no siempre se obtiene el mismo resultado. Esta variación en el “resultado” recibe el nombre de variabilidad y está presente en todo proceso real, de modo que no se puede predecir con exactitud el resultado de un proceso o sistema antes de que éste se celebre. Ello no significa que la variabilidad no se pueda medir. Tomando en cuenta que en la práctica, siempre existen variaciones en las entradas de un proceso y, en consecuencia existirán diferencias (variaciones) en el resultado de la salida del proceso, es importante analizar las distintas causas que generan variabilidad en la mayoría de los procesos. Cabe mencionar que los conceptos de función de densidad de probabilidad y la función de distribución nos permiten medirla. El histograma es una herramienta que nos ayuda a representar la variabilidad en el proceso o

sistema. Es importante eliminar la variabilidad del proceso o sistema o, por lo menos reducirla. Si se mantienen constantes en el sistema las causas que producen variabilidad en las entradas, las frecuencias con que se observan los distintos valores de la respuesta o respuestas tienden a estabilizarse en forma de una distribución predecible. Cuando se utilizan herramientas para la optimización y reducción de la variabilidad en los procesos, se obtiene una mejora continua de los mismos.

Cuando el sistema o proceso de causas es estable se pueden hacer predicciones estadísticas sobre grupos de muestras. Por ejemplo, bajo supuestos generales se tiene que la calidad del producto es directamente proporcional a la variabilidad de la característica de la calidad. Entonces será cierto que se cumple la relación siguiente:

$$\text{MEJOR CALIDAD} \longleftrightarrow \text{REDUCIR LA VARIABILIDAD}$$

Así pues, la estrategia básica para la mejora de la calidad hablando de cualquier proceso, producto o hecho, pasa por la identificación de las causas que producen la variabilidad. Se debe tener presente que existen procesos o sistemas más estables o inestables que otros.

En las salidas de los procesos es donde se desea realizar la optimización y reducción de la variación, lo que se alcanza si se logran poner los valores objetivos y sus tolerancias apropiadamente en las entradas.

La relación señal ruido

La relación razón señal-ruido (S/R) surgió en el campo de las comunicaciones. Cuando se obtienen réplicas o mediciones de las corridas experimentales podemos, además de fijar los mejores niveles de los factores, hacer un análisis de la relación señal-ruido para el tipo de característica de calidad de interés. La relación señal/ruido permite reducir la variabilidad en el proceso al mismo tiempo que se incrementa la media en la respuesta para mejorar (estabilizar) la situación y reducir los costos. En este caso los tipos de análisis más comunes son:

- 1.- Menor es mejor
- 2.- Nominal es mejor
- 3.- Mayor es mejor

Características en las que el valor menor es el mejor

Son aquellas en las cuales se tiene un valor máximo determinado y todas las que se encuentren por abajo de él son mucho mejores, tal es el caso de reducción de costos, tiempos, mano de obra, material, etc.

Características en las que el valor nominal es el mejor

Son aquellas en las que se tiene un valor "ideal o deseado" y tanto valores mayores como menores a este, no son tan adecuados (tal es el caso de tiempos, longitudes, distancias, temperaturas, etc.)

Características en las que el valor mayor es el mejor

Este tipo de características son aquellas en las que se tiene un valor mínimo determinado y todos los que se encuentran por encima de él son mucho mejores, (tal es el caso de las ganancias de productividad, dinero, tiempo, etc.).

El Dr. Taguchi ha extendido el concepto de señal-ruido a la experimentación con variables múltiples. Las fórmulas para señal-ruido permiten que el experimentador pueda siempre seleccionar el valor más alto para optimizar el experimento. Por esto, el método de calcular la relación señal/ruido difiere dependiendo del tipo de característica de interés a estudiar. Si es deseable una respuesta o respuestas de gran amplitud o una respuesta o respuestas de amplitud pequeña, se usará su correspondiente fórmula. Además el estadista o analizador tiene la libertad de hacer modificaciones en las formulas establecidas dependiendo del caso particular a resolver, por ejemplo, resultados negativos en cierto proceso no tienen sentido o resultados positivos en cierto proceso no tienen sentido.

Análisis de las características en las que el valor nominal es el mejor

Las relaciones a señal-ruido se definen a propósito para que un valor máximo de la relación minimice la variabilidad transmitida por las variables de ruido. Entonces se lleva a cabo un análisis para determinar cuáles son los ajustes de los factores controlables que dan como resultado una medida tan próxima como sea posible al objetivo deseado y un valor máximo de la relación señal a ruido.

Para entender este análisis, debemos considerar la clasificación de factores de control en cuatro categorías.

Los valores resultantes de un experimento, se pueden representar por una curva normal (forma de campana). El centro de la curva representa el valor promedio, y la amplitud de la curva indica la cantidad de variabilidad. En la figura 1.6, estas curvas representan la distribución de los resultados producidos con cada nivel o posición de un factor de control. En la figura 1.6 (a), las dos curvas están centradas alrededor del mismo punto, la curva o extensión de los datos para la segunda curva es mucho más amplia que para la primera, podemos clasificar estos factores como aquellos que afectan la variación sin afectar el promedio y llamarlos factores de tipo I. En la figura 1.6 (b), a los factores con este comportamiento se les llama factores tipo II, un cambio en el nivel de resultados cambia el promedio de la respuesta como se puede observar en la gráfica, ambas curvas tiene la misma extensión, pero sus valores promedio son diferentes para las dos curvas. Los factores tipo III, se describen en la figura 1.6 (c), aquí ambas curvas muestran que son diferentes tanto en el valor promedio como en la extensión de la curva. Esto representa un factor en el cual un cambio en los niveles, afecta la variabilidad de los resultados del experimento y también mueve el valor promedio de los datos resultantes. El comportamiento de los factores tipo IV, se muestra en la figura 1.6 (d).

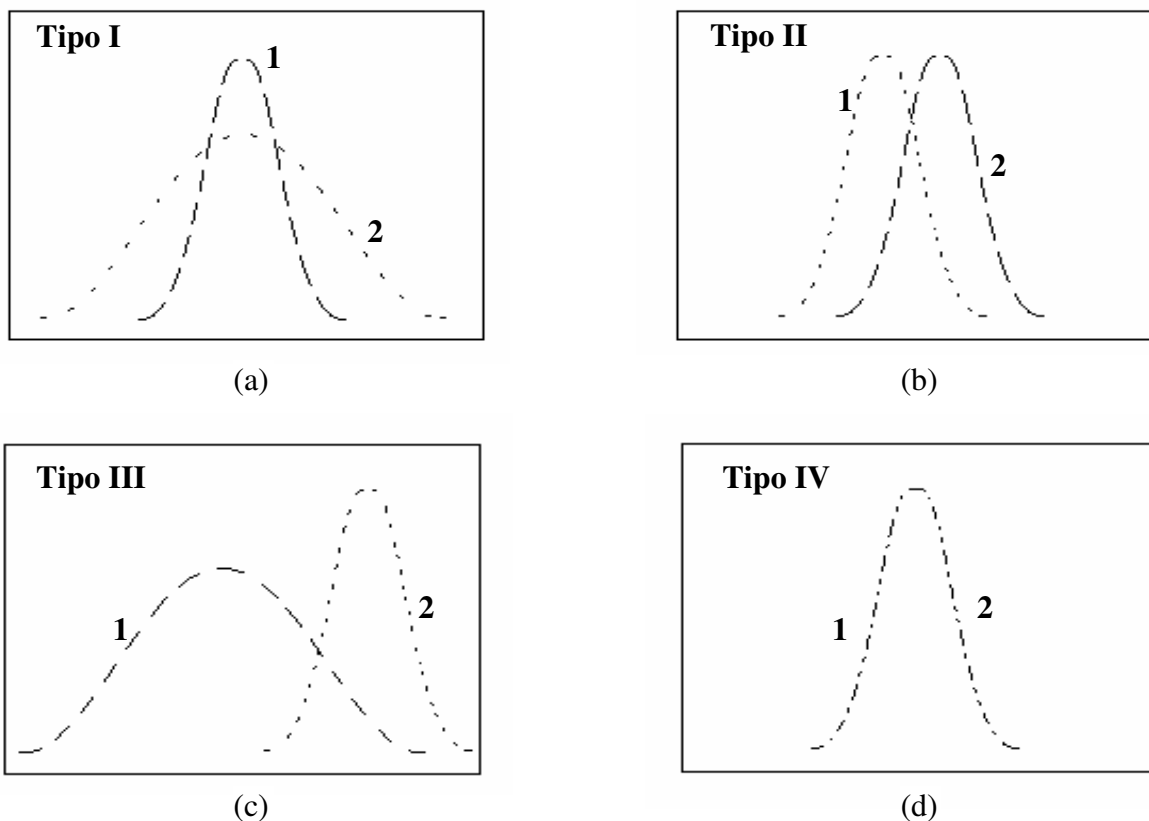


Figura 1.6 Distribución de los resultados producidos con cada nivel o posición de un factor de control.

Las dos curvas se traslapan una con la otra, no hay diferencia en la extensión de los resultados experimentales ni en el valor promedio, esto implica que un factor no tiene efecto en la variabilidad del proceso ni en el valor promedio.

Para lograr que tanto el proceso como el producto se acerquen lo más posible al valor ideal (objetivo) en una base consistente, se puede utilizar una estrategia en dos etapas. La figura 1.7 ilustra la idea central de optimizar, reduciendo al mínimo la variación, y ajustando el valor promedio de los datos con las dos etapas.

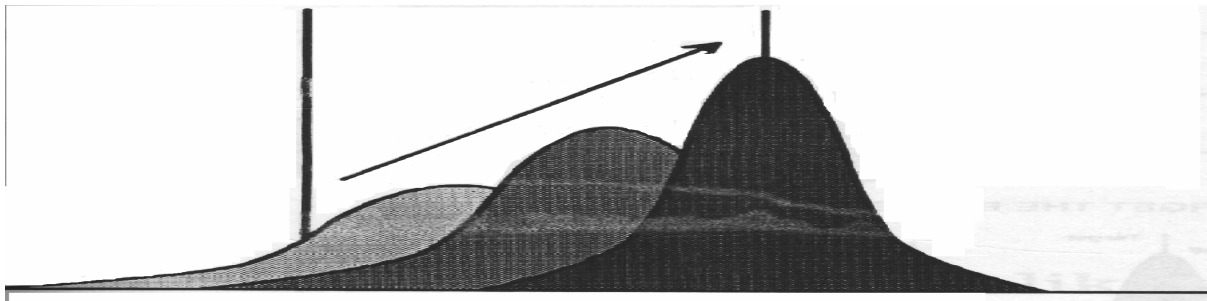


Figura 1.7 Optimización, reducción de la variación y ajuste del valor promedio-para una característica de calidad del “mejor valor nominal”.

Primero se necesita reducir la variabilidad del proceso. Este es el primer paso en el mejoramiento del proceso o ejecución del producto. Para determinar cuales variables afectan la consistencia bajo estudio de una unidad a la otra o la uniformidad en cada producto, tenemos que averiguar el conocimiento que nos guiará a reducir la variabilidad en el proceso y últimamente entre los productos, estos conocimientos nos revelarán qué factores tienen un impacto significativo en la variabilidad, considerando desde luego el criterio propio del analista, además esta información puede también decirnos cuales niveles de factor (es) o posición nos dará la menor variabilidad y que se minimice su afectación por ruido.

Diseño de parámetros.- En este paso, los niveles (valores) de los factores controlables se seleccionan para minimizar los efectos de los factores de ruido sobre las características funcionales del proceso, después de reducir la extensión de los datos, se necesita ajustar el promedio. Considerando las variables que tiene un efecto significativo en el valor promedio de los datos pero poco o ningún impacto en la variabilidad, se puede

mover la distribución de los datos sin disturbio de la extensión o la forma de los resultados. Teniendo cuidado de que los niveles de los factores que reducen la variabilidad no incrementen la amplitud de la distribución como un intento por mover el proceso a las cercanías del valor objetivo. Por lo tanto estos factores que afectan el significado o promedio resultante y no la variabilidad se utilizan para mover la distribución hacia el valor objetivo deseado. En la selección de los valores apropiados de las variables, las decisiones individuales deben considerar si un factor es continuamente variable o discreto en la naturaleza o realidad. Para un factor discreto la elección más lógica sería que el nivel que tiene el centro de la distribución se acerque al valor deseado. Concerniente a los factores continuamente variables, se podría seleccionar un factor significativo que sea fácil de ajustar y por el que el objetivo deseado esté en cualquiera de los límites del resultado obtenido por los valores extremos del factor. Una vez seleccionado, el valor del factor ajustado se puede afinar hasta que el centro de proyección de la distribución de datos esté alineado con el valor objetivo. Estos pasos asumen una relación lineal entre el factor de ajuste y las características de calidad y refuerzan la importancia del uso del conocimiento de ingeniería en la selección de factores que se incorporan al experimento.

Basados en la estrategia anterior, identificar cada factor de control en alguno de los cuatro tipos de factores discutidos, es esencial para mejorar o refinar el proceso. Los factores que afectan la variación solamente (Tipo I) y aquellos que afectan ambos la variación y el promedio (Tipo III) se identifican primero. Los niveles que reducen la variación generalmente se seleccionan. Entonces, los factores que afectan el promedio solamente (Tipo II) se utilizan para ajustar el proceso hacia el valor objetivo (mejor valor nominal). Los factores que no tienen efecto significativo en la variación ni en el promedio se seleccionan en base a la reducción de costos (Tipo IV).

Procedimiento para la reducción de la variabilidad del proceso.

1. Cálculo del promedio P_i de los valores de las réplicas, de acuerdo a la ecuación (2), donde n es el número de réplicas.

$$P_i = \frac{\sum_{i=1}^n y_i}{n} \quad \dots(2)$$

2. Cálculo de la suma de cuadrados del promedio Sm , de acuerdo a la ecuación (3).

$$Sm = nP_i^2 \quad \dots(3)$$

3. Cálculo de la varianza experimental v_e , de acuerdo a la ecuación (4).

$$v_e = \frac{\sum_{i=1}^n (y_i^2) - Sm}{n-1} = \frac{(y_1^2 + y_2^2 + \dots + y_n^2) - Sm}{n-1} \quad \dots(4)$$

4. Cálculo de la relación S/R , de acuerdo a la ecuación (5).

$$S/R = 10 \log \left(\left(\frac{1}{n} \right) \left(\frac{Sm - v_e}{v_e} \right) \right) \quad \dots(5)$$

5. Cálculo del promedio de los valores $\overline{S/R}$ de los factores en cada nivel.
6. Se construyen las gráficas del promedio de los valores $\overline{S/R}$, basándose en las respuestas promedio S/R de los factores.
7. Se analizan la tabla de respuestas promedio $\overline{S/R}$ y las gráficas de respuestas $\overline{S/R}$, para determinar los factores que son más significativos para reducir la variación. Esto se realiza aplicando el criterio S/R en el que a menor valor de la varianza experimental la relación S/R es mayor en la respuesta, como se puede ver de la ecuación (5).

Otros criterios que se pueden aplicar son la regla del pulgar para seleccionar aproximadamente la mitad de los factores estudiados, y el conocimiento propio de la reproducción de la composición de las películas base-Bi.

8. De acuerdo a los resultados anteriores, se eligen los factores con las mayores respuestas promedio $\overline{S/R}$, y por lo tanto menor efecto en la variabilidad, y sus valores se establecen en el nivel de mayor respuesta S/R .

Para la siguiente etapa de ajuste al valor promedio, los niveles de los factores con mayor relación S/R se mantienen constantes.

Procedimiento para el ajuste del valor promedio al mejor valor nominal μ .

En esta segunda etapa se utiliza el cálculo del ajuste al mejor valor nominal μ . Aquí se toman en cuenta los factores que afectan tanto a la variabilidad como al promedio.

En esta etapa se seleccionan los niveles apropiados de los factores que afectan únicamente al promedio.

1. Se calculan los promedios de las respuestas promedio $\overline{P_j}$ en cada nivel.
2. Se construyen las gráficas de los promedios de las respuestas promedio $\overline{P_j}$.

3. Se analizan las tablas de los promedios de las respuestas promedio $\bar{P}_j$ y sus gráficas, para determinar los factores que son más significativos para ajustar el valor promedio al mejor valor nominal μ .
4. Se elige el factor con mayor efecto en los promedios de las respuestas promedio $\bar{P}_j$ que no se hayan considerado en la reducción de la variabilidad.
5. Para establecer el nivel del factor que resulte con mayor efecto en los promedios de las respuestas promedio $\bar{P}_j$ y que no se haya considerado en la reducción de la variabilidad, se aplica el criterio de ajuste al mejor valor nominal μ de acuerdo a la ecuación (6) de donde se despeja a $\bar{B}_?$.

$$\mu = \bar{P} + (\bar{A}_2 - \bar{P}) + (\bar{B}_? - \bar{P}) + (\bar{C}_1 - \bar{P}) \quad \dots(6)$$

6. El nivel del parámetro B se selecciona comparando el valor resultante de la aplicación del criterio de ajuste al mejor valor nominal, con los valores en los diferentes niveles del factor ajustado. El valor que se acerque más al valor resultante de la aplicación del criterio indicará el nivel del factor.

La ecuación de ajuste proporciona las herramientas para:

- 1.- Seleccionar los niveles apropiados de esos factores que afectan únicamente al promedio.
- 2.-Determina la cantidad de cambios requeridos en los factores de ajuste, que por definición son continuamente variables.

Dependiendo del problema a estudiar la ecuación de ajuste puede ser la ecuación (6) y como otra posibilidad (pueden existir varias posibilidades) se puede reducir a:

$$\mu = \bar{A}_2 + \bar{B}_? + \bar{C}_1 - 2\bar{P} \quad \dots(7)$$

II DESARROLLO EXPERIMENTAL

En el desarrollo experimental, se establecerá el problema a resolver, la necesidad de aplicar un diseño experimental, la elección del diseño, qué se pretende al aplicar el diseño experimental factorial fraccionado 3_{III}^{4-2} y la elección del método de análisis estadístico, teniendo en cuenta las limitantes propias del diseño y de los recursos financieros para llevar a cabo el experimento.

2.1 Establecimiento del problema a resolver

Para el depósito de películas existen técnicas físicas como ablación láser, depósito de vapor en espacio cerrado (closed-vapour-deposition), depósito por bombardeo (sputtering), entre otras; y técnicas químicas como, depósito químico de vapor (chemical vapour deposition, CVD, depósito de aerosol (chemical deposition o spray pyrolysis).

Tanto las técnicas físicas como la técnica CVD son técnicas que requieren alto vacío y por lo tanto son técnicas caras. La técnica de depósito químico, spray pyrolysis o método pirolítico, por otro lado, es una técnica que no requiere del vacío. El uso de esta técnica abre posibilidades reales de producción de películas a gran escala y bajo costo, con propiedades similares a las obtenidas en aquellas preparadas con técnicas de alto vacío.

La preparación de películas superconductoras se ha realizado tanto con las técnicas físicas como con las químicas. En la técnica CVD se han utilizado compuestos órgano-metálicos. En la técnica de depósito químico también conocida como depósito a partir de aerosol, se han utilizado soluciones acuosas para el depósito de películas. Debido al mecanismo de descomposición de los compuestos inorgánicos a los óxidos metálicos, se obtienen películas gruesas, poco densas, porosas. Estas características físicas no son apropiadas para aplicaciones en dispositivos opto-electrónicos.

2.2 Necesidad de la aplicación de un diseño experimental

Para resolver este problema se propuso el uso de compuestos órgano-metálicos como reactivos para el depósito de películas por la técnica de depósito a partir de aerosol. Lo que se pretende es utilizar compuestos que se fundan y se descompongan a temperaturas menores a la temperatura de depósito para obtener películas densas y homogéneas. Debido a que no existen reportes de la preparación de películas

superconductoras por el método de depósito a partir de aerosol con compuestos organometálicos, se requiere explorar parámetros de preparación tanto de depósito, como de recocido, que conduzcan a obtener la composición deseada en las películas. Para la exploración de los parámetros de preparación de las películas se requiere un seguimiento de los pasos ordenados de la planeación del experimento, para que posteriormente se obtengan los datos adecuados que se puedan analizar con métodos estadísticos que conduzcan a conclusiones válidas y objetivas, es decir, se requiere la aplicación de un diseño estadístico de experimentos.

2.3 Elección del diseño experimental

Como se mencionó en la necesidad de aplicar un diseño experimental, se requiere explorar parámetros de preparación tanto de depósito como de tratamiento térmico (recocido) que conduzcan a obtener la composición deseada en las películas de Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O, para que se tenga la posibilidad de obtener las fases superconductoras del sistema. Como no existen reportes de la preparación de películas superconductoras por el método de depósito por aerosol con compuestos órgano-metálicos, como primera etapa en la exploración de los parámetros de preparación de las películas, se aplicó un diseño experimental 2^{5-1}_{IV} ^[19] en donde se exploraron los parámetros siguientes: tipo de reactivo (Acetil-Acetonatos, heptanedionatos), modo de depósito (a una etapa, a tres etapas), tiempo de recocido, temperatura de recocido y temperatura de depósito. La respuesta a analizar fue la fase superconductora formada.

Del análisis del diseño experimental se concluyó que tanto los acetil-acetonatos como los heptanedionatos son adecuados para la obtención de las fases superconductoras de las películas. Sin embargo, observando la densidad de las muestras, con los heptanedionatos se obtienen más densas y delgadas. También se concluyó que con el depósito a una etapa se obtuvieron mejores resultados en la formación de las fases superconductoras. Por lo tanto, en la segunda etapa del estudio de la preparación de películas superconductoras base-Bi, manteniendo constantes el tipo de reactivo (heptanedionatos) y el depósito a una etapa, se propuso estudiar la composición de las películas. Las variables que se estudiaron son: composición (contenido de Bi), temperatura de depósito, tiempo de tratamiento térmico y temperatura de tratamiento térmico. Como se requirió tener un intervalo relativamente amplio en la variación de estas variables, y como único objetivo se tuvo observar el efecto de dichas variables en la composición final de la

película (Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O), se propuso aplicar un diseño experimental 3_{III}^{4-2} . El parámetro de respuesta elegido fue el contenido de los elementos en la película. El arreglo matricial de este diseño se muestra en la tabla 2.1.

Tabla 2.1 Arreglo matricial del diseño 3_{III}^{4-2}

ARREGLO MATRICIAL DEL DISEÑO 3_{III}^{4-2}				
CORRIDA No	T_D (°C)	n_{Bi} (mol)	T_R (°C)	t_R (h)
1	1	1	1	1
2	1	2	2	2
3	1	3	3	3
4	2	1	2	3
5	2	2	3	1
6	2	3	1	2
7	3	1	3	2
8	3	2	1	3
9	3	3	2	1

2.4 Aplicación del diseño experimental factorial fraccionado 3_{III}^{4-2}

En el anexo A se describe la preparación de las películas de este estudio.

Los factores a estudiar se eligieron por ser los de más interés en el proceso. Los niveles de los factores se eligieron de acuerdo a lo siguiente:

- Los niveles de temperatura de depósito T_D , se escogieron tomando en cuenta los puntos de fusión y las temperaturas de descomposición de los compuestos metal-orgánicos.
- Los niveles del número de moles de bismuto n_{Bi} , se establecieron en exceso comparados con el valor nominal (2) en la fase Bi-2223, para observar su dependencia en el contenido final del mismo, debido a que se observó un contenido deficiente en depósitos preliminares.
- Los niveles de temperatura de recocido T_R , se establecieron de acuerdo al desarrollo de las fases cristalinas 2201, 2212 y 2223 en el sistema base-Bi.

- Los niveles de tiempo de recocido t_R , se asignaron tomando como referencia la experiencia en la preparación de superconductores base-bismuto y los resultados del diseño experimental previamente aplicado en el estudio de la preparación de películas base-Bi^[11].

En la tabla 2.2 se presenta el dominio experimental del diseño factorial fraccionado 3_{III}^{4-2} .

Tabla 2.2 Dominio experimental del diseño 3_{III}^{4-2} aplicado a la preparación de películas base-Bi

DOMINIO EXPERIMENTAL DEL DISEÑO 3_{III}^{4-2}				
NIVEL/FACTOR	T_D (°C)	n_{Bio} (mol)	T_R (°C)	t_R (h)
1	270	2	820	1
2	350	4	840	15
3	430	6	860	29

Sustituyendo los valores del dominio experimental en el arreglo matricial, se obtiene la matriz experimental del diseño 3_{III}^{4-2} , que se muestra en la tabla 2.3, aplicado a la preparación de películas base-Bi.

Las películas se prepararon de acuerdo a los tratamientos mostrados en la tabla 2.3.

En la tabla 2.4 se presentan las tres réplicas, de los resultados del contenido de bismuto finas (n_{Bif}) en las películas, obtenidas por espectroscopía de absorción atómica.

Tabla 2.3 Matriz experimental del diseño 3_{III}^{4-2} aplicado a la preparación de películas base-Bi

MATRIZ EXPERIMENTAL DEL DISEÑO 3_{III}^{4-2}				
CORRIDA No	T_D (°C)	n_{Bio} (mol)	T_R (°C)	t_R (h)
1	270	2	820	1
2	270	4	840	15
3	270	6	860	29
4	350	2	840	29
5	350	4	860	1
6	350	6	820	15
7	430	2	860	15
8	430	4	820	29
9	430	6	840	1

Tabla 2.4 Réplicas de los resultados del número de moles de Bi en las películas base-Bi

RESPUESTAS EN CADA CORRIDA EXPERIMENTAL PARA n_{Bif}			
Corridas experimentales	n_{Bif} (mol)		
	Réplica 1 y_1	Réplica 2 y_2	Réplica 3 y_3
1	1.5634	1.0321	1.3542
2	0.9101	1.5181	0.8984
3	2.3711	2.7759	2.7759
4	0.8541	0.7966	0.7882
5	6.1980	5.6600	5.2893
6	6.7672	6.0795	6.1494
7	6.5830	5.9461	5.8698
8	8.3099	9.0654	8.3099
9	10.3891	9.6470	9.4793

2.5 Selección del método de análisis estadístico.

La selección de los métodos estadísticos de análisis del diseño experimental depende del problema a resolver, el objetivo a alcanzar en este estudio es acercarse a la composición deseada en las películas superconductoras y recursos disponibles. Uno de los objetivos particulares de este estudio, es investigar cómo ciertas variables, conocidas como factores, actúan sobre una o más variables que son las respuestas registradas en la realización del experimento. Las pruebas de los modelos estadísticos se centran en contrastar si los factores realmente alteran los resultados de los experimentos al fijarlos en sus diferentes niveles.

Para realizar el análisis estadístico del diseño experimental de las respuestas (contenido final de moles de bismuto n_{Bif} , contenido final de moles de plomo n_{Pbf} , contenido final de moles de calcio n_{Caf} , contenido final de moles de cobre n_{Cuf}) obtenidas de las películas superconductoras, se seleccionó el análisis estadístico Señal/Ruido con la característica de calidad del mejor valor nominal.

2.6 Aplicación del análisis Señal/Ruido (S/R)

La aplicación del análisis Señal/Ruido se realizará de acuerdo al procedimiento descrito en el subcapítulo 1.2 17). Métodos de análisis estadístico Análisis Señal/Ruido

para una característica de calidad del “mejor valor nominal”. Este análisis como ya se mencionó, se basa en reducir la variabilidad y ajustar al valor promedio.

El análisis estadístico se realizará considerando como respuesta el número de moles finales de bismuto (contenido de bismuto en la película). El mejor valor nominal (μ) para el contenido de bismuto en las películas base-Bi es $\mu_{Bi} = 2$ moles.

El objetivo de este análisis es encontrar los niveles de los parámetros en estudio que proporcionen el valor más cercano a $\mu_{Bi} = 2$ moles.

2.6.1 Reducción de la variabilidad

9. Cálculo del promedio $\bar{P}_i$ de los valores de las réplicas, de acuerdo a la ecuación (2), donde n es el número de réplicas.
 10. Cálculo de la suma de cuadrados del promedio $\sum m$, de acuerdo a la ecuación (3).
 11. Cálculo de la varianza experimental v_e , de acuerdo a la ecuación (4).
 12. Cálculo de la relación S/R , de acuerdo a la ecuación (5).
 13. Cálculo del promedio de los valores $\overline{S/R}$ de los factores en cada nivel.
 14. Se construyen las gráficas del promedio de los valores $\overline{S/R}$, basándose en las respuestas promedio S/R de los factores.
 15. Se analiza la tabla de respuestas promedio $\overline{S/R}$ y las gráficas de respuestas $\overline{S/R}$, para determinar los factores que son más significativos para reducir la variación. Esto se realiza aplicando el criterio S/R en el que a menor valor de la varianza experimental la relación S/R es mayor en la respuesta, como se puede ver de la ecuación (5).
- Otros criterios que se pueden aplicar son la regla del pulgar para seleccionar aproximadamente la mitad de los factores estudiados, y el conocimiento propio de la reproducción de la composición de las películas base-Bi.
16. De acuerdo a los resultados obtenidos del análisis S/R , se eligen los factores con las mayores respuestas promedio S/R , y por lo tanto menor efecto en la variabilidad, y sus valores se establecen en el nivel de mayor respuesta S/R .

Para la siguiente etapa de ajuste al valor promedio, los niveles de los factores con mayor relación S/R se mantienen constantes.

2.6.2 Ajuste al valor promedio

En esta segunda etapa se utiliza el cálculo del ajuste al mejor valor nominal μ . Aquí se toman en cuenta los factores que afectan tanto a la variabilidad como al promedio.

En esta etapa se seleccionan los niveles apropiados de los factores que afectan únicamente al promedio.

7. Se calculan los promedios de las respuestas promedio $\overline{P}_j$ en cada nivel.
8. Se construyen las gráficas de los promedios de las respuestas promedio $\overline{P}_j$.
9. Se analizan las tablas de los promedios de las respuestas promedio $\overline{P}_j$ y sus gráficas, para determinar los factores que son más significativos para ajustar el valor promedio al mejor valor nominal μ .
10. Se elige el factor con mayor efecto en los promedios de las respuestas promedio $\overline{P}_j$ que no se hayan considerado en la reducción de la variabilidad.
11. Para establecer el nivel del factor que resulte con mayor efecto en los promedios de las respuestas promedio $\overline{P}_j$ y que no se haya considerado en la reducción de la variabilidad, se aplica el criterio de ajuste al mejor valor nominal de acuerdo a la ecuación (6). El nivel del parámetro se selecciona comparando el valor resultante de la aplicación del criterio de ajuste al mejor valor nominal, con los valores en los diferentes niveles del factor ajustado. El valor que se acerque más al valor resultante de la aplicación del criterio indicará el nivel del factor.

En el anexo B se presenta el cálculo realizado en excel.

III RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos de la estrategia del mejor valor nominal, aplicada al estudio de la composición en la preparación de películas de Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O a partir de heptanedionatos de metal por el método de depósito de aerosol (spray pyrolysis), así como, su análisis y discusión.

Conforme se sepa más acerca de las variables que son importantes en un proceso, y los valores de los factores (niveles) que conducen a la respuesta pretendida, será más fácil llegar a resultados muy cerca de los deseados.

3.1 Resultados obtenidos por la aplicación del mejor valor nominal.

El análisis estadístico de los resultados (Respuestas) del diseño experimental 3_{III}^{4-2} se realizó aplicando la herramienta Señal/Ruido, que tiene la característica de calidad del mejor valor nominal. Esta herramienta de análisis es adecuada, de acuerdo al objetivo pretendido en este trabajo de tesis, para conocer los valores de los factores (niveles) que conducen a la composición deseada (respuesta pretendida). La composición de las películas Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O se estudia en función del número de moles de los cationes Bi, Pb, Sr, Ca y Cu. Como a través del análisis estadístico sólo se puede estudiar una respuesta a la vez, que en el estudio de composición sería el contenido de alguno de los elementos, la determinación de los niveles de los factores (parámetros de preparación de las películas en estudio) se realizará considerando en primera instancia el contenido de bismuto en la película resultante (n_{Bif}). El procedimiento de análisis se presentó para n_{Bif} . Sin embargo, se mostrarán los resultados de los niveles de los factores para cada una de las respuestas de número de moles de plomo en la película (n_{Pbf}), número de moles de calcio en la película (n_{Caf}) y número de moles de cobre en la película (n_{Cuf}). Esto con el objetivo de observar si existe congruencia en los resultados de los niveles de los factores, independientemente de considerar como respuesta n_{Bif} , n_{Pbf} , n_{Caf} o n_{Cuf} . El contenido final de estroncio (n_{Srf}) se toma como base en el cálculo de la composición y por lo tanto no se considera como respuesta para el cálculo de los niveles de los factores.

El objetivo de la estrategia S/R aplicando la característica del mejor valor nominal, es reducir la variabilidad en el proceso y posteriormente ajustar al valor promedio.

3.1.1 Resultados de la reducción de la variabilidad

Las respuestas, promedios (P_i) y resultados de la relación Señal/Ruido, ecuación 5, para el análisis de n_{Bif} se muestran en la tabla 3.1.

En la tabla 3.2 se presentan los resultados de los promedios ($\bar{S}/\bar{R}$) en cada uno de los niveles estudiados, para cada uno de los factores.

En la figura 3.1 se muestran las gráficas de promedios ($\bar{S}/\bar{R}$) en la reducción de la variabilidad del proceso para el análisis de n_{Bif} , obtenidas con los valores mostrados en la tabla 3.2

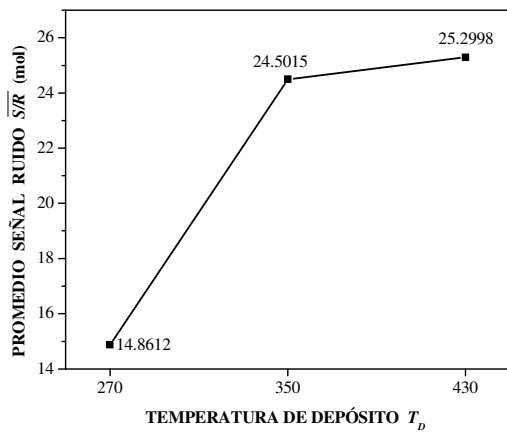
Tabla 3.1 Respuestas, promedios (P_i), y resultados de la relación Señal/Ruido, para el análisis de n_{Bif} .

RESPUESTAS, PROMEDIOS (P_i) Y S/R EN CADA CORRIDA EXPERIMENTAL PARA n_{Bif}					
Corridas Experimentales	n_{Bif} (mol)				
	Réplica 1 y_1	Réplica 2 y_2	Réplica 3 y_3	Promedio P_i	S/R
1	1.5634	1.0321	1.3542	1.3166	13.7775
2	0.9101	1.5181	0.8984	1.1089	9.7559
3	2.3711	2.7759	2.7759	2.6410	21.0503
4	0.8541	0.7966	0.7882	0.8130	27.1042
5	6.1980	5.6600	5.2893	5.7158	21.9356
6	6.7672	6.0795	6.1494	6.3320	24.4648
7	6.5830	5.9461	5.8698	6.1330	23.8906
8	8.3099	9.0654	8.3099	8.5617	25.8540
9	10.3891	9.6470	9.4793	9.8385	26.1549
			GRAN PROMEDIO ($\bar{P}$)	4.7178	

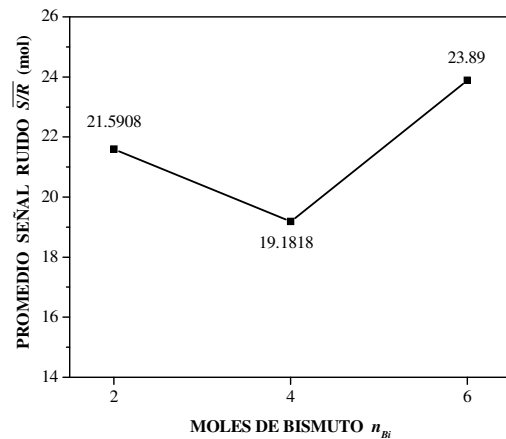
El análisis de la tabla 3.2, así como, el análisis de las gráficas de la figura 3.1, indican que los factores que presentan la mayor relación $\bar{S}/\bar{R}$ y por lo tanto la menor variabilidad son la temperatura de depósito T_D y el tiempo de recocido t_R , y se establecen por lo tanto en los niveles con la mayor relación $\bar{S}/\bar{R}$ que son: para la temperatura de depósito en su nivel tres T_{D3} y el tiempo de recocido en su nivel tres t_{R3} .

Tabla 3.2 Resultados del promedio $\overline{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Bif}

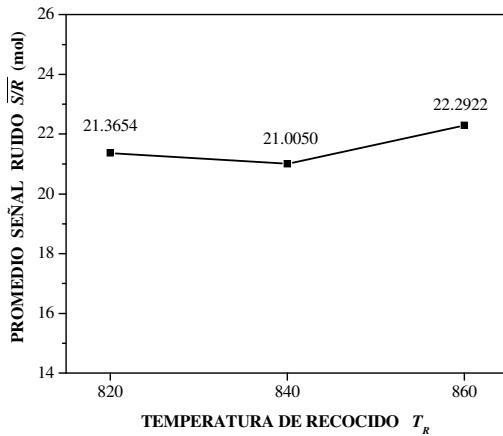
TABLA DE RESPUESTAS PROMEDIO $\overline{S/R}$ PARA n_{Bif} (MOL)				
NIVEL	T_D	n_{Bio}	T_R	t_R
1	14.8612	21.5908	21.3654	20.6227
2	24.5015	19.1818	21.0050	19.3704
3	25.2998	23.8900	22.2922	24.6695
EFFECTOS	10.4386	4.7082	1.2872.	5.2991



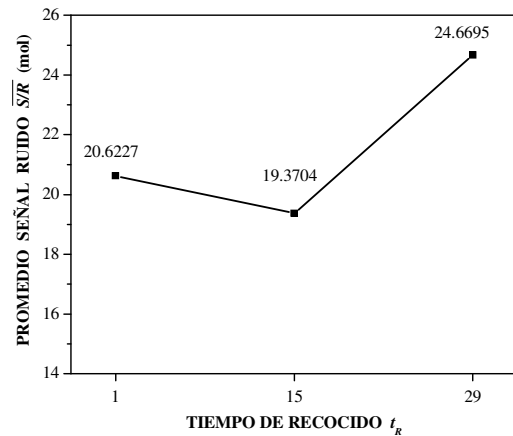
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 3.1 Gráficas de los promedios $\overline{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Bif} .

Los factores que resultaron con el menor valor en la relación $\overline{S}/\overline{R}$ o menor efecto en la reducción de la variabilidad fueron el número de moles de bismuto iniciales n_{Bio} y la temperatura de recocido T_R . El nivel de estos factores se determinará en el ajuste al valor promedio.

3.1.2 Resultados del ajuste del valor promedio

En la tabla 3.3 se presentan los promedios de las respuestas promedio $\overline{P}_j$ de los factores en cada nivel.

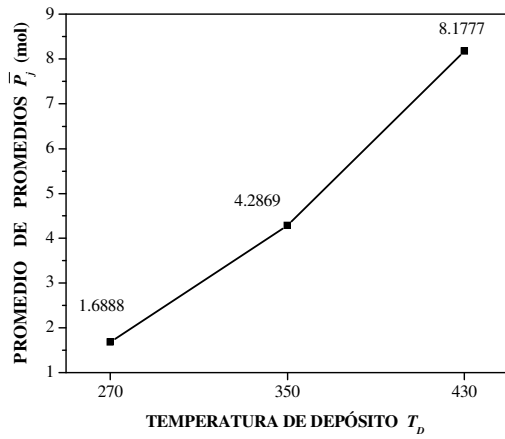
Tabla 3.3 Promedio de las respuestas promedio (P_j) de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Bif}

TABLA DE PROMEDIO DE PROMEDIOS $\overline{P}_j$ PARA n_{Bif} (mol)				
NIVEL	T_D	n_{Bio}	T_R	t_R
1	1.6888	2.7542	5.4034	5.6236
2	4.2869	5.1288	3.9201	4.5246
3	8.1777	6.2705	4.8299	4.0052
EFFECTOS	6.4889	3.5163	1.4833	1.6184

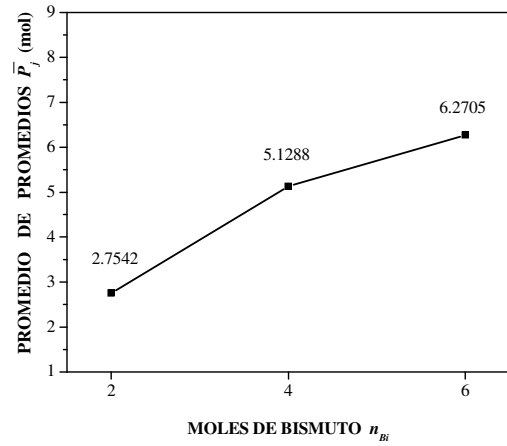
En la figura 3.2 se muestran las gráficas de promedio de promedios $\overline{P}_j$ en el ajuste del valor promedio del proceso para el análisis de n_{Bif} , obtenidas con los valores mostrados en la tabla 3.3.

El análisis del $\overline{P}_j$, de la tabla 3.3, así como, el análisis de las gráficas de la figura 3.2, indican que los factores que presentan el mayor promedio de promedios $\overline{P}_j$ y por lo tanto, el mayor efecto en el ajuste de $\overline{P}_j$ son la temperatura de depósito T_D y el n_{Bio} . La T_R y el t_R se consideran sin efecto en el ajuste del valor promedio. Como el nivel de la T_D se estableció en la etapa de reducción de la variabilidad, en esta etapa del ajuste del valor promedio se utiliza en su nivel T_{D3} . Por lo tanto, n_{Bio} será el factor de ajuste (se encontrará el nivel de n_{Bio} que conduzca al mejor valor nominal $\mu = n_{Bif} = 2$ mol). Entonces se puede estimar la respuesta basada en los niveles seleccionados de los efectos fuertes para la característica de calidad especificada $\mu = n_{Bif} = 2$ mol.

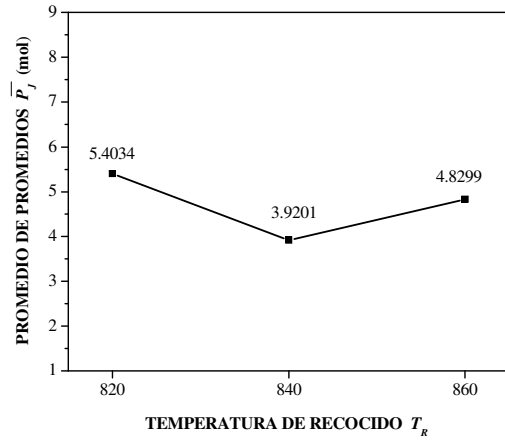
La función para estimar la predicción de la respuesta, en donde se consideran los factores con efecto en la reducción de la variabilidad T_{D3} y el factor con efecto en el ajuste al valor promedio n_{Bio} , es de acuerdo a la ecuación (6) como sigue:



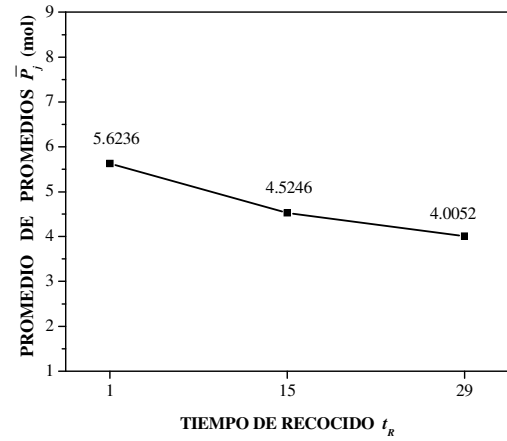
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 3.2 Gráficas de promedio de las respuestas promedios $\bar{P}_j$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Bif}

$$\mu = \bar{P} + (T_{D3} - \bar{P}) + (n_{Bio?} - \bar{P}) \quad \dots(7)$$

Despejando a $n_{Bio?}$:

$$n_{Bio?} = \bar{P} - T_{D3} + \mu \quad \dots(8)$$

Donde:

$$\mu = 2 \text{ mol}$$

$$\bar{P} = 4.7178 \text{ mol}$$

$$T_{D3} = 8.1777 \text{ mol}$$

Sustituyendo en la ecuación (8), se tiene

$$n_{Bi?} = -1.46 \text{ mol}$$

El nivel de n_{Bio} será el nivel cuyo valor mostrado en la tabla 3.3 se aproxime más al valor resultante de $n_{Bi?}$, que es n_{BiI} . El valor negativo de $n_{Bi?}$ resulta del exceso de Bi considerado.

En resumen, los resultados son los siguientes:

Los niveles óptimos de los factores que conducen al mejor valor nominal son: T_{D3} , por reducir la variabilidad y ajustar al valor promedio; n_{BiI} por ser el factor ajustado; $T_{RI,2,3}$ porque no afecta a la variabilidad ni al ajuste del promedio; t_{R3} por reducir la variabilidad. Con estos criterios se cumple con la estrategia que es reducir la variabilidad y mover el proceso al valor objetivo.

De manera similar se trataron los datos obtenidos para las respuestas n_{Pbf} , n_{Caf} y n_{Cuf} . El procedimiento de cálculo se presenta en el anexo C.

En la tabla 3.4 se presentan los niveles de los factores que conducen hacia el mejor valor nominal del número de moles finales del elemento considerado, para cada una de las respuestas obtenidas.

Tabla 3.4 Niveles de los factores que conducen hacia el mejor valor nominal en el estudio de composición de películas Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O

	NIVELES DE LOS FACTORES			
RESPUESTA	T_D	n_{Bio}	T_R	t_R
n_{Bif}	T_{D3}	n_{BioI}	$T_{RI,2,3}$	t_{R3}
n_{Pbf}	T_{D3}	$n_{BioI,2,3}$	$T_{RI,2}$	$t_{RI,2,3}$
n_{Caf}	T_{D3}	$n_{BioI,3}$	T_{RI}	t_{R3}
n_{Cuf}	T_{D2}	n_{BioI}	T_{RI}	t_{R2}

De la tabla 3.4 se puede observar lo siguiente:

Análisis de los niveles del factor T_D .

Para las respuestas n_{Bif} , n_{Pbf} y n_{Caf} el nivel recomendado del factor T_D para lograr la composición deseada ($\text{Bi}_2\text{Pb}_{0.7}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$) es el nivel 3 (430 °C). Para la respuesta n_{Cuf} el nivel recomendado de T_D es el nivel 2 (350°C). Sin embargo, analizando el cálculo en la determinación del nivel de T_D (anexo C) se observa que

este factor tiene efecto en la variabilidad considerando los niveles 1 (270 °C) y 2 (350 °C). Analizando el efecto que tendría el utilizar el nivel 3 (430°C) se observa que no se tendría efecto, porque el efecto del promedio de promedios $\bar{P}_j$ entre los niveles 2 y 3 es 2.3815 mol (que queda debajo del criterio del 50% que es 4.1082 mol). Por lo tanto, para la respuesta n_{cuf} se puede considerar el nivel 2 o el nivel 3, tabla 4.5.

Análisis de los niveles del factor n_{Bio} .

Para las respuestas n_{Bif} , n_{Pbf} , n_{Caf} y n_{Cuf} el nivel recomendado del factor n_{Bio} para lograr la composición deseada ($Bi_2Pb_{0.7}Sr_2Ca_2Cu_3O_x$) es el nivel 1 (2 mol). Las respuestas $n_{Bi1,2,3}$ y $n_{Bi1,3}$ que presentan varios niveles recomendados, significan que el factor no tiene efecto en la reducción de la variabilidad ni efecto en el ajuste del valor promedio, por lo tanto, sus niveles se pueden ajustar de acuerdo a disminución de costos o de acuerdo a requerimientos particulares como es éste el caso.

Análisis de los niveles del factor T_R .

Para las respuestas n_{Bif} , n_{Caf} y n_{Cuf} el nivel recomendado del factor T_R para lograr la composición deseada ($Bi_2Pb_{0.7}Sr_2Ca_2Cu_3O_x$) es el nivel 1 (820 °C). La respuesta $T_{R1,2,3}$ que presenta varios niveles recomendados, significa que el factor no tienen efecto en la reducción de la variabilidad ni efecto en el ajuste del valor promedio, por lo tanto, sus niveles se pueden ajustar de acuerdo a disminución de costos o de acuerdo a requerimientos particulares como es éste el caso. Para la respuesta n_{Pbf} el nivel recomendado de T_R es el nivel 2 (840 °C), sin embargo analizando el cálculo de la determinación del nivel de T_R (anexo C) se observa que este factor no tiene efecto en la variabilidad, pero sí en el ajuste del valor promedio considerando los niveles 2 (840 °C) y 3 (860 °C). Analizando el efecto que tendría el utilizar el nivel 1 (820°C) se observa que no se tendría efecto, porque el efecto del promedio de promedios $\bar{P}_j$ entre los niveles 1 y 2 es 0.0646 mol. Por lo tanto, para la respuesta n_{Pbf} se puede considerar el nivel 1 o el nivel 2, tabla 3.5.

Análisis de los niveles del factor t_R .

Para las respuestas n_{Bif} , n_{Pbf} y n_{Caf} el nivel recomendado del factor t_R para lograr la composición deseada ($Bi_2Pb_{0.7}Sr_2Ca_2Cu_3O_x$) es el nivel 3 (29 horas). La respuesta n_{Cuf} presenta el nivel recomendado t_{R2} . Sin embargo, analizando el cálculo

en la determinación del nivel de t_R (anexo C) se observa que este factor no tiene efecto en la variabilidad pero sí en el promedio de promedios $\bar{P}_j$, considerando los niveles 2 (15 h) y 3 (29 h). Analizando el efecto que tendría el utilizar el nivel 3 (29 h) se observa que sí se tendría efecto, porque el efecto del promedio de promedios $\bar{P}_j$ entre los niveles 2 y 3 es 1.5659 mol (el mayor de los efectos). Por lo tanto, se analizará el efecto de establecer t_R en el nivel 2 para las respuestas n_{Bif} y n_{Caf} .

Analizando el cálculo en la determinación del nivel de t_R en la respuesta de n_{Bif} , y n_{Caf} se observa que este factor sí tiene gran efecto en la variabilidad al cambiar del nivel 3 al nivel 2. Por lo tanto, el nivel recomendado de t_R , que conduzca a la composición deseada ($\text{Bi}_2\text{Pb}_{0.7}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$), será el nivel 3 por convenir en el control del contenido de n_{Bif} , n_{Pbf} y n_{Caf} .

En la tabla 3.5 se presentan los niveles recomendados de los factores estudiados en el control de la composición $\text{Bi}_2\text{Pb}_{0.7}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ en películas.

Tabla 3.5 Niveles de los factores recomendados que conducen hacia el mejor valor nominal en el estudio de composición en películas de Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O

	NIVELES DE LOS FACTORES			
RESPUESTA	T_D	n_{Bio}	T_R	t_R
n_{Bif}	T_{D3}	n_{Bio1}	T_{R1}	t_{R3}
n_{Pbf}	T_{D3}	n_{Bio1}	T_{R1}	$t_{R,3}$
n_{Caf}	T_{D3}	n_{Bio1}	T_{R1}	t_{R3}
n_{Cuf}	T_{D3}	n_{Bio1}	T_{R1}	t_{R3}

Confirmación del experimento

Con base en la reducción de la variabilidad y el acercamiento al valor promedio en el proceso estudiado, se predicen los niveles de los factores con los que existirá acercamiento a la composición ideal. Para verificar las predicciones, el resultado de esta confirmación no necesita ser el óptimo (de acuerdo con la validez estadística), pero sí se requiere que produzca un mejoramiento en el proceso. Los resultados de la composición de la película confirmatoria, y la composición ideal para fines de comparación, se muestran en la tabla 3.6.

Tabla 3.6 Corrida confirmatoria del análisis del diseño 3_{III}^{4-2} para las cuatro respuestas

CORRIDA CONFIRMATORIA DEL ANÁLISIS DEL DISEÑO 3_{III}^{4-2} PARA LAS CUATRO RESPUESTAS						
Corrida Experimental	COMPOSICIÓN DE LA PELÍCULA					
	<i>Bi</i>	<i>Pb</i>	<i>Sr</i>	<i>Ca</i>	<i>Cu</i>	<i>O</i>
<i>CONFIRMATORIA</i>	2.4394	0.6854	2	2.3741	3.1038	δ
<i>IDEAL</i>	2	0.7	2	2	3	δ

CONCLUSIONES

Del estudio sistemático de la composición en películas de Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O, preparadas a partir de compuestos órgano-metálicos por el método de depósito por aerosol, aplicando el diseño experimental 3^{4-2}_{III} y utilizando la herramienta para el análisis estadístico Señal/Ruido con la característica de mejor valor nominal, se concluye lo siguiente:

- ♦ Considerando como respuesta el contenido de bismuto final, n_{Bif} , las condiciones adecuadas para lograr la composición $\text{Bi}_2\text{Pb}_{0.7}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ son:

	NIVELES DE LOS FACTORES			
RESPUESTA	T_D (°C)	n_{Bio} (mol)	T_R (°C)	t_R (h)
n_{Bif}	$T_{D3} = 430$	$n_{Bio1} = 2$	$T_{R1,2,3} = 820, 840, 860$	$t_{R3} = 29$

- ♦ Considerando como respuesta el contenido de plomo final, n_{Pbf} , las condiciones adecuadas para lograr la composición $\text{Bi}_2\text{Pb}_{0.7}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ son:

	NIVELES DE LOS FACTORES			
RESPUESTA	T_D (°C)	n_{Bio} (mol)	T_R (°C)	t_R (h)
n_{Pbf}	$T_{D3} = 430$	$n_{Bio1,2,3} = 2, 4, 6$	$T_{R2} = 840$	$t_{R1,2,3} = 1, 15, 29$

- ♦ Considerando como respuesta el contenido de calcio final, n_{Caf} , las condiciones adecuadas para lograr la composición $\text{Bi}_2\text{Pb}_{0.7}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ son:

	NIVELES DE LOS FACTORES			
RESPUESTA	T_D (°C)	n_{Bio} (mol)	T_R (°C)	t_R (h)
n_{Caf}	$T_{D3} = 430$	$n_{Bio1,3} = 2, 6$	$T_{R1} = 820$	$t_{R,3} = 29$

- ♦ Considerando como respuesta el contenido de cobre final, n_{Cuf} , las condiciones adecuadas para lograr la composición $\text{Bi}_2\text{Pb}_{0.7}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ son:

	NIVELES DE LOS FACTORES			
RESPUESTA	T_D (°C)	n_{Bio} (mol)	T_R (°C)	t_R (h)
n_{Bif}	$T_{D3} = 430$	$n_{Bio1} = 2$	$T_{R1} = 820, 840, 860$	$t_{R2} = 15$

♦ Por lo tanto, considerando todas las respuestas, que representan la composición de la película, las condiciones adecuadas para lograr la composición $\text{Bi}_2\text{Pb}_{0.7}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ son:

	NIVELES DE LOS FACTORES			
COMPOSICIÓN	T_D (°C)	n_{Bio} (mol)	T_R (°C)	t_R (h)
$\text{Bi}_{n_{\text{Bif}}} \text{Pb}_{n_{\text{Pbf}}} \text{Sr}_2 \text{Ca}_{n_{\text{Caf}}} \text{Cu}_{n_{\text{Cuf}}} \text{O}_\delta$	$T_{D3} = 430$	$n_{\text{BioI}} = 2$	$T_{RI} = 820$	$t_{R3} = 29$

♦ Existe congruencia en los resultados obtenidos con todas las respuestas.

♦ Los resultados del diseño se comprueban con la corrida confirmatoria, aplicando las condiciones resultantes del análisis del diseño.

BIBLIOGRAFÍA

1. Takahashi N., Koikitu A., Seki I., Kamioka Y: J. Cryst. Growth Vol.144 (1994)48
2. Díaz-Valdés E., Jergel M., Falcony-Guajardo C., Morales F., Araujo-Osorio J: Thin Solid Films Vol. 373 (2000)122
3. Stryckmans O., Segato T., Duvigneaud P. H: Thin Solid Films Vol. 283 (1996)17
4. Leskela M., Möslä H. and Niinisto L: Supercond. Sci. Technol. Vol. 6 (1993)627
5. Díaz E., Jiménez F., Urbina E., Jergel M: Science and Engineering of HTC superconductivity IV, Trans Tech Publications, (2003) 121
6. Magaña Solís L. F, Los Superconductores, Ed. La ciencia para todos, 2ª ed. (1997) 15-91
7. www.salonhogar.com/ciencias/física/superconductividad/aplicaybene.htm
8. <http://ciencia.nasa.gov/headlines/y2003/05feb-superconductor.htm>
9. Montgomery D. C, Diseño y análisis de experimentos, Ed. Limusa, 2ª ed. (2003)1-491
10. Weiser M. W. and Fong K. B: Am. Cer. Soc. Bull. Vol. 73,1 (1995)83
11. Weiyan Ch., Quan L., Li Q., Chen W. M. and Liang S.S: Springer Sc. Bus. Media Inc. (2004)525
12. Bradley A. J: Res. & Dev. (1987)54
13. Cochran W. G, Diseños experimentales, Ed. Trillas, 7ª reimpresión, (1981) 15-30
14. Weimer R. C, Estadística, Ed. Continental, 5ª reimpresión (2003) 15-85
15. Ostle B, Estadística aplicada. Ed. Limusa, 13ª reimpresión 1991
16. http://www.udc.es/dep/mate/estadistica2/indice_gral.html
17. Mendez I., Experimentos Factoriales Fraccionales, Comunicaciones técnicas, UNAM-IIMAS (1977) 1-32
18. Prat-Bartés A., Tort-Mrtorell Llabrés X., Grima-Cintas P., Pozueta-Fernández L., Métodos Estadísticos Control y mejora de la calidad, Ed. Alfaomega, 5ª reimpresión (2000) 22-55

19. Martínez-López I. S., Aplicación de diseños experimentales en la preparación de películas superconductoras, Tesis de licenciatura, ESIQIE-IPN (2003)
20. Castillo-Apodaca E., Tesis de licenciatura, ESIQIE-IPN, en proceso.

ANEXO A

PREPARACIÓN DE LAS PELÍCULAS DE Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O^[20]

La preparación de las películas se realiza en dos etapas.

En la primer etapa se realiza el depósito de la películas precursoras por el método de depósito de aerosol, en donde se varía la temperatura de depósito (T_D).

El método de depósito por aerosol, es un método de depósito de soluciones, por lo que, previamente se preparan las soluciones fuente para el depósito. Estas soluciones fuente se preparan a una concentración constante, y con una composición $\text{Bi}_x\text{Pb}_{0.7}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$, en donde el contenido de bismuto (n_{Bio}) es el único que se varía. Las soluciones se prepararon con trifenil-bismuto (TPB), Pb (tmhd)₂, Sr (tmhd)₂, Ca (tmhd)₂ y Cu (tmhd)₂, donde tmhd = 2,2,6,6-tetrametil-3,5-heptanedionato.

En la segunda etapa, las películas precursoras se someten a un tratamiento térmico (recocido) para que se realice la reacción en estado sólido, a través de la cual se forman las fases superconductoras. En el tratamiento térmico se varía el tiempo de recocido (t_R) y la temperatura de recocido (T_R).

Las películas recocidas se analizan por espectroscopía de absorción atómica para determinar su composición (n_{Bif} , n_{Pbf} , n_{Srf} , n_{Caf} , n_{Cuf}). Se obtienen tres réplicas de la composición para la aplicación del análisis estadístico.

ANEXO B

PROCEDIMIENTO DEL CÁLCULO REALIZADO EN EXCEL DE LA APLICACIÓN DEL ANÁLISIS SEÑAL/RUIDO (S/R)

1.- Cálculo del promedio P_i .

$$I3 = PROMEDIO(F3:H3)$$

Determina el promedio de las tres réplicas para cada fila (corrida experimental), de acuerdo a la siguiente ecuación, teniendo como ejemplo los valores de n_{Bi} .

$$P_i = \frac{(y_1 + y_2 + y_3)}{3} = \frac{(1.5634 + 1.0321 + 1.3542)}{3} = 1.3166 \text{ mol de Bi}$$

Donde:

P_i representa el promedio de cada corrida.

y_1 es el valor de la primera réplica en la corrida.

y_2 , el valor de la segunda réplica en la corrida.

y_3 es el valor de la tercera réplica en la corrida.

Estos cálculos se realizan en las nueve corridas del diseño factorial fraccionado, para el número de moles de bismuto n_{Bi} (mol). Se muestra en la tabla B-1

2. Cálculo de la suma de cuadrados del promedio Sm , de acuerdo a la ecuación (3).

$$J3 = 3 * I3 * I3$$

Donde:

3 es el número de réplicas en el experimento. Tabla B-1

3. Cálculo del valor absoluto (lo que se encuentra en paréntesis) en la ecuación (5).

$$K3 = (J3 - VAR(F3:H3)) / 3 * VAR(F3:H3)$$

Donde:

$VAR(F3:H3)$ calcula la varianza con las tres réplicas en la primera corrida.

Tabla B-1

4. Cálculo de la relación S/R de acuerdo a la ecuación (5).

$$L3 = 10 * \log_{10}(K3)$$

Estos cálculos se realizan para las nueve corridas. Tabla B-1

Tabla B.1 Respuestas, promedios (P_i), Sm , $(Sm-Ve)/nve$ y resultados de la relación Señal/Ruido, para el análisis de n_{Bif}

RESPUESTAS, PROMEDIOS (P_i), Sm , $(Sm-Ve)/nve$ Y S/R EN CADA CORRIDA EXPERIMENTAL PARA n_{Bif}								
Celdas	Corridas Experimentales	n_{Bif} (mol)						
		Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3	Promedio	Sm	$(Sm-Ve)/nve$	S/R
		y_1	y_2	y_3	P_i			
3	1	1.5634	1.0321	1.3542	1.3166	5.2	23.8646	13.7775
4	2	0.9101	1.5181	0.8984	1.1089	3.6888	9.4534	9.7559
5	3	2.3711	2.7759	2.7759	2.641	20.9241	127.3594	21.0503
6	4	0.8541	0.7966	0.7882	0.813	1.9827	513.3563	27.1042
7	5	6.198	5.66	5.2893	5.7158	98.1000	156.1573	21.9356
8	6	6.7672	6.0795	6.1494	6.332	120.2839	279.5614	24.4648
9	7	6.583	5.9461	5.8698	6.133	112.8398	244.9393	23.8906
10	8	8.3099	9.0654	8.3099	8.5617	219.9098	384.9460	25.854
11	9	10.3891	9.647	9.4793	9.8385	290.3863	412.5660	26.1549
		F	G	H	I	J	K	L

5. Cálculo del promedio de los valores S/R de los factores en cada nivel.

$$B16 = PROMEDIO(L3:L5)$$

Donde:

(L3:L5), indica las celdas a las que se les aplica el promedio.

Esto se realiza para los tres niveles y los cuatro parámetros. Tabla B-2

6. Cálculo del rango o la diferencia como el valor mayor menos el menor de los promedios de los valores S/R de los factores en cada nivel. Este proceso se lleva a cabo cuando se estudian más de dos niveles, como es este caso particular de estudio. Esto permite obtener el efecto en el valor de la relación Señal/Ruido de cada factor. Tabla B-2

$$= MAX(B16:B18) - MIN(B16:B18)$$

7. Se calculan los promedios de las respuestas promedio $\overline{P_j}$ de los factores en cada nivel.

Tabla B-3

$$I16 = PROMEDIO(I3:I5)$$

8. Cálculo del rango o la diferencia como el valor mayor menos el menor de los promedios de las respuestas promedio $\overline{P_j}$ de los factores en cada nivel.

$$= \text{MAX}(I16 : I18) - \text{MIN}(I16 : I18)$$

Esto permite obtener el efecto del valor promedio de cada factor. Tabla B-3

Tabla B.2 Resultados del promedio $\overline{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Bif}

TABLA DE RESPUESTAS PROMEDIO $\overline{S/R}$ PARA n_{Bif} (mol)					
CELDA	NIVEL	T_D	n_{Bio}	T_R	t_R
16	1	14.8612	21.5908	21.3654	20.6227
17	2	24.5015	19.1818	21.0050	19.3704
18	3	25.2998	23.8900	22.2922	24.6695
19	EFFECTOS	10.4386	4.7082	1.2872.	5.2991
		B	C	D	E

Tabla B.3 Promedio de las respuestas promedio ($\overline{P}_j$) de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Rif}

TABLA DE PROMEDIO DE PROMEDIOS $\overline{P}_j$ PARA n_{Bif} (mol)					
CELDA	NIVEL	T_D	n_{Bio}	T_R	t_R
16	1	1.6888	2.7542	5.4034	5.6236
17	2	4.2869	5.1288	3.9201	4.5246
18	3	8.1777	6.2705	4.8299	4.0052
19	EFFECTOS	6.4889	3.5163	1.4833	1.6184
		I	J	K	L

Este procedimiento se aplica a las respuestas de cada uno de los elementos presentes en las películas (Bi, Pb, Ca, Cu) excepto Sr que es el elemento que se toma como base de cálculo de la composición.

ANEXO C

APLICACIÓN DE LA ESTRATEGIA S/R (CON LA CARACTERÍSTICA DEL MEJOR VALOR NOMINAL).

- Para la respuesta número de moles de Pb, n_{Pbf} .

1) Reducción de la variabilidad

Las respuestas, promedios (P_i) y resultados de la relación Señal/Ruido, ecuación 5, para el análisis de n_{Pbf} se muestran en la tabla C-1.

En la tabla C-2 se presentan los resultados de los promedios ($\bar{S}/\bar{R}$) en cada uno de los niveles estudiados, para cada uno de los factores.

En la figura C-1 se muestran las gráficas de respuestas ($\bar{S}/\bar{R}$) en la reducción de la variabilidad del proceso para el análisis de n_{Pbf} , obtenidas con los valores mostrados en la misma tabla.

Tabla C-1 Respuestas, promedios (P_i) y resultados de la relación Señal/Ruido, para el análisis de n_{Pbf} .

RESPUESTAS, PROMEDIOS (P_i) Y S/R PARA CADA CORRIDA EXPERIMENTAL n_{Pbf}					
Corridas Experimentales	n_{Pbf} (mol)				
	Réplica 1 y_1	Réplica 2 y_2	Réplica 3 y_3	Promedio (P_i)	S/R
1	1.2902	0.6311	0.7841	0.9018	8.1298
2	0.6491	1.5312	0.5921	0.9241	4.3893
3	0.8308	0.5133	0.5133	0.6191	10.4432
4	0.6030	0.6174	0.6229	0.6144	35.5323
5	0.5001	0.4511	0.4164	0.4559	20.6885
6	0.4823	0.4440	0.4440	0.4568	26.2977
7	0.5612	0.5382	0.5533	0.5509	33.4673
8	0.5562	0.5791	0.5943	0.5765	29.5583
9	0.5689	0.6063	0.5957	0.5903	29.7196
			GRAN PROMEDIO ($\bar{P}$)	0.6322	

Tabla C-2 Resultados de los promedios $\overline{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Pbf}

TABLA DE RESPUESTAS PROMEDIO $\overline{S/R}$ PARA n_{Pbf} (mol)				
NIVEL	T_D	n_{Bio}	T_R	t_R
1	7.6541	25.7098	21.3286	19.5126
2	27.5062	18.2120	23.2137	21.3848
3	30.9150	22.1535	21.5330	25.1779
EFFECTOS	23.2609	7.4978	1.8851	5.6653

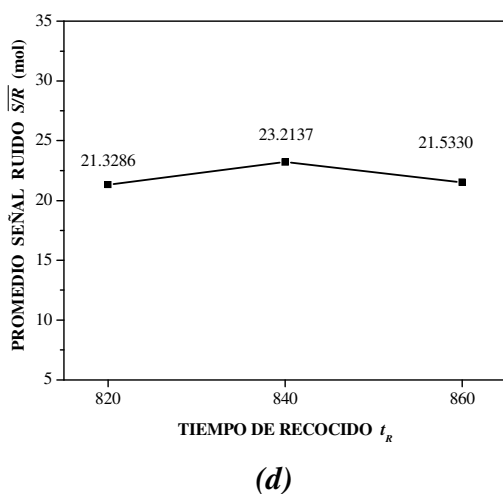
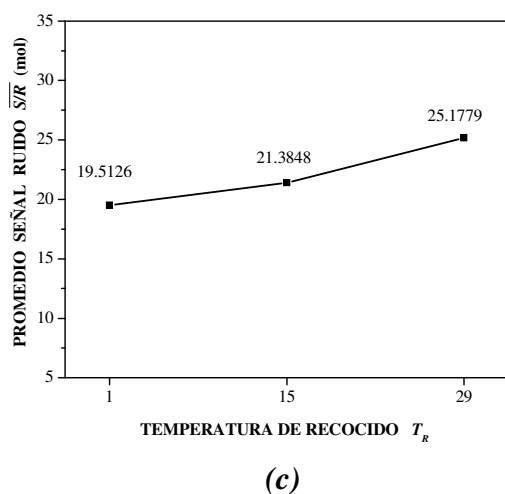
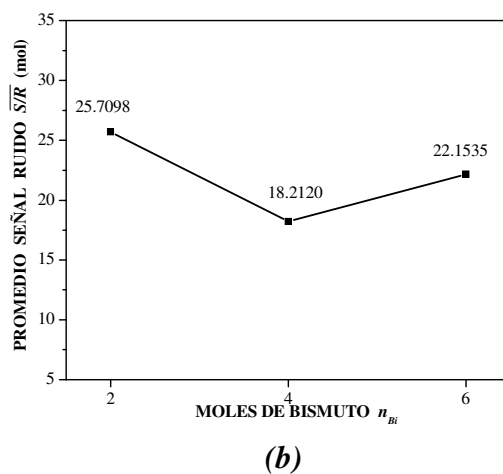
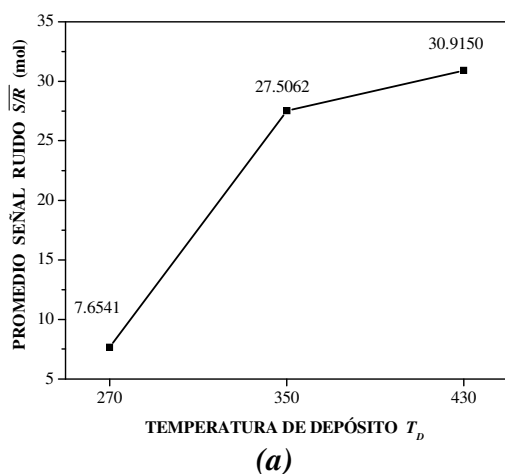


Figura C-1 Gráficas de los promedios $\overline{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Pbf}

El análisis de los promedios $\overline{S/R}$, de la tabla C-2, así como, el análisis de las gráficas de la figura C-1, indican que los factores que presentan la mayor relación S/R y por lo tanto la menor variabilidad son la temperatura de depósito T_D , y se establece por lo tanto en el nivel con la mayor relación S/R que es T_{D3} . Los factores que resultaron con el menor efecto en la relación S/R o menor efecto en la reducción de la variabilidad fueron el número de moles de bismuto iniciales n_{Bio} , la temperatura de recocido T_R y el tiempo de recocido t_R . El nivel de estos factores se determinará en el ajuste al valor promedio.

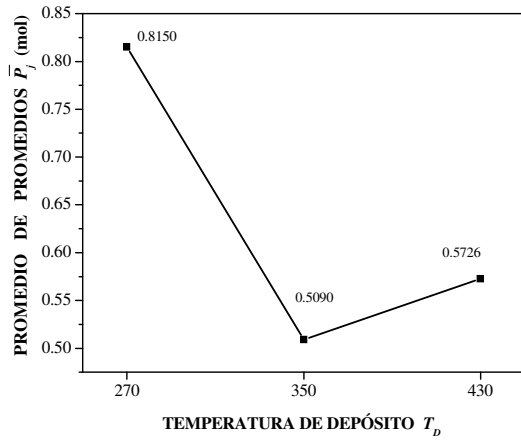
2) Ajuste del valor promedio

En la tabla C-3 se presentan el promedio de las respuestas promedio $\overline{P}_j$ de los factores en cada nivel. En la figura C-2 se muestran las gráficas de promedio de las respuestas promedio $\overline{P}_j$ en el ajuste del valor promedio del proceso para el análisis de n_{pbf} , obtenidas con las respuestas mostradas en la tabla C-3. El análisis del promedio de las respuestas promedio $\overline{P}_j$, de la tabla C-3, así como, el análisis de las gráficas de la figura C-2, indican que los factores que presentan el mayor promedio de promedios $\overline{P}_j$ y por lo tanto, el mayor efecto en el ajuste de $\overline{P}_j$ son la temperatura de depósito T_D y el T_R .

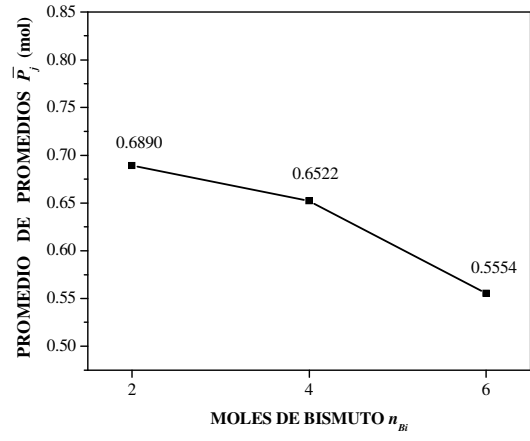
El n_{Bio} y el t_R se consideran sin efecto en el ajuste del valor promedio. Como el nivel de la T_D se estableció en la etapa de reducción de la variabilidad, en esta etapa del ajuste del valor promedio se fija en T_{D3} . Por lo tanto, T_R será el factor de ajuste (se encontrará el nivel de T_R que conduzca al mejor valor nominal $\mu = n_{pbf} = 0.7$ mol).

Tabla C-3 Promedio de las respuestas promedio (P_j), de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{pbf}

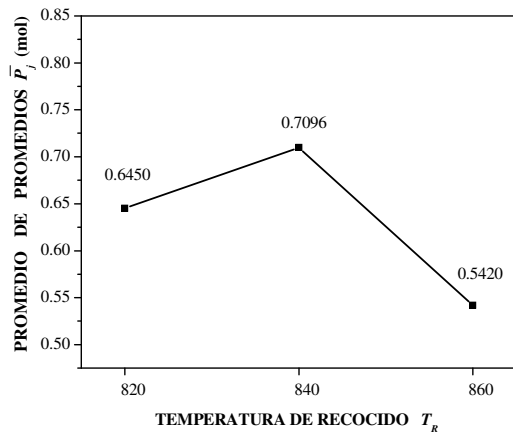
TABLA DE PROMEDIO DE PROMEDIOS $\overline{P}_j$ PARA				
n_{pbf} (mol)				
NIVEL	T_D	n_{Bio}	T_R	t_R
1	0.8150	0.6890	0.6450	0.6493
2	0.5090	0.6522	0.7096	0.6439
3	0.5726	0.5554	0.5420	0.6034
EFFECTOS	0.3060	0.1336	0.1677	0.0459



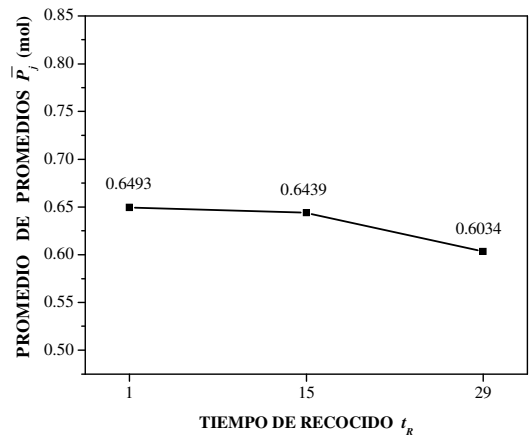
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura C-2 Gráficas de promedio de las respuestas promedios $\bar{P}_j$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Pbf} .

Entonces se puede estimar la respuesta basada en los niveles seleccionados de los efectos fuertes para la característica de calidad especificada $\mu = n_{Pbf} = 0.7$ mol.

La función para estimar la predicción de la respuesta, en donde se consideran los factores con efecto en el ajuste al valor promedio T_{D3} (nivel establecido en la reducción de la variabilidad) y el factor T_R , es de acuerdo a la ecuación C1 como sigue:

$$\mu = \bar{P} + (T_{D3} - \bar{P}) + (T_R - \bar{P}) \quad \dots(C1)$$

Despejando a T_R :

$$T_{R?} = \bar{P} - T_{D3} + \mu \quad \dots(C2)$$

Donde:

$$\mu = 0.7 \text{ mol}$$

$$\bar{P} = 0.6322 \text{ mol}$$

$$T_{D3} = 0.5726 \text{ mol}$$

Sustituyendo en la ecuación (C2), se tiene

$$T_{R?} = 0.7596 \text{ mol}$$

El nivel de T_R será el nivel cuyo valor mostrado en la tabla C-3 se aproxime más al valor resultante de $T_{R?}$, que es T_{R2} . En resumen, los resultados son los siguientes:

Los niveles óptimos de los factores que conducen al mejor valor nominal son: T_{D3} , por reducir la variabilidad y ajustar al valor promedio; T_{R2} por ser el factor ajustado; $n_{Bi1,2,3}$ y $t_{R1,2,3}$ porque no afectan a la variabilidad ni al ajuste del promedio. Los niveles en estos factores se pueden establecer en función del costo o de las necesidades. Con estos criterios se cumple con la estrategia que es reducir la variabilidad y mover el proceso al valor objetivo.

- **Para la respuesta número de moles de Ca, n_{Caf} .**

Reducción de la variabilidad

Las respuestas, promedios (P_i) y resultados de la relación Señal/Ruido, ecuación 5, para el análisis de n_{Caf} se muestran en la tabla C-4.

En la tabla C-5 se presentan los resultados de los promedios ($\bar{S}/\bar{R}$) en cada uno de los niveles estudiados, para cada uno de los factores.

En la figura C-3 se muestran las gráficas de respuestas ($\bar{S}/\bar{R}$) en la reducción de la variabilidad del proceso para el análisis de n_{Caf} , obtenidas con los valores mostrados en la misma tabla.

El análisis de los promedios $\bar{S}/\bar{R}$, de la tabla C-5, así como, el análisis de las gráficas de la figura C-3, indican que los factores que presentan la mayor relación S/R y por lo tanto la menor variabilidad son la temperatura de depósito T_R , y se establece por lo tanto

Tabla C-4 Respuestas, promedios (P_i) y resultados de la relación Señal/Ruido, para el análisis de n_{Caf}

RESPUESTAS, PROMEDIOS (P_i) Y S/R PARA CADA CORRIDA EXPERIMENTAL n_{Caf}					
Corridas Experimentales	n_{Caf} (mol)				
	Réplica 1 y_1	Réplica 2 y_2	Réplica 3 y_3	Promedio (P_i)	S/R
1	7.7811	7.0629	7.3891	7.4110	26.2777
2	7.4566	7.1615	3.6540	6.0907	9.0073
3	3.5280	4.1000	3.4073	3.6784	19.9336
4	5.5868	4.8532	5.9900	5.4767	19.5406
5	7.9841	7.2871	5.6167	6.9626	15.1081
6	5.2544	4.5180	4.7730	4.8485	22.2471
7	4.4131	4.2133	5.7634	4.7966	15.0550
8	8.6263	8.2718	8.2718	8.3900	32.2532
9	8.7832	7.3516	6.8435	7.6594	17.6085
			GRAN PROMEDIO ($\bar{P}$)	6.1460	

Tabla C-5 Resultados del promedio $\bar{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Caf}

TABLA DE RESPUESTAS PROMEDIO $\bar{S/R}$ PARA n_{Caf} (mol)				
NIVEL	T_D	n_{Bio}	T_R	t_R
1	18.4062	20.2911	26.9260	19.6648
2	18.9653	18.7895	15.3854	15.4364
3	21.6389	19.9297	16.6989	23.9091
EFFECTOS	3.2327	1.5016	11.5406	8.4727

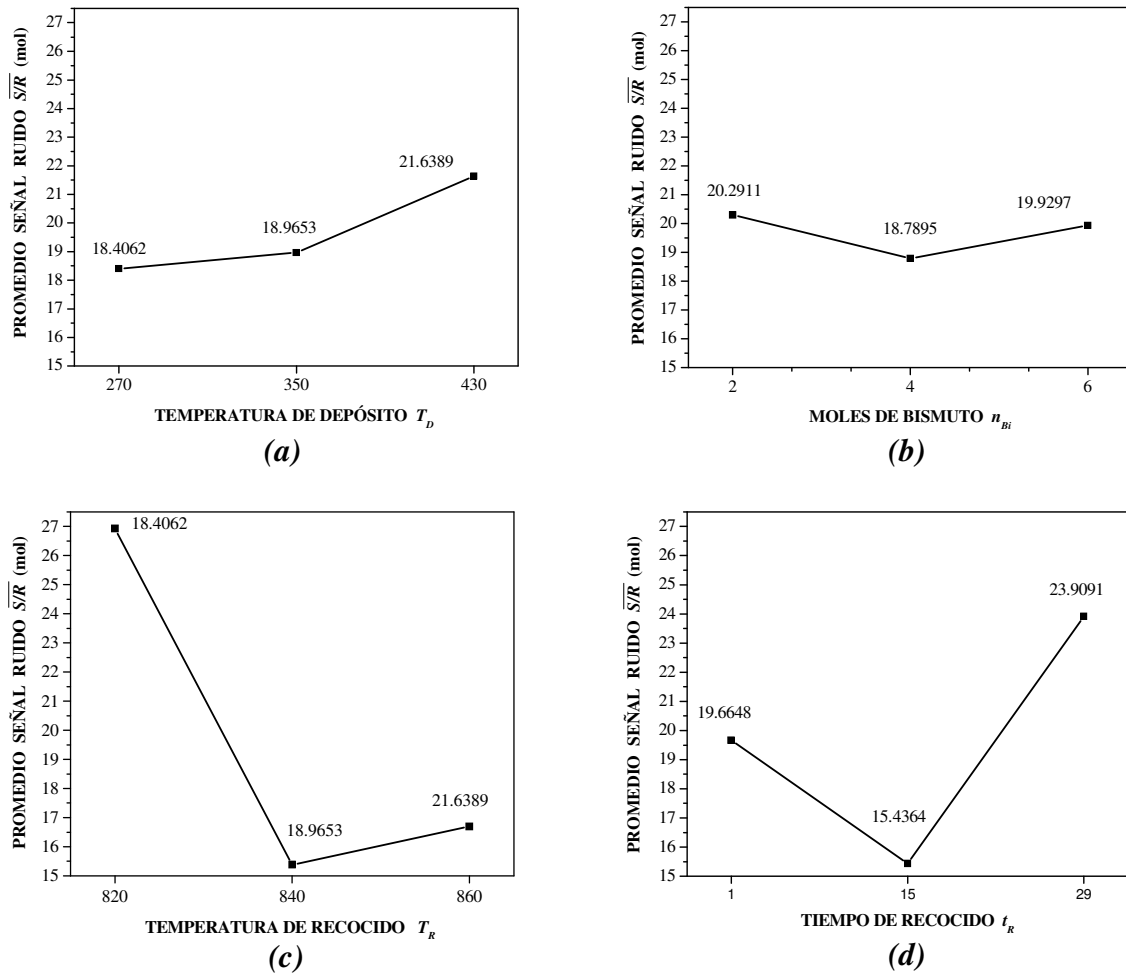


Figura C-3 Gráficas de los promedios $\overline{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Caf} .

en el nivel con la mayor relación S/R que es T_{R1} ; y t_R que se establece en el nivel con la mayor relación S/R que es t_{R3} . Los factores que resultaron con el menor efecto en la relación S/R o menor efecto en la reducción de la variabilidad fueron el número de moles iniciales de bismuto n_{Bio} y la temperatura de depósito T_D . El nivel de estos factores se determinará en el ajuste al valor promedio.

2) Ajuste del valor promedio

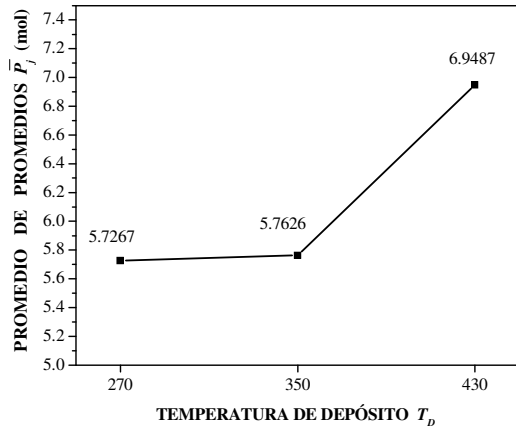
En la tabla C-6 se presentan el promedio de las respuestas promedio $\overline{P}_j$ de los factores en cada nivel. En la figura C-4 se muestran las gráficas de promedio de promedios $\overline{P}_j$ en el ajuste del valor promedio del proceso para el análisis de n_{Caf} , obtenidas con las respuestas mostradas en la tabla C-6.

Tabla C-6 Promedio de las respuestas promedio ($\bar{P}_j$), de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Caf}

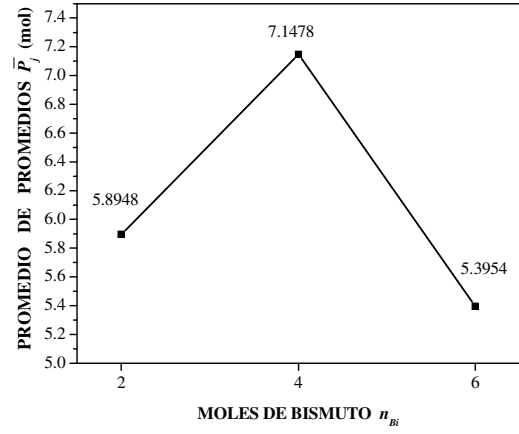
TABLA DE PROMEDIO DE PROMEDIOS $\bar{P}_j$ PARA				
n_{Caf} (mol)				
NIVEL	T_D	n_{Bio}	T_R	t_R
1	5.7267	5.8948	6.8832	7.3444
2	5.7626	7.1478	6.4089	5.2453
3	6.9487	5.3954	5.1459	5.8484
EFFECTOS	1.2220	1.7524	1.7373	2.0991

El análisis de la tabla C-6, así como, el análisis de las gráficas de la figura C-4, indican (de acuerdo al criterio del 50%) que todos los factores presentan efecto en el promedio de promedios $\bar{P}_j$. Sin embargo, los niveles de T_R y t_R se establecieron en la etapa de reducción de la variabilidad en T_{R1} y t_{R3} . Por lo tanto, de los factores T_D y n_{Bio} se selecciona el n_{Bio} para el ajuste del valor promedio, porque presenta el mayor efecto en el promedio de promedios $\bar{P}_j$. Entonces se puede estimar la respuesta basada en los niveles seleccionados de los efectos fuertes para la característica de calidad especificada $\mu = n_{Caf} = 2$ mol.

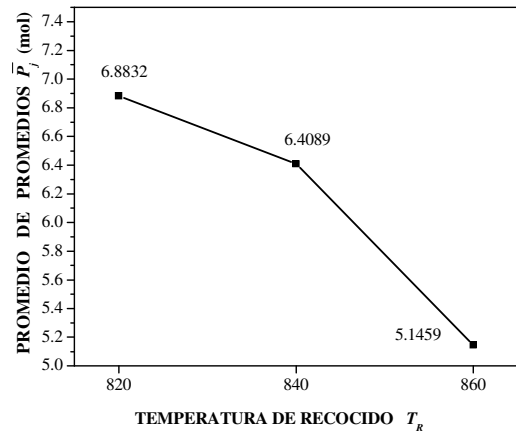
La función para estimar la predicción de la respuesta, en donde se consideran los factores con efecto en el ajuste al valor promedio T_{R1} ; t_{R3} (niveles establecidos en la reducción de la variabilidad) y los factores T_{D3} (se selecciona el nivel 3 porque es el nivel que afecta más al valor promedio) y n_{Bio} ? (que es el factor cuyo nivel se va a determinar) es como sigue:



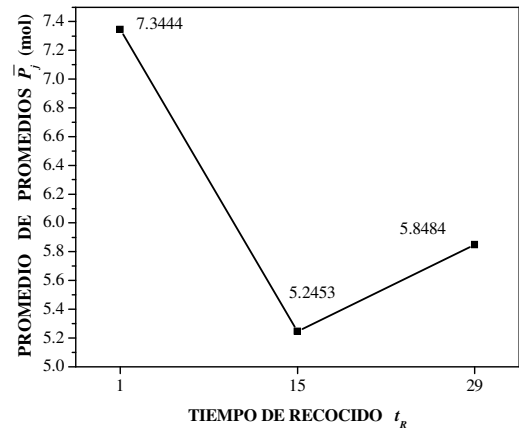
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura C-4 Gráficas de promedio de las respuestas promedios $\bar{P}_j$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{caf}

$$\mu = \bar{P} + (T_{D3} - \bar{P}) + (T_{R1} - \bar{P}) + (t_{R3} - \bar{P}) + (n_{Bio?} - \bar{P}) \quad \dots(C3)$$

Despejando a $n_{Bio?}$:

$$n_{Bio?} = \mu + 3\bar{P} - T_{D3} - T_{R1} - t_{R3} \quad \dots(C4)$$

Donde:

$$\mu = 2 \text{ mol}$$

$$\bar{P} = 6.1460 \text{ mol}$$

$$T_{D3} = 6.9487 \text{ mol}$$

$$T_{R1} = 6.8832 \text{ mol}$$

$$t_{R3} = 5.8484 \text{ mol}$$

Sustituyendo en la ecuación (C4), se tiene

$$n_{Bio?} = 0.7577 \text{ mol}$$

El nivel de $n_{Bio?}$ será el nivel cuyo valor mostrado en la tabla C-6 se aproxime más al valor resultante de $n_{Bio?}$, que es n_{Bio3} o n_{Bio1} porque sus valores son muy cercanos. En resumen, los resultados son los siguientes:

Los niveles óptimos de los factores que conducen al mejor valor nominal son: T_{D3} , ajustar al valor promedio; T_{R1} y t_{R3} por reducir la variabilidad; y $n_{Bio1,3}$ por ser el factor ajustado. Con estos criterios se cumple con la estrategia de reducir la variabilidad y mover el proceso al valor objetivo.

- **Para la respuesta número de moles de Cu, n_{Cuf} .**

1) Reducción de la variabilidad

Las respuestas, promedios (P_i) y resultados de la relación Señal/Ruido, ecuación 5, para el análisis de n_{Cuf} se muestran en la tabla C-7.

En la tabla C-8 se presentan los resultados de los promedios ($\bar{S}/\bar{R}$) en cada uno de los niveles estudiados, para cada uno de los factores.

En la figura C-5 se muestran las gráficas de respuestas ($\bar{S}/\bar{R}$) en la reducción de la variabilidad del proceso para el análisis de n_{Cuf} , obtenidas con los valores mostrados en la misma tabla.

Tabla C-7 Respuestas, promedios (P_i) y resultados de la relación Señal/Ruido, para el análisis de n_{Cuf} .

RESPUESTAS, PROMEDIOS (P_i) Y S/R PARA CADA CORRIDA EXPERIMENTAL PARA n_{Cuf}					
Corridas Experimentales	n_{Cuf} (mol)				
	Réplica 1 y_1	Réplica 2 y_2	Réplica 3 y_3	Promedio (P_i)	S/R
1	3.2720	4.0300	3.7244	3.6755	19.6639
2	3.6345	2.8530	3.7429	3.4101	16.9017
3	3.8041	3.8041	6.2767	4.6283	10.0766
4	6.8949	6.6191	6.2044	6.5728	25.5301
5	3.5973	3.4474	4.2430	3.7626	18.9694
6	3.3870	3.2176	3.6773	3.4273	23.3645
7	4.1240	4.2623	5.7666	4.7176	14.2292
8	4.7200	5.2177	5.2177	5.0518	24.8961
9	5.3695	5.1254	4.5566	5.0172	21.5940
			GRAN PROMEDIO ($\bar{P}$)	4.4737	

Tabla C-8 Resultados de los promedios $\bar{S}/\bar{R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Cuf}

TABLA DE RESPUESTAS PROMEDIO $\bar{S}/\bar{R}$ PARA n_{Cuf} (mol)				
NIVEL	T_D	n_{Bio}	T_R	t_R
1	15.5474	19.8077	22.6415	20.0758
2	22.6213	20.2557	21.3419	18.1651
3	20.2398	18.3450	14.4251	20.1676
EFFECTOS	7.0739	1.9107	8.2164	2.0025

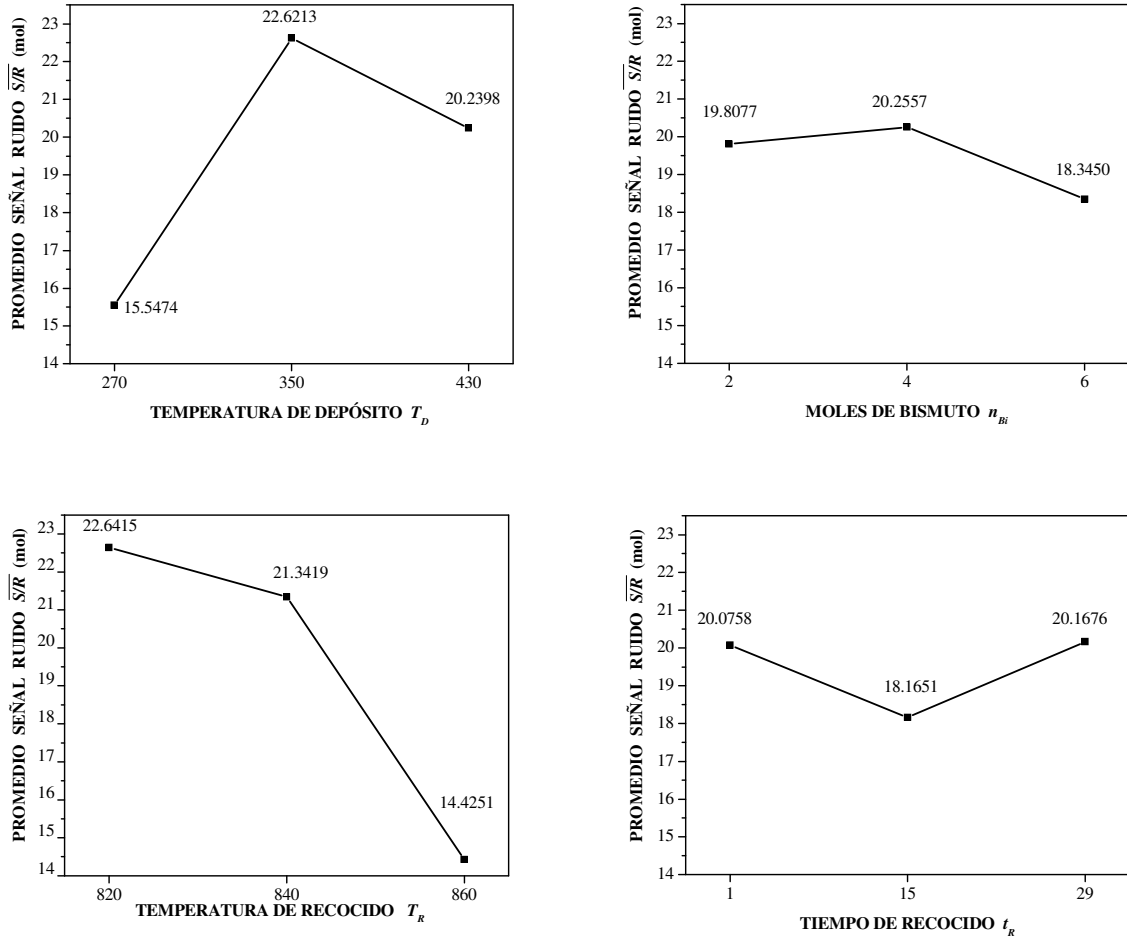


Figura C-5 Gráficas de los promedios $\overline{S/R}$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{cuf} .

El análisis de los promedios $\overline{S/R}$, de la tabla C-8, así como, el análisis de las gráficas de la figura C-5, indican que los factores que presentan la mayor relación S/R y por lo tanto la menor variabilidad son la temperatura de depósito T_D que se establece por lo tanto en el nivel con la mayor relación S/R que es T_{D2} ; y T_R en el nivel 1, T_{R1} . Los factores que resultaron con el menor efecto en la relación S/R o menor efecto en la reducción de la variabilidad fueron el número de moles de bismuto iniciales n_{Bio} y el tiempo de recocido t_R . El nivel de estos factores se determinará en el ajuste al valor promedio.

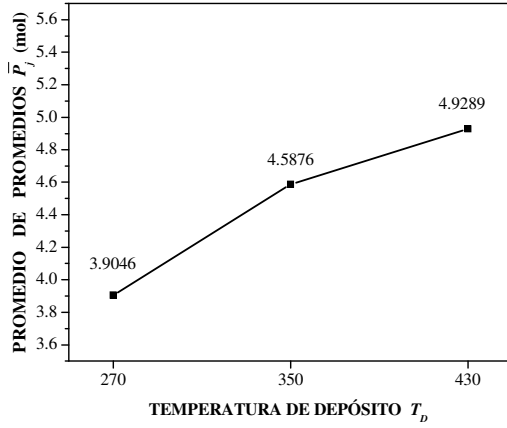
2) Ajuste del valor promedio

En la tabla C-9 se presentan los promedios de las respuestas promedio $\bar{P}_j$ de los factores en cada nivel. En la figura C-6 se muestran las gráficas de promedio de promedios $\bar{P}_j$ en el ajuste del valor promedio del proceso para el análisis de n_{cuf} , obtenidas con las respuestas mostradas en la tabla C-9. El análisis de la tabla C-9, así como, el análisis de las gráficas de la figura C-6, (de acuerdo al criterio del 50%) indican que los factores que presentan el mayor promedio de promedios $\bar{P}_j$ y, por lo tanto, el mayor efecto en el ajuste de $\bar{P}_j$ son todos los factores, es decir, T_D , n_{Bio} , T_R y t_R .

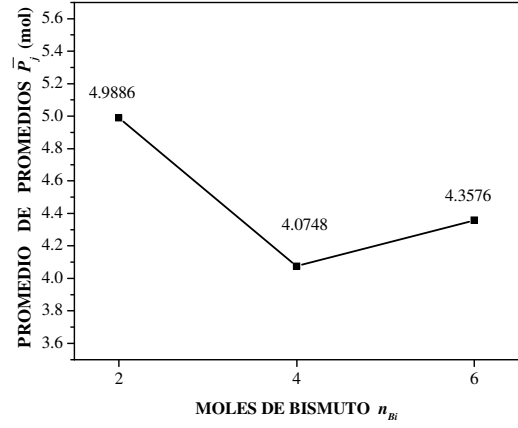
La T_D y la T_R se establecieron en la etapa de reducción de la variabilidad. Por lo tanto, se deben ajustar los niveles de los factores n_{Bio} y t_R . En esta etapa, para el ajuste al valor promedio, se selecciona el factor con mayor efecto en el promedio de promedios $\bar{P}_j$ que es t_R . El nivel del número de moles iniciales de bismuto n_{Bio} se elige como el nivel que contribuye más al promedio de promedios $\bar{P}_j$, que es el nivel 1 quedando como n_{Bio1} . Entonces, para t_R se encontrará el nivel de que conduzca al mejor valor nominal $\mu = n_{Cuf} = 3$ mol.

Tabla C-9 Promedio de las respuestas promedio (P_j), de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{cuf}

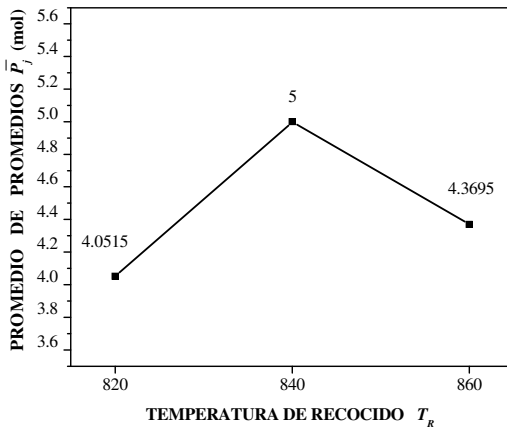
TABLA DE PROMEDIO DE PROMEDIOS $\bar{P}_j$ PARA				
n_{Cuf} (mol)				
NIVEL	T_D	n_{Bio}	T_R	t_R
1	3.9046	4.9886	4.0515	4.1517
2	4.5876	4.0748	5.0000	3.8517
3	4.9289	4.3576	4.3695	5.4176
EFFECTOS	1.0242	0.9138	0.9485	1.5659



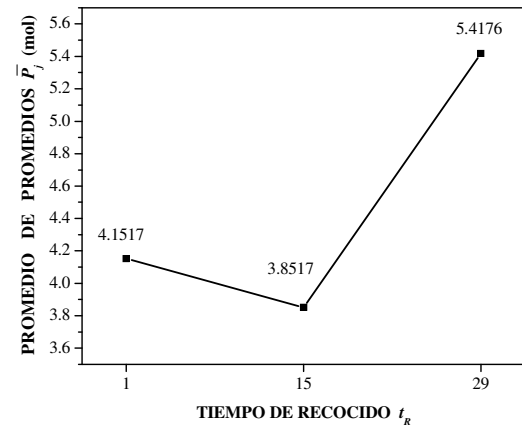
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura C.6 Gráficas de promedio de las respuestas promedios $\bar{P}_j$, de los factores en cada nivel, para el análisis de n_{Cuf}

La respuesta basada en los niveles seleccionados de los efectos fuertes para la característica de calidad especificada $\mu = n_{cuf} = 3$ mol se puede estimar con la función de predicción.

La función para estimar la predicción de la respuesta, en donde se consideran los factores con efecto en el ajuste al valor promedio T_{D2} y T_{R1} (nivel establecido en la reducción de la variabilidad) y el factor n_{Bio1} , en donde el factor de ajuste es t_R , es como sigue:

$$\mu = \bar{P} + (T_{D2} - \bar{P}) + (T_{R1} - \bar{P}) + (n_{Bio1} - \bar{P}) + (t_{R?} - \bar{P}) \quad \dots(C5)$$

Despejando a $t_{R?}$:

$$t_{R?} = \mu + 3\bar{P} - T_{D2} - T_{R1} - n_{Bio1} \quad \dots(C6)$$

Donde:

$$\mu = 3 \text{ mol}$$

$$\bar{P} = 4.4737 \text{ mol}$$

$$T_{D2} = 4.5876 \text{ mol}$$

$$T_{R1} = 4.0515 \text{ mol}$$

$$n_{Bi1} = 4.9886 \text{ mol}$$

Sustituyendo en la ecuación (C6), se tiene

$$t_{R?} = 2.7934 \text{ mol}$$

El nivel de t_R será el nivel cuyo valor mostrado en la tabla C-9 se aproxime más al valor resultante de $t_{R?}$, que es t_{R2} . En resumen, los resultados son los siguientes:

Los niveles óptimos de los factores que conducen al mejor valor nominal son: T_{D2} y T_{R1} por reducir la variabilidad; n_{Bi1} y t_{R2} por el ajuste al valor promedio. Con estos criterios se cumple con la estrategia que es reducir la variabilidad y mover el proceso al valor objetivo.

