

# Estudio de Optimalidad Simultánea de Variables en el Procesamiento de Mezclas de Caucho Vulcanizado.

<sup>1</sup>Morales-Torres, V.T.\*, <sup>2</sup>Jöns Sánchez, <sup>3</sup>Alonso, Sergio. <sup>3</sup>Villalobos-González, L.F.

<sup>1</sup>Dirección Académica, Sistema Avanzado de Bachillerato y Educación Superior.

Blvd. Guanajuato 1615, Fracc. Real Providencia. León, Guanajuato

<sup>2</sup>, Tecnológico Nacional de México, Instituto Tecnológico de Querétaro. Querétaro, Qro.

<sup>3</sup>Centro de Innovación Aplicada a Tecnología Competitivas, A.C.

Omega 201 Fracc. Industrial Delta, León, Guanajuato

\*COLPII: Colegio de Profesionistas en Ingeniería Industrial de León, Guanajuato. A.C.

morales.victort@gmail.com

**Recibido:** 15 de mayo de 2020

**Aprobado:** 02 de junio de 2020

## RESUMEN

En los estudios de procesamiento de caucho vulcanizado, la principal técnica de experimentación ha sido con una variable a la vez. Por lo que, en este artículo se presenta un estudio de variables de mezclado empleando una estrategia de experimentación simultánea con dos diferentes variables de proceso y su efecto en tres variables de respuesta, como estrategia experimental se empleó la metodología de superficie de respuestas (SRM, por sus siglas en inglés) en conjunto con la función de deseabilidad para la optimización de múltiples variables. La determinación de los factores a estudiar, fueron definidos mediante la técnica de despliegue de las funciones de calidad (QFD, por sus siglas en inglés). Los resultados obtenidos permitieron establecer niveles óptimos en los variables de proceso para que se redujera el consumo de energía (kNm) y la temperatura de procesamiento (°C), mejorando las características físicas de los vulcanizados en cuanto a resistencia a la abrasión (mm<sup>3</sup>) y en la resistencia a la tensión (Kg / cm<sup>2</sup>).

**Palabras claves:** Caucho, procesamiento, optimización estadística.

## ABSTRACT

In vulcanized rubber processing studies, the main experimentation technique has been with one variable at a time. Therefore, this article presents a study of mixing variables using a simultaneous experimentation strategy with two different process variables and their effect on three response variables. As an experimental strategy, the response surface methodology (SRM, in conjunction with the desirability function for optimization of multiple variables. The determination of the factors to be studied were defined using the quality function deployment technique (QFD). The results obtained allowed establishing optimum levels in the process variables so that energy consumption (kNm) and processing temperature (° C) were reduced, improving the physical characteristics of the vulcanized in terms of abrasion resistance (mm<sup>3</sup>) and in the tensile strength (Kg / cm<sup>2</sup>).

**Key words:** Rubber, processing, statistical optimization

## 1. INTRODUCCIÓN

Dentro de la tecnología del caucho vulcanizado, existen dos grandes etapas para el procesamiento de los cauchos vulcanizados, de forma general son: mezclado y vulcanización. El mezclado de los materiales es la etapa inicial para la transformación de los elastómeros vulcanizados. El propósito del mezclado es la integración del caucho o base polimérica con aditivos que van a proporcionar propiedades físicas especiales; como lo son los agentes de vulcanización (incluido el azufre), o las cargas de relleno, entre otros. La masa obtenida en este proceso, se le conoce con la denominación de compuesto o mezcla.

Para Hopmann, C. et al (2015), las propiedades de los compuestos suelen dividirse en propiedades de procesamiento y propiedades materiales del vulcanizado, que esencialmente son las que se caracterizan como las propiedades del producto final. Ambas propiedades pueden verse afectadas por el proceso de mezclado. Estas propiedades dependen del peso molecular del polímero y que la eficiencia en que los agentes de rellenos se distribuyen y dispersan en la mezcla del caucho.

De acuerdo con Kablov, V.F. et al (2015), la mezcla del elastómero con los agentes de reforzamiento o relleno es generalmente, la parte del proceso de fabricación de los vulcanizados que es la más prolongada en tiempo e intensiva en consumo de energía. Se conoce que la intensidad del proceso de mezclado y sus características dependen de un gran número de factores, entre los que destacan la naturaleza y las propiedades reológicas del elastómero, el grado de la dispersión y la naturaleza fisicoquímica de la superficie de los agentes de relleno, el contenido (dosificación) del relleno en la mezcla, y los parámetros de temperatura al inicio y durante el procesamiento.

Asimismo, uno de los cauchos de mayor utilización en los compuestos vulcanizados ha sido el caucho natural (NR) cuyos pesos moleculares tan altos, provocan que el consumo de energía en su procesamiento sea elevado. Por lo que Saengchao T. et al (2017), realizaron un estudio para probar el efecto de hule natural de bajo peso molecular, o mejor conocido como látex de hule natural (LNR) en el consumo de energía. Las cantidades de LNR utilizada en la experimentación mostraron que con la utilización de una mayor cantidad de LNR que no rebasó las 10 PCH, promovieron una reducción de la viscosidad Mooney en la mezcla y redujo el consumo de energía en el mezclador interno, sin embargo las propiedades finales del material vulcanizado se vieron afectadas en cuando a la reducción de la resistencia a la abrasión, y los módulos de elongación, aunque la resistencia de tensión a la ruptura no se vio afectado de forma importante.

Se han estudiado las fases de integración de negro de humo en una matriz de hule natural, y se ha detectado que poseen un comportamiento característico en cuanto a torque, consumo de energía y temperatura. Dentro de esos estudios destaca el trabajo hecho por Kablov, V.F. et al (2015), quienes utilizando un plastómetro, determinaron el tiempo de cada etapa de integración de la carga reforzante de negro de humo. Los investigadores observaron que, a los 50 s, ya no existe partículas libres de NH; iniciando con ello, y hasta los 120s, la fase conocida como dispersión. También observaron que, hasta 180 s, la dispersión predominante es la macro-dispersión, en la cual se presenta la distribución de partículas de más de 23  $\mu\text{m}$  de tamaño. Al final del proceso de macro-dispersión (hasta 240 s), se observó que el proceso de micro dispersión lleva lugar. Posteriormente, se puede encontrar el inicio de la reducción de la temperatura, en el que el torque presenta un valor constante, con lo que se tiene presencia de la homogeneización de la mezcla, que puede proceder hasta 300 s.

Adicionalmente a los componentes de formulación, las variables de procesamiento que están presentes en el mezclado han sido motivo de interés científico y tecnológico por los efectos que presenta en las propiedades finales de los vulcanizados y, por los fenómenos mecánicos que ocurren

al interior de los materiales al momento de ser mezclados. Se tiene conocimiento que la secuencia de adición de los componentes, y el tiempo de masticación pueden promover mejoras en las características finales del caucho vulcanizado. Por lo que, la adición de negro de humo en las primeras fases de masticado de los hules naturales, se puede mejorar la integración de negro de humo en el compuesto. Además, la temperatura de mezcla también tiene un impacto en la característica de vulcanización en la cual, una alta temperatura de mezcla provoca un bajo tiempo y la velocidad en el proceso de curado del producto final (Hasan A. et al. 2012; Hasan A. et al. 2013).

Corral, C. et al (2016) compararon el efecto que tienen las variables de procesamiento en el mezclado con las propiedades de vulcanización en los compuestos de caucho. Determinaron la relación que esas variables tienen con la presencia de agentes de migración o “blooming” en compuestos de hule vulcanizado. Los resultados mostraron que las variables de mezclado presentan un efecto mayor en la apariencia de los vulcanizados. Tal variable fue medida como presencia de agentes migrantes en la superficie de los vulcanizados empleando imágenes procesadas digitalmente en un sistema informático de visión artificial.

Hasan A. et al. (2012) analizaron la relación entre variables de mezclado y las características del curado final de los compuestos de hule natural. Observaron, cuanto más negro de carbón o negro de humo se agrega en el proceso de molienda temprana, se produce un bajo tiempo de curado y la alta tasa de curado. Mientras tanto, el tamaño de partícula del negro de carbón tiene un efecto sobre el tiempo de curado y la velocidad de curado. El tamaño de partícula pequeño da como resultado un bajo tiempo de curado y una alta tasa de curado. La adición de negro de carbón en el proceso de mezcla de caucho anterior a la adición de químicos de caucho ofrece como resultado un mejor tiempo de curado y una mayor tasa de curado que la adición simultánea de negro de carbón en el caucho.

Hemkaew, K. et al (2015), compararon diferentes tipos de mezclador (interno o abierto) y dos tipos de negro de humo; uno de tamaño de partícula convencional y otro de tamaño nanométrico. Los resultados obtenidos demostraron que los nanotubos de negro de humo mejoran su integración a la matriz de hule natural cuando son empleados mezcladores internos; equipo en el cual se observó un mejor control de la mezcla de los aditivos, así como una mayor incorporación de los agentes de relleno. La variable de respuesta fue la conductividad eléctrica que tienen los compuestos vulcanizados.

Hasan A. et al. (2017) estudiaron cuatro métodos diferentes de mezclado y su relación con la densidad de reticulación. Como agente de reforzamiento, emplearon negro de humo. Los resultados mostraron que el caucho reforzado y la densidad de reticulación estaban influenciados por el proceso de mezcla y masticación. Cuanto mayor sea el tiempo de masticación, el caucho reforzado mejora, y densidad de reticulación tiende a reducirse.

Otra perspectiva de estudio, dentro la literatura relacionada con tecnología de caucho, ha sido el análisis de variables empleando la metodología de superficie de respuestas (MSR). Existen estudios que han empleado dicha metodología para predecir la composición óptima de aditivos de formulación. Los resultados que reportan tales estudios son positivos y muestran que las propiedades finales de los materiales vulcanizados mejoran (Kukreja, T.R. et al. 2002; Ooi X. Z. et al. 2015). Si bien, los estudios que han utilizado la MSR obtienen niveles óptimos de los agentes de formulación; no se observó que se experimentará con variables de procesamiento que permitieran conocer cuales son las variables de procesamiento y sus niveles óptimos de operación.

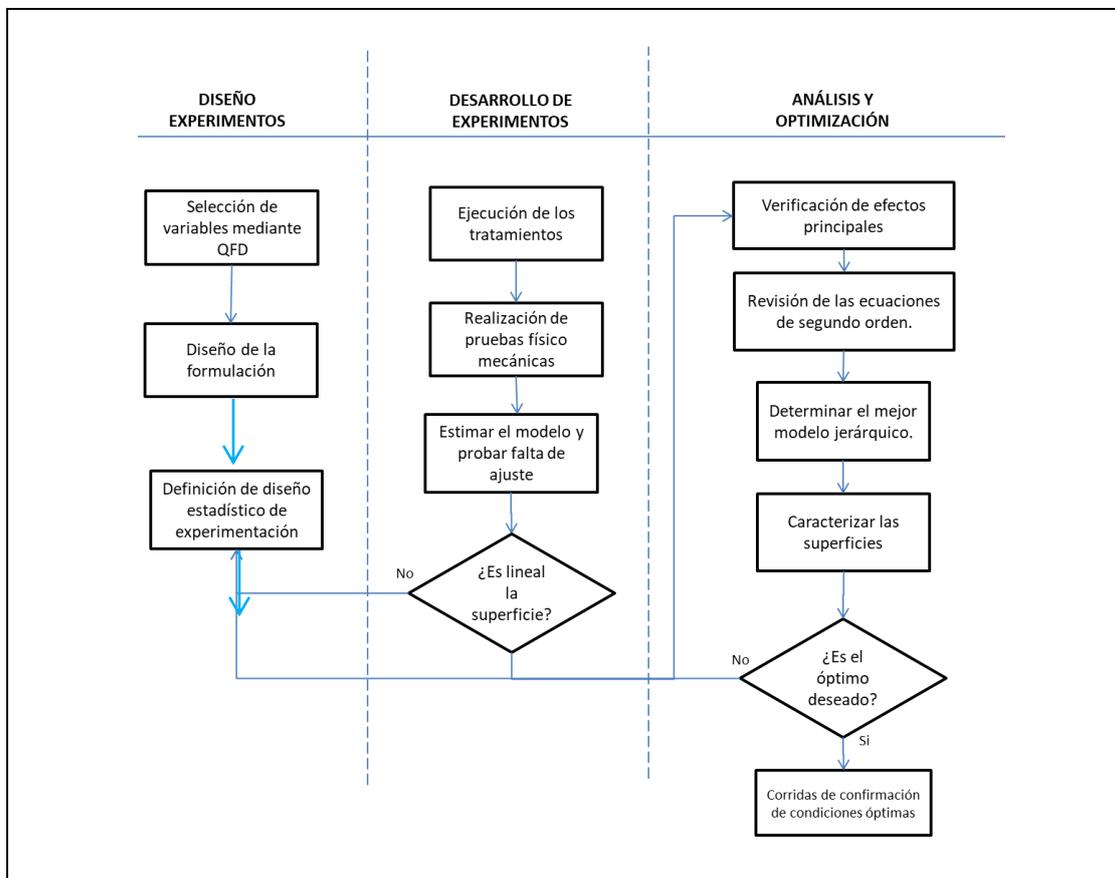
Una gran parte de la literatura revisada en la que estudian variables de procesamiento se observó que la principal técnica de experimentación que emplean, ha sido la experimentación de una variable a la vez. En dicha estrategia de experimentación se reportan se conoce qué factores de mezclado afectan como el tiempo de masticado, fases de integración de las cargas reforzantes en el compuesto, métodos de mezclado y tipo de mezclador (Hasan A. et al, 2012; Hasan A. et al, 2013; Kablov, V.F. et al, 2015; Hasan A. et al, 2017) en los que se obtienen con información sobre los efectos en los características finales de los vulcanizados, pero no se obtiene información sobre la características o propiedades de los compuestos, como las define Hopmanc, C. (2015).

De los trabajos discutidos, no se encontró conocimiento sobre las condiciones óptimas de procesamiento y que se cuantifique el efecto simultaneo de las variables en las mezcla de los compuestos de caucho, asimismo tampoco se identificó la existencia de información sobre el efecto que promueven otras variables de procesamiento, como: factor de llenado del mezclador, velocidad de los rotores, o consumo de energía, asimismo no se cuantifican los efectos que faciliten la predicción de condiciones de operación de las variables de mezclado.

## 2. METODOLOGIA

Para realizar el estudio experimental para la optimización de variables que están inmersas en el proceso de mezclado, se siguió la Metodología de Superficies de Respuesta propuesta por Gutiérrez-Pulido, H. & de la Vara, R. (2008). A la metodología se integró la técnica de despliegue de las funciones de calidad (QFD, por sus siglas en inglés). Ver figura 2.1: Estrategia experimentación empleada.

Figura 2.1: Estrategia experimentación empleada.



Fuente: Elaboración propia a partir de Gutiérrez-Pulido, H. & de la Vara, R. (2008).

## 2.1 DISEÑO DE EXPERIMENTOS.

Las variables fueron definidas por medio de un panel de expertos empleando la técnica del QFD, con la que se identificaron y ponderaron los factores de proceso y de formulación que pudieran tener mayor efecto en la eficiencia del mezclado. La asimilación de la información con la aplicación de la técnica QFD, con la que se definieron las variables críticas de operación: 1) Velocidad de los rotores, y 2) Porcentaje de llenado del mezclador.

Las variables de salida que se desean optimizar de manera simultánea fueron cuatro: Dos de proceso (temperatura de las mezcla y consumo de energía) y dos relacionadas con las propiedades físico-mecánicas del material vulcanizado (Resistencia a la abrasión medida en  $\text{mm}^3$  de desgaste, y tensión a la ruptura medida en  $\text{Kg/cm}^2$ ).

La formulación utilizada, se diseñó de tal manera que se pudieran emplear componentes que provocaran altos esfuerzos de corte como: el hule natural y la sílice precipitada y lograr que de esta manera sea más representativo el efecto en el consumo de energía y el incremento en la temperatura final de la mezcla por altos esfuerzos cortantes que se requieren para abatir la viscosidad en el hule natural. Definidas las partes por cien de hule (PCH) de los componentes de la fórmula, se calcularon los gramos para los cinco niveles de llenado que nuestro arreglo experimental CCD requería. Ver Tabla 4.2

**Tabla4.3** Formulación en PCH y cálculo en gramos para los cinco niveles de llenado de la cámara.

Componente	PCH	Porcentajes de llenado de la cámara del mezclador				
		82	80	75	70	68
		Gramos	Gramos	Gramos	Gramos	Gramos
Hule Natural.	100.00	217.21	212.41	199.39	185.69	180.21
Sílice precipitada.	50.00	108.60	106.21	99.70	92.84	90.10
Aceite Naftenico	5.00	10.86	10.62	9.97	9.28	9.01
Dietlenglicol	6.00	13.03	12.74	11.96	11.14	10.81
ZnO	3.00	6.52	6.37	5.98	5.57	5.41
Ácido Esteárico	2.00	4.34	4.25	3.99	3.71	3.60
TMTD	0.40	0.87	0.85	0.80	0.74	0.72
TBBS	1.20	2.61	2.55	2.39	2.23	2.16
Azufre	1.50	3.26	3.19	2.99	2.79	2.70
Total	169.10	367.30	359.19	337.17	314.00	304.73

Toda vez que ya han sido definidas las variables críticas de calidad de la operación crítica del proceso. Se procede a seleccionar algún tipo de diseño de experimentos que nos permita guiarnos hasta la optimización del proceso mediante la aplicación de la MSR. Según Gutiérrez. y de la Vara (2004) quienes recomiendan que no porque existan varias etapas en la MSR implica que necesariamente en todos los procesos se deban cumplir al pie de la letra. El número de experimentos y de etapas que se requieren depende del grado de conocimiento que se tenga al comenzar la investigación.

Al establecer dos variables, el diseño que nos permitió evaluar un mayor número de niveles y detectar curvaturas e interacciones fue el Diseño Central Compuesto (DCC). Para Myers y Montgomery., (2002) el DCC es un diseño muy eficiente que permite jugar un papel muy importante sobre algunos diferentes roles como:

1. Por ser un modelo de resolución V contribuye a estimar de mejor manera los términos lineales e interacciones entre dos factores.
2. Los puntos axiales contribuyen en gran medida a estimar términos cuadráticos.
3. Los puntos centrales proveen un estimador interno del error puro y contribuyen además a la estimación de términos cuadráticos.

Además de las consideraciones técnicas expresadas anteriormente también se toma en cuenta que el costo de la experimentación no resulte oneroso. Utilizando el Software estadístico STATGRAPHICS CENTURION versión XVI, con el cual se obtuvo la siguiente matriz de diseño mostrada a continuación. Ver Tabla 4.2.

**Tabla 4.2:** Matriz de diseño CCD

Escala codificada		Escala real	
Factor A Volumen de llenado (%)	Factor B Velocidad de los rotores (rpm)	Volumen de llenado (%)	Velocidad de los rotores (rpm)
-1	-1	70	40
1	-1	80	40
-1	1	70	60
1	1	80	60
-1.41421	0	68	50
1.41421	0	82	50
0	-1.41421	75	36
0	1.41421	75	65
0	0	75	50
0	0	75	50
0	0	75	50
0	0	75	50

## 2.2 DESARROLLO DE EXPERIMENTOS.

El mezclado de los 12 tratamientos se ejecutó en orden aleatorio en un mezclador interno tipo Banbury de laboratorio marca C. W. Brabender, que cuenta con un integrador de potencia para el cálculo de consumo de energía. El tiempo de vulcanización de las probetas fue el óptimo reométrico (Tc 90) obtenido usando un reómetro de torque de dado móvil marca REO-TECH y solamente en el caso de las probetas de abrasión se agregaron 4 minutos al Tc 90 por contar con un espesor que es de 5 mm.

El orden de adición de los componentes fue igual para todos los tratamientos, el tiempo en que se agregaron cada uno de los componentes se realizó de acuerdo al volumen de llenado, este se alarga ó se recorta según la cantidad total a mezclar. Ver Tabla 4.3.

**Tabla 4.3** Ciclos de mezclado.

Componentes agregados	Porcentaje de llenado de la cámara del mezclador				
	82	80	75	70	68
Hule NR	0	0	0	0	0
Activadores (ZnO, Ácido esteárico)	1	1	1	1	1
1/3 Sílice con Dietilenglicol	2	2	2	2	2
1/3 Sílice	4	4	3	3	3
1/3 Sílice con aceite naftenico	6	6	4	4	4
Sistema de vulcanización.	7	7	5	5	5

Para el análisis de las variables, se registró la temperatura final del mezclador y se calculó el consumo de energía en cada una de las mezclas mediante un software especializado. Las propiedades mecánicas de resistencia a la tensión y resistencia al desgaste por abrasión, se llevaron a cabo bajo los métodos ASTM-D-420 en el caso de la tensión y para la abrasión fue empleado el método DIN-53-516. En la Tabla 4.5 se observan los resultados obtenidos en los tratamientos.

### 3. RESULTADOS.

**Tabla 4.5** Resultados obtenidos.

Temperatura final (° C)	Consumo de energía (kNm)	Abrasión (mm <sup>3</sup> )	Tensión (Kg./cm <sup>2</sup> )	Modulo 300 (Kg./cm <sup>2</sup> )
92	198.2	169	185.43	61.93
101	277	166.3	178.9	59.12
107	264	163.7	179.8	71.41
104	352.1	176.2	143.2	57.41
98	225.6	168.1	166.5	56.59
103	300	174.4	141.6	61
93	147.4	167.5	173.8	58.06
108	305.6	168.3	165.17	61.64
104	292.1	180.3	173.17	61.6
104	272.4	181.5	178.03	61.86
104	273.4	183.6	166.83	66.46
104	284.9	179.7	169.47	60.5

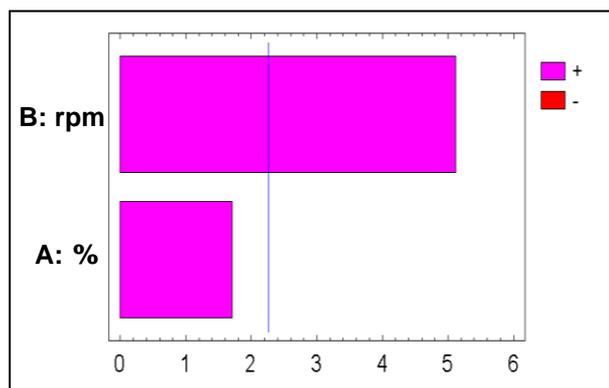
Para el análisis de los datos fue utilizado el Software estadístico STATGRAPHICS. Primordialmente se analizaron los gráficos de Pareto para detectar los efectos activos sobre las respuestas observadas.

**Tabla 4.6** Resumen de los indicadores de calidad de los modelos ajustados para las variables de salida

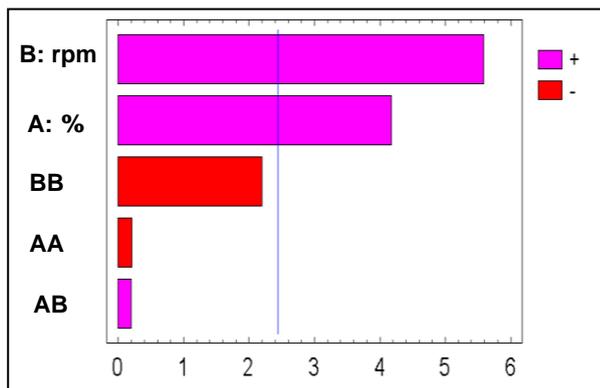
Variable de salida	R <sup>2</sup>	R <sup>2</sup> <sub>ADJ</sub>	Error estándar de la estimación	Media del error absoluto
Temperatura final	76.36	71.11	2.71	2.16
Consumo de energía	89.93	81.58	23.03	12.72
Tensión.	80.52	69.39	7.54	4.88
Abrasión.	97.74	95.86	1.39	0.74

**Tabla 4.7** Ecuaciones de regresión obtenidas.

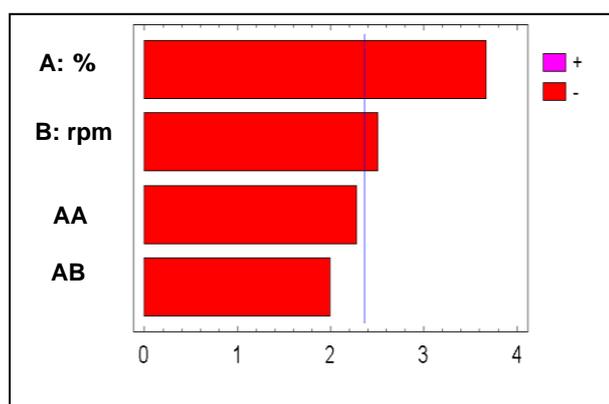
$\gamma$ (variable de respuesta)	Ecuaciones					
Temperatura final	- 576.264	+ 13.07 X <sub>1</sub>	+ 6.615 X <sub>2</sub>	- 0.0649 X <sub>1</sub> <sup>2</sup>	-0.06 X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	- 0.0162 X <sub>2</sub> <sup>2</sup>
Consumo de energía	-1213.36	+ 15.915 X <sub>1</sub>	+ 21.12 X <sub>2</sub>	-0.0762 X <sub>1</sub> <sup>2</sup>	+ 0.046 X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	-0.2005 X <sub>2</sub> <sup>2</sup>
Tensión.	348.845	- 1.958 X <sub>1</sub>	+ 0.669 X <sub>2</sub>			
Abrasión.	- 915.816	+ 27.905 X <sub>1</sub>	+1.252 X <sub>2</sub>	-0.208 X <sub>1</sub> <sup>2</sup>	+ 0.076 X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	- 0.0688 X <sub>2</sub> <sup>2</sup>



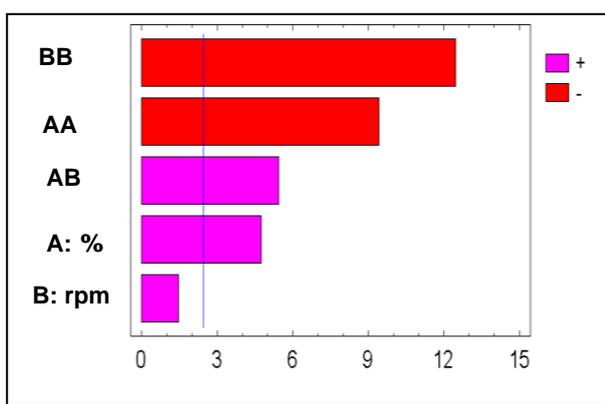
**Figura 4.7** Gráfica de Pareto para la temperatura



**Figura 4.8** Gráfica de Pareto para el consumo de energía.



**Figura 4.9** Gráfica de Pareto para la tensión a la ruptura.



**Figura. 4.10** Gráfica de Pareto para la abrasión.

Se encontró que, para la temperatura final de descarga en las mezclas, el factor B: Velocidad de los rotores ofrece un efecto significativo, el cual incrementa al aumentar la velocidad de los rotores. Ver Figura 4.7.

En el consumo de energía durante el mezclado, se observó que ambas variables ofrecen efectos significativamente importantes y estos ocurren al momento de emplear niveles altos de ambos factores. Ver Figura 4.8.

En el caso de la tensión a la ruptura el efecto que ofrece, el factor A: Porcentaje de volumen de llenado, afecta a la respuesta de manera significativa, siendo esta inversamente proporcional al nivel experimental fue empleado.

El factor B tiene un comportamiento en la respuesta similar al factor A, aunque de manera menos significativa. Ver Figura 4.9.

Por último, en el caso de la respuesta observada en la resistencia a la abrasión se encontró que factor A y el factor B, en sus niveles experimentales medios, ofrecen un mayor efecto significativo y el efecto de interacción entre ambos factores es importante. Para los efectos simples, solamente el factor A, es estadísticamente significativo. Ver Figura 4.10.

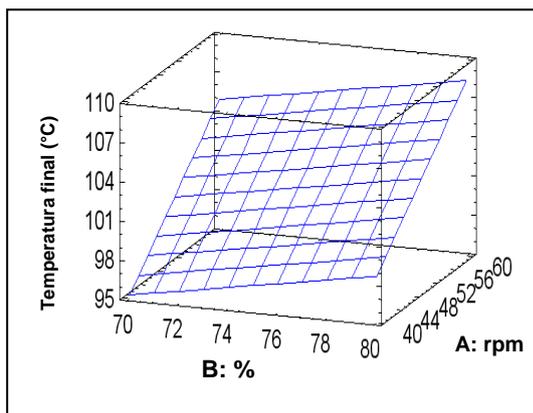


Fig. 4.11 Gráfica de Superficie de respuesta estimada para la temperatura final.

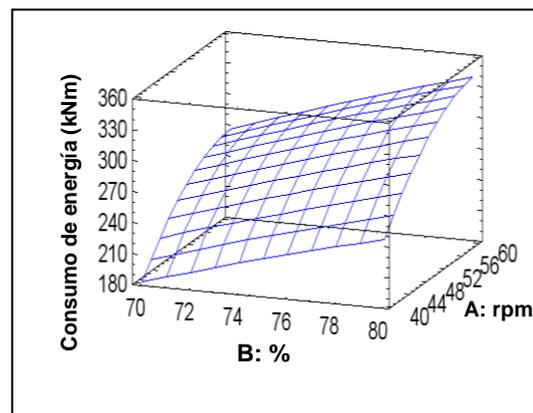


Fig. 4.12 Gráfica de Superficie de respuesta estimada para el consumo de energía.

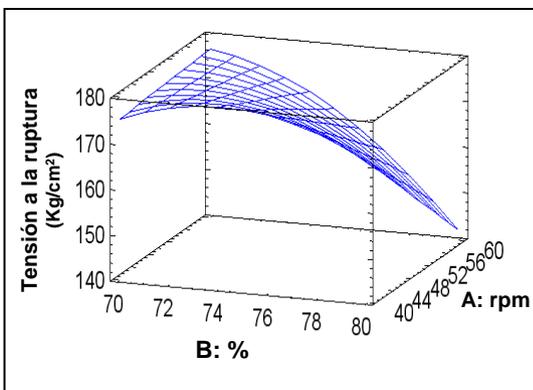


Fig. 4.13 Gráfica de Superficie de respuesta estimada para la tensión a la ruptura.

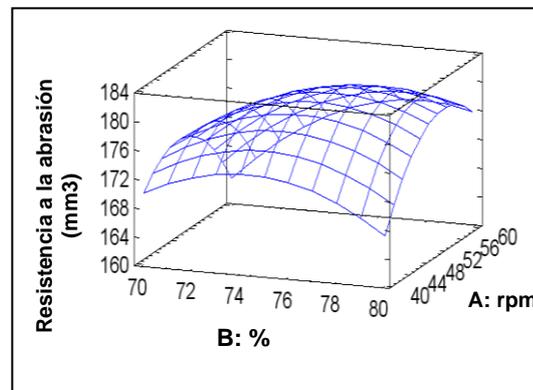


Fig. 4.14 Gráfica de Superficie de respuesta estimada para la resistencia a la abrasión.

La tabla 4.6, muestra los valores obtenidos, teniendo que para todas las variables de salida la  $R^2_{ADJ}$  presenta un buen ajuste, al tener valores mayores al 70, los modelos ofrecen valores adecuados de acuerdo a los supuestos estadísticos. Según lo recomendado por Gutiérrez y de la Vara., (2008). En la tabla 4.7, se observan las ecuaciones de regresión ajustadas por los datos.

Analizando los diferentes gráficos de las superficies de respuestas estimadas, tenemos para el caso de la temperatura final de descarga en las mezclas, el comportamiento de las respuestas es lineal, de esta manera se observa que los valores más pequeños se presentaron en los niveles bajos empleados y estos aumentan en la medida en que se incrementan los niveles de los factores evaluados. Ver Figura 4.11.

En la variable de salida referente al consumo de energía, se puede apreciar un comportamiento similar al anterior, aunque con una ligera curvatura, la cual no llega a ser importante en la respuesta. Ver Figura 4.12.

Para la resistencia a la tensión, se tiene que al emplear niveles bajos de ambos factores aumentan esta respuesta y disminuye en la medida en que son empleados los niveles altos de ambos factores. Ver Figura 4.13.

En el caso de la superficie de respuesta estimada en la resistencia al desgaste por abrasión, se obtuvo una superficie similar a la loma de una montaña, en donde los puntos más elevados son obtenidos mediante el efecto cuadrático y de interacción de los dos factores. Para los efectos simples se obtuvieron respuestas menos significativas Ver. Figura 4.14.

### **3.1 OPTIMIZACIÓN SIMULTÁNEA DE VARIAS RESPUESTAS.**

Antes de comenzar con la optimización simultánea de varias respuestas, primero se deben definir algunos criterios necesarios para identificar estas condiciones.

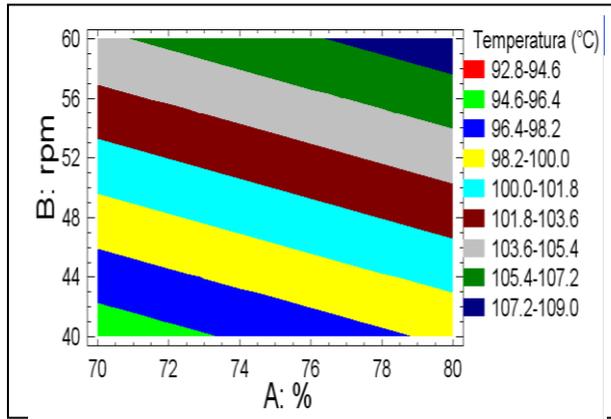
En el caso de la temperatura final de descarga de la mezcla, lo deseable es que esta no se eleve demasiado para poder agregar los agentes de aceleración y el azufre, de esta manera evitar una vulcanización prematura del compuesto; es decir, el criterio a emplear es, cuanto menor sea la temperatura es mejor ó dicho de manera, “entre menos es mejor”.

Lo mismo se espera para el consumo de energía, principalmente es en donde podemos lograr ahorros importantes en los costos de operación, aplicando el mismo criterio de “entre menos es mejor”.

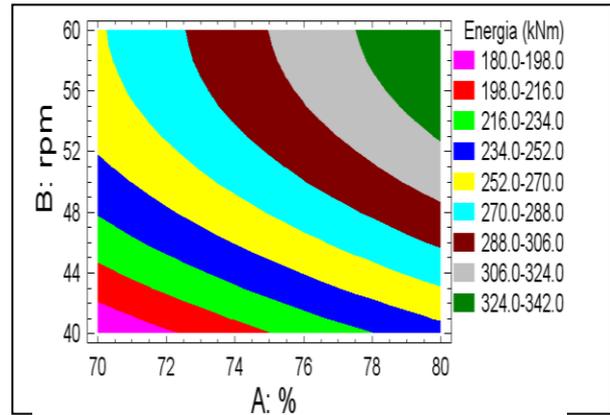
Para el caso de la resistencia a la tensión, lo importante es que cuando mayor sea ésta propiedad es mejor. Y por último la resistencia al desgaste por abrasión, en donde nos interesa que el material ofrezca valores bajos de desgaste.

Se analizaron las gráficas de contornos para identificar las zonas más deseables de cada una de las variables de salida de acuerdo con los criterios anteriormente definidos.

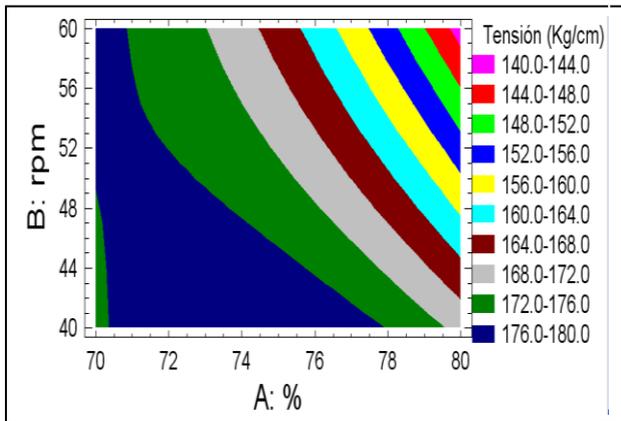
La gráfica de contornos para las respuestas estimadas de la temperatura final de descarga en las mezclas, muestra que la zona de color verde esmeralda se ubica la zona de interés, aunque, el punto óptimo se encuentra más allá de esta zona, es decir, fuera de la región experimental, pero mediante un escalamiento descendente es posible llegar hacia él. Ver Figura 4.15.



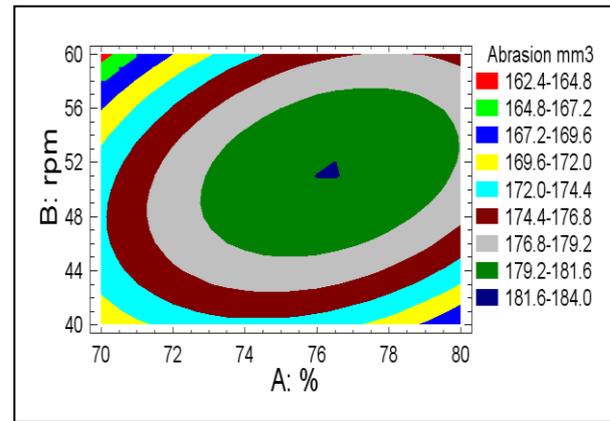
**Fig. 4.15** Gráfica de contornos para las respuestas estimadas para la temperatura.



**Fig. 4.16** Gráfica de contornos para las respuestas estimadas en el consumo de energía.



**Fig. 4.16** Gráfica de contornos para las respuestas estimadas para la tensión a la ruptura.



**Fig. 4.17** Gráfica de contornos para las respuestas estimadas en la resistencia a la abrasión

En el caso del consumo de energía, tanto la zona y el punto óptimos se encuentra dentro de la región experimental, ubicado en el segmento de color rosa. Tal zona coincide con la obtenida en la anterior respuesta. Ver Figura 4.16.

En la zona óptima para la resistencia a la tensión, podemos observarla que se ubica en el segmento de color azul rey, el cual se puede apreciar que es muy amplio logrando cubrir las zonas de las dos respuestas anteriores. Ver Figura 4.17.

En el gráfico de contornos obtenido en las respuestas estimadas para la resistencia al desgaste por abrasión, se puede apreciar que la región de interés se sitúa en parte superior izquierda en color rojo, tal zona queda cubierta por el segmento de la respuesta estimada para la resistencia a la tensión, pero muy lejana a los otros dos segmentos de las dos primeras respuestas. Ver Figura 4.18

Una vez observadas todas las gráficas de contornos, se pueden definir regiones comunes entre una respuesta y otra, en este caso únicamente las respuestas; Temperatura final de descarga de la mezcla, consumo de energía y tensión a la ruptura, ofrecen tener regiones comunes.

Otra región común que se puede formar es mediante los segmentos obtenidos por las respuestas resistencia a la tensión y resistencia al desgaste por abrasión.

Localizadas las zonas que predicen valores deseables similares entre algunas de las respuestas y empleando el método de la función de deseabilidad para convertir el problema de optimización multivariado en un problema de optimización univariado. Se tiene entonces que la superficie común de respuesta estimada se presenta en la Figura 4.18.

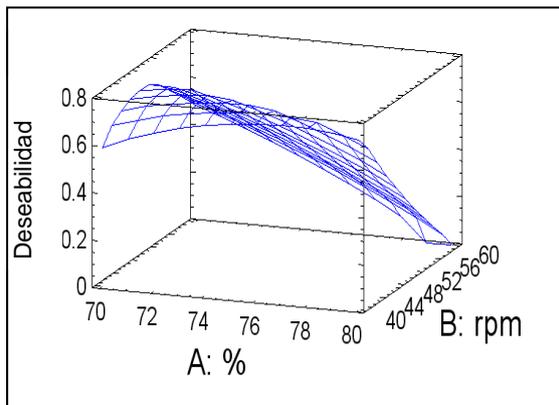
En la zona identificada del Figura 4.18 se aprecia un plano con una ligera curvatura ofreciendo el valor más cercano a 1 (uno), es decir, la función deseable que integra todas condiciones óptimas de las variables estudiadas.

Observando la gráfica de contornos obtenida por la función deseable, se encuentra que el segmento en color gris son las condiciones que logra acercarse más al valor deseable, es decir el número 1 (uno). Ver Figura 4.19.

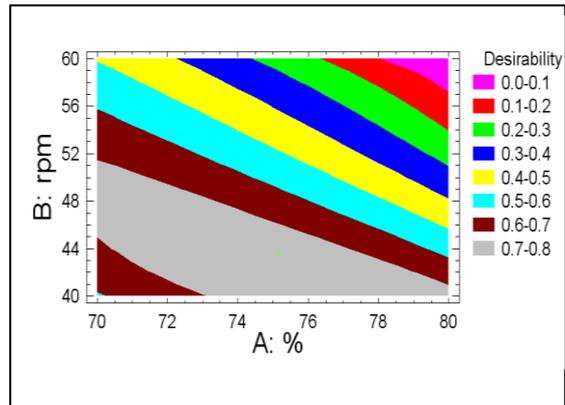
Las condiciones óptimas de operación obtenidas por esta función para las respuestas: Temperatura final de la mezcla, consumo de energía y resistencia a la tensión, se pueden observar en la tabla 4.7.

**Tabla 4.8** Condiciones óptimas para el proceso de mezclado para las respuestas; Temperatura final de la mezcla, consumo de energía y resistencia a la tensión.

Factor	Nivel óptimo
A. Volumen de llenado de la cámara (%)	75.16
B: Velocidad de los rotores del mezclador (rpm)	43.67



**Fig. 4.18** Gráfica de superficies de respuestas estimadas para la deseabilidad



**Fig. 4.19** Gráfica de contornos de respuestas estimadas para la deseabilidad

**Tabla 4.5** Resultados obtenidos.

Temperatura final (° C)	Consumo de energía (kNm)	Abrasión (mm <sup>3</sup> )	Tensión (Kg./cm <sup>2</sup> )	Modulo 300 (Kg./cm <sup>2</sup> )
92	198.2	169	185.43	61.93
90	189.2	164.4	181.6	61
93	147.4	167.5	173.8	58.06

#### 4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

- La velocidad de los rotores del mezclador presentó efecto estadísticamente significativo en la temperatura final del mezclador y en el consumo de energía. Cuando mayor es la velocidad de los rotores del mezclador la temperatura final es más alta, y el consumo de energía es mayor.
- El porcentaje de llenado del mezclador presentó efecto estadísticamente significativo en el consumo de energía y en la tensión a la ruptura. En el caso del consumo de energía la relación se observó que tal variable aumenta al experimental con niveles altos de llenado del mezclador; en cuanto a la tensión a la ruptura se observó que la relación con el porcentaje de llenado es inversamente proporcional.
- Los resultados obtenidos por la ecuación de regresión permitieron cuantificar la relación entre las variables analizadas, en las que se observaron que los valores de  $R^2$  y  $R^2_{ADJ}$  presentaron valores estadísticamente significativos, lo cual, es un indicativo de que las ecuaciones obtenidas tienen un poder de predicción confiable.
- Las características de las superficies de respuestas de las variables de salida muestran que, para los casos de temperatura final del mezclador y consumo de energía, los efectos obtenidos en los planos de respuestas obtenidas son lineales, en el cuanto a, las respuestas en los planos obtenidos en las respuestas tensión a la ruptura y resistencia a la abrasión, los planos presentan un efecto cuadrático.
- Al trasponer cada plano de las superficies de respuestas de las variables estudiadas, la función de deseabilidad obtenida permite de definición de condiciones de optimización que satisfagan las condiciones de operación del proceso de mezclado.
- Fue posible reducir el consumo de energía en alrededor de un 35 %, al momento de emplear velocidad baja en los rotores, lo cual contribuye de manera considerable a la reducción de consumo de ésta en combinación de niveles bajos del porcentaje de llenado del mezclador. Lo anterior permite provocar trabajo mecánico reducido sobre el compuesto, contribuyendo a obtener propiedades de resistencia a la tensión deseable en el producto terminado.
- Se confirma los resultados de estudios previos, y se aportan conocimientos relacionados a la predicción de los valores de desgaste de abrasión ( $\text{mm}^3$ ), resistencia a la tensión ( $\text{Kg/cm}^2$ ) y elongación (%) que se evaluaron con diferentes niveles de llenado del mezclador (%) y velocidad de los rotores (rpm).

## **5. CONCLUSIONES Y/O PROYECTOS FUTUROS.**

El estudio aporta datos de utilidad al confirmar los factores del proceso de mezclado que tienen mayor efecto, tanto en las condiciones de procesamiento y las características de desempeño mecánico de los vulcanizados.

Quedó demostrado que es posible reducir la temperatura final de la mezcla, disminuyendo la velocidad de los rotores, lo cual permite poder agregar los agentes de vulcanización y el azufre en el “Banbury”, ó bien ejecutar las mezclas en un solo paso y solamente emplear el molino de rodillos para laminar la mezcla. Esto permitirá reducir considerablemente el tiempo de ciclo en la operación mezclado y asegurar una correcta dispersión del azufre y los agentes de vulcanización en la mezcla para evitar que la incorporación de estos componentes a la mezcla sea en dos ó tres porciones del compuesto. Lo anterior permite asegurar que la calidad en todos los lotes sea la misma. Adicionalmente se evita que el Banbury trabaje largos lapsos de tiempo en vacío, debido a los tiempos muertos ó de espera que provocan las mezclas en dos pasos.

Para el caso de la abrasión, aunque no se obtuvo una gráfica de deseabilidad como la obtenida en el caso de la resistencia a la tensión, las condiciones de operación óptimas encontradas en las anteriores podrían permitir lograr desgastes de abrasión bajos.

## 6. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- B. Klie, S. Teich, E. Haberstroh, U. Giese, Hannover (2015). New Method for Evaluating Rubber Mixing Quality by means of alternative Representation of the Fingerprint Chart. KGK Rubberpoint. Pagina web. Recuperado de [https://www.kgk-rubberpoint.de/wp-content/uploads/2015/10/KGK\\_10\\_2015\\_31-38.pdf](https://www.kgk-rubberpoint.de/wp-content/uploads/2015/10/KGK_10_2015_31-38.pdf)
- Box G. E. P. y Draper N. (1987). "Empirical model-building and response surfaces". Wiley, Nueva York.
- Box, G., et., al. (1978) "Estadistics for Experimenters". John Willey & Sons, Nueva York.
- Castaño E. Y Domínguez J. (2003) "Experimentos: Estrategia en ciencia y tecnología". Centro de Investigaciones en Matemáticas, Guanajuato, Gto. México
- Cho, J. R., Lee, J. H., Jeong, K. M., & Kim, K. W. (2012). "Optimum design of run-flat tire insert rubber by genetic algorithm". Finite Elements in Analysis and Design, Volumen 52, pp. 60–70. Recuperado de <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0168874X11002368>
- Corral-Macias, C. Morales-Torres, V. Ruiz-García, J. Rodríguez-Ornelas, F. Zitzumbo, R. Alonso, S. (2016). "Efecto de las variables del procesamiento de caucho vulcanizado en la migración de componentes de formulación.". Revista Electrónica de Divulgación de la Investigación Vol. 12. Recuperado de [http://portales.sabes.edu.mx/redi/12/pdf/art-2\\_efecto-de-las-variables-del-procesamiento-de-caucho-vulcanizado-en-la-migracion-de-componentes-de-formulacion.pdf](http://portales.sabes.edu.mx/redi/12/pdf/art-2_efecto-de-las-variables-del-procesamiento-de-caucho-vulcanizado-en-la-migracion-de-componentes-de-formulacion.pdf)
- Da Costa, H. M., Ramos, V. D., da Silva, W. S., & Sirqueira, A. S. (2010). Analysis and optimization of polypropylene (PP)/ethylene-propylene-diene monomer (EPDM)/scrap rubber tire (SRT) mixtures using RSM methodology. Polymer Testing, 29(5), 572–578. Recuperado de <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014294181000067X>
- Gutiérrez H. y de la Vara R. "Análisis y Diseño de Experimentos" 2008, Edit. Mc GrawHill, México, D. F.
- Hasan Abu, Rochmadi, Hary Sulisty, Suharto Honggokusumo (2012). Effect of rubber mixing process on the curing characteristics of natural rubber. Makara, Teknologi, Vol. 16, no. 2 pp: 109-115. Recuperado de <http://journal.ui.ac.id/technology/journal/article/view/1508>
- Hasan Abu, Rochmadi, Hary Sulisty, Suharto Honggokusumo (2013). "Effect of rubber mixing sequence variation upon bound rubber formation and its physical properties" Asian Journal of Chemistry Vol. 25, No. 9, 5203-5207. Recuperado de <https://pdfs.semanticscholar.org/0909/864ad347558fe8664966b809df3abfc3f2b9.pdf>
- Hasan Abu, Rochmadi, H. Sulisty, and S. Honggokusumo (2017). "Rubber mixing process and its relationship with bound rubber and crosslink density" 2017 Global Conference on Polymer and Composite Materials (PCM 2017). Recuperado de <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1757-899X/213/1/012048/pdf>
- Hemkaew, k. Dechwayukul, C. Aiyarak, Spontak, , R. J. Thongruang, W. (2015). "Batching method and effects of formulation and mechanical loading on electrical conductivity of natural rubber composites filled with multi-wall carbon nanotube and carbon black" Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures. Vol. 10, No. 3 Recuperado de [http://www.chalcogen.ro/883\\_%20Hemkaew.pdf](http://www.chalcogen.ro/883_%20Hemkaew.pdf)
- Hopmann, C. Dering J.P. Lipski, A. (2015) "Process analysis for efficient rubber processing" Gummi Fasern Kunststoffe. Vol 68. No 1. Pp 44-50. Recuperado de <http://www.polymerjournals.com/pdfdownload/1206667.pdf>
- Kablov, V.F. Kurakin, A.Yu & Aleksandrina, A.Yu.(2015). "A study of the stages of mixing of a model mixture of rubber and carbon black on a Brabender plastograph" International Polymer Science and Technology, Vol. 42, pp 32 – 34 <http://www.polymerjournals.com/pdfdownload/1227363.pdf>

- Kukreja, T. R., Kumar, D., Prasad, K., Chauhan, R. C., Choe, S., & Kundu, P. P. (2002). Optimisation of physical and mechanical properties of rubber compounds by response surface methodology—Two component modelling using vegetable oil and carbon black. *European Polymer Journal*, Volumen 38(7), Recuperado de <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0014305702000058>
- Mangili, I., Lasagni, M., Huang, K., & Isayev, A. I. (2015). “Modeling and optimization of ultrasonic devulcanization using the response surface methodology based on central composite face-centered design”. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 144, 1–10.
- Maridass, B., & Gupta, B. R. (2004). “Performance optimization of a counter rotating twin screw extruder for recycling natural rubber vulcanizates using response surface methodology”. *Polymer Testing*, Vol. 23(4), 377–385. Recuperado de <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142941803001442>
- Martinez Delfa, G., Olivieri, A., & Boschetti, C. E. (2009). Multiple response optimization of styrene–butadiene rubber emulsion polymerization. *Computers & Chemical Engineering*, Vol. 33(4), 850–856. Recuperado de <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0098135409000064>
- Miranda, M., Pinto, F., Gulyurtlu, I., Cabrita, I., Nogueira, C. A., & Matos, A. (2010). “Response surface methodology optimization applied to rubber tyre and plastic wastes thermal conversion. Fuel”, Volumen 89(9), 2217–2229. Recuperado de <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0016236110001018>
- Mohammed, B. S., Khed, V. C., & Nuruddin, M. F. (2018). “Rubbercrete mixture optimization using response surface methodology”. *Journal of Cleaner Production*, Volumen 171, 1605–1621. Recuperado de <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S095965261732396X>
- Montgomery D. (2001) "Diseño y Análisis de Experimentos". Edit Limusa Wiley, Segunda Edición, México D. F.
- Murria, A., Immelt, J. y Berezowitz, W. (1999) "Six Sigma Method". United Patent and Trade mark office, patente 6'675,135 B1, 2004.
- Myers R. y Montgomery D., "Response Surface Methodology: process and product optimization using designed experiments", 2002, Edit John Wiley & Sons, Inc., Segunda Edición, Nueva York.
- Lawson J., Madrigal J., Erjavec J. (1992) "Estrategias Experimentales para el Mejoramiento de la Calidad en la industria". Edit. Iberoamericana S.A. de C. V., México D. F.
- Patel, Gaurav S. & Mawandiyaa, Bimal Kumar (2016). “Productivity Improvement of Rubber Roller Mixing Process using Cause and Effect Analysis: A case study” *NIRMA University Journal of Engineering and Technology* Vol. 5, No 2. Recuperado de <https://nujet.org.in/index.php/nujet/article/download/202/86>
- Ooi X. Z. Ismail, H., & Teoh, Y. P. (2015). “Interaction between 3-aminopropyltrimethoxysilane and oil palm ash in styrene butadiene rubber compounds using response surface methodology”. *Polymer Testing*, Vol. 43, 131–138. Recuperado de <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142941815000574>
- Ontsuka, Hiroyuki & Toh, Michiharu (2015). “Mill Behaviour of Rubber on Two Roll Mill with Temperature” *International Polymer Science and Technology*, Vol. 42, No. 7. Recuperado de <http://www.polymerjournals.com/pdfdownload/1221269.pdf>
- Osama Youssf , Reza Hassanli, Julie E. Mills, William Skinner, Xing Ma, Yan Zhuge, Rajeev Roychand & Rebecca Gravina (2019). “Influence of Mixing Procedures, Rubber Treatment, and Fibre Additives on Rubbercrete Performance” *Journal of Composites Science*. Vol 3. Recuperado de <http://dx.doi.org/10.3390/jcs3020041>
- Rezaifar, O., Hasanzadeh, M., & Gholhaki, M. (2016). “Concrete made with hybrid blends of crumb rubber and metakaolin: Optimization using Response Surface Method. *Construction and Building*

Materials”, Volumen 123, pp. 59–68.  
<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S095006181630976X>

Sharma Anil R. (2014) A review on rubber compound Mixing In Banbury mixer at tire industries. International Journal of Engineering Research and Reviews. Vol. 2, Issue 4, pp: (106-109), Month: October - December 2014, Recuperado de: [www.researchpublish.com](http://www.researchpublish.com)

Saengchao Thongseenuch, Wirach Taweepreda & Krisda Suchiva (2017). “Effect of low molecular weight natural rubber on mixing and vulcanized properties of low energy processing natural rubber” Journal Sains Malayasiana. Vol 46 (9) pp. 1379-1384. Recuperado de [http://www.ukm.my/jsm/pdf\\_files/SM-PDF-46-9-2017/04%20Saengchao.pdf](http://www.ukm.my/jsm/pdf_files/SM-PDF-46-9-2017/04%20Saengchao.pdf)