Diseño de experimentos como mejora en procesos de metalurgia de polvos

Juan Salvador Espino Arrieta*, Raúl Pérez Bustamante
*salvador_espino@hotmail.com
Posgrado CIATEQ A.C., Sede Aguascalientes, Aguascalientes, Ags., México.
Centro de Tecnología Avanzada, A.C. San Luis, S.L.P. México

Resumen

La metalurgia de polvos juega un papel importante en la producción actual de componentes para la industria automotriz. Esto es debido a su versatilidad en la producción de partes complejas con alto grado de uniformidad en sus dimensiones a partir de procesos de producción masiva. La técnica del diseño de experimentos (DOE) factorial, incluyendo covariables, es empleada en esta investigación para llevar a cabo el análisis de procesos de producción masiva de componentes mediante metalurgia de polvos convencional. El análisis de datos fue realizado en la etapa de calibración de los parámetros de consolidación en frio, en la cual es necesario obtener una alta precisión en características funcionales de las partes producidas mediante este proceso de manufactura. Los resultados obtenidos, demuestran que el DOE es una poderosa herramienta de análisis. Los resultados de esta metodología muestran el efecto de los factores de procesamiento en relación con las dimensiones críticas de piezas producidas en un lote de componentes, así como las covariables que intervienen en la optimización de un modelo de diseño factorial.

Palabras clave: Metalurgia de polvos; procesos de compactación; DOE; diseño factorial; covariables

Abstract

Powder metallurgy plays an important role in the current production of components for the automotive industry. This is due to its versatility in the production of complex parts with a high degree of uniformity in their dimensions for mass production processes. The factorial experiment design (DOE) technique, including covariates, is used in this research to carry out the analysis of mass production processes of components produced by conventional powder metallurgy. The data analysis was performed in the cold consolidation parameters calibration stage; in which it is necessary to obtain a high precision in the functional characteristics of the parts produced by this manufacturing process. In this research, the results obtained demonstrate that DOE is a powerful analysis tool. The results of this methodology show the effect of the processing factors in relation to the critical dimensions of parts produced in a batch of components, as well as the covariates that intervene in the optimization of a factorial design model.

Keywords*: Powder metallurgy; compaction processes; DOE; factorial design; covariates*

Artículo arbitrado

Recibido:	Aceptado:
15 de junio de 2020	02 de julio de 2020

Introducción

La pulvimetalurgia (PM) es una técnica que presenta uno de los ritmos de crecimiento más alto y demanda progresiva en la industria automotriz [1]. Esta técnica ofrece ventajas tales como la optimización en el uso del material y el empleo de formas precisas y complejas, sin operaciones secundarias de maquinado, lo que se ve reflejado en la reducción de costos de producción y uniformidad en la calidad para grandes lotes de producción [2]. Este proceso de manufactura es empleado especialmente en la producción de componentes para la industria automotriz, al ofrecer flexibilidad en el diseño, en comparación con otras técnicas basadas en manufactura sustractiva y arranque de viruta [3]. Tan es así, que más del 70% de la producción de partes a partir de PM está destinada para su uso en el sector de fabricación de automóviles.

Sin embargo, aun cuando en la industria automotriz se emplea el control estadístico de procesos (SPC) para el análisis de datos de producción como parte integral de sus procesos de calidad [4], en general, en la industria, se realiza experimentación basada en la observación y experiencia del personal de producción. De esta manera se llevan a cabo los ajustes en las variables que involucran sus procesos, hasta obtener el resultado deseado por las empresas fabricantes de partes metálicas a partir de PM.

Esto dificulta obtener las características estandarizadas en los productos fabricados mediante PM, como uno de los requerimientos formales en sistemas de gestión de calidad para especificaciones técnicas que contemplan las normas estándares de calidad. Esto implica que adicional al SPC, la industria automotriz incentive a las compañías proveedoras de partes metálicas por PM a la implementación de estrategias, cuantificables y medibles, enfocadas a la alta estandarización y mejora en los niveles de calidad.

Esta característica en el sistema de producción de partes automotrices por PM representa un abanico de oportunidades para la implementación de metodologías basadas en el diseño de experimentos (DOE) [5, 6]. Su implementación en los sistemas de producción permite establecer el control, así como la manipulación de un proceso de forma metodológica aplicando cambios secuenciados en sus factores. Esto permite proporcionar información valiosa utilizable para la mejora del mismo proceso, siendo el diseño estadístico de experimentos la forma más eficaz para realizar pruebas en un proceso productivo.

Dentro de todas las técnicas de DOE disponibles, el diseño factorial es una de las que se emplean con mayor frecuencia, permitiendo incluir covariables para el desarrollo de un modelo que represente de mejor manera problemáticas especificas en el control de calidad [6, 7].

En esta investigación, se emplea el diseño factorial como una técnica de DOE en la cual se incluyen covariables que en su conjunto representan una poderosa herramienta de análisis en un proceso convencional de metalurgia de polvos. Los resultados obtenidos plantean una metodología para la definición o corrección de tolerancias en piezas producidas por PM.

Método

El proceso de producción de partes metálicas a partir de metalurgia de polvos se ejemplifica en la Figura 1. El proceso consiste de varias etapas en las que polvos metálicos son premezclados, compactados, sinterizados y calibrados. Operaciones adicionales incluidas en este proceso incluyen el maquinado, el

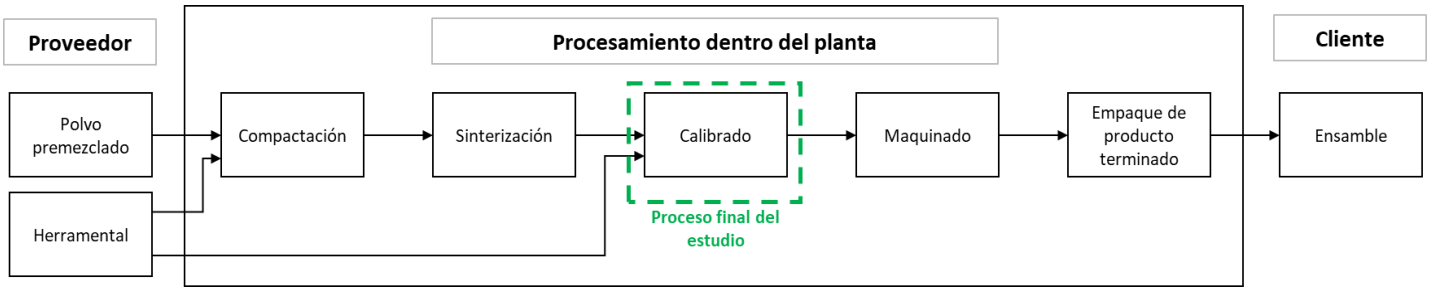

Figura 1.- Diagrama de bloques para el proceso de un componente sinterizado. Fuente: Elaboración propia.

empaque del producto y la entrega para su ensamble en un sistema adicional. Esta investigación se enfoca en la etapa de calibrado de las piezas, en las cuales se llevó a cabo el diseño de experimentos, objeto de esta investigación. En la Figura 2, se esquematizan las geometrías más comunes producidas en un proceso de pulvimetalurgia, incluyen la forma conceptual de la parte analizada en este trabajo.

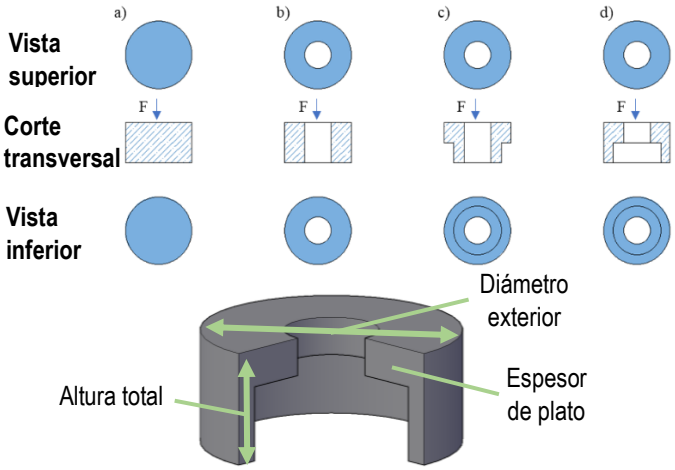

Figura 2.- Concepto de partes producidas en pulvimetalurgia y esquema conceptual del componente estudiado. Fuente: elaboración propia.

Consolidación en frio de polvos metálicos

El material de inicio consiste en una mezcla homogénea a base de polvo de hierro obtenido por un proceso de atomización, polvo de cobre y de grafito en proporciones establecidas en la clasificación Iron-Copper and Copper Steel del estándar MPIF 35-SP código FC-0208 [8]. La mezcla inicial incluye un lubricante diseñado para facilitar la compactación y la eyección de la pieza compactada. La Figura 3 presenta imágenes de la morfología de la mezcla homogénea de la aleación de hierro donde se puede observar una distribución de tamaño de partícula de 100 a 200 µm.

Los polvos premezclados fueron compactados en frio dentro de una matriz rígida y presionados por punzones superiores e inferiores para obtener una pieza sólida compactada, también llamada compacto, o pieza en verde. La presión de compactación es de aproximadamente 650 N/mm2 sobre el polvo que se encuentra en el interior de la matriz. La compactación puede ser descrita en tres etapas principales de acuerdo a la posición en la que se encuentran las partes del utillaje, representadas en la Figura 4, en la misma se detallan sus componentes.

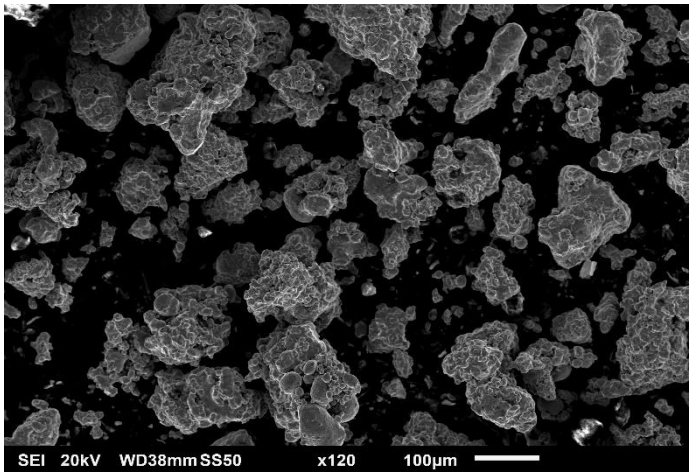

Figura 3.- Polvo premezclado observado en microscopio electrónico de barrido – Fuente: elaboración propia.

La primera etapa es el llenado de la matriz (1). El polvo (a) cae por gravedad desde el alimentador (b) al interior de la matriz. En este paso la posición de la matriz (c) y del segundo punzón inferior (d) son definidas en el controlador de la prensa de compactación. Debido a la naturaleza solida del material de estudio, la masa depositada variará cada ciclo de relleno, por esta razón, se considera el peso del componente como parte de las covariables del modelo, ya que no puede ser controlado con exactitud, solo puede ser medido el resultado obtenido.

La segunda etapa del ciclo es la compactación del polvo. En este paso la presión se aplica simultáneamente con un movimiento vertical descendente por parte del punzón superior (e) móvil y la matriz, mientras que el primer punzón inferior se mantiene estático (f) y el segundo punzón inferior se desplaza en la misma dirección. Se aplica la presión sobre el material en la dirección axial hasta alcanzar la dimensión deseada.

La tercera etapa en el proceso de consolidación es la operación de eyección. La matriz realiza un movimiento descendente para dejar al descubierto el compacto, posteriormente el punzón superior se desplaza verticalmente hacia arriba. Simultáneamente el segundo punzón inferior y el núcleo (g) se

desplazan verticalmente hacia abajo para terminar de liberar la pieza en verde (h), la cual está posada en el primer punzón inferior. Al realizar el compactado del polvo de forma exitosa, la pieza en verde tendrá suficiente resistencia para que pueda ser manipulada y trasladad hacia el siguiente proceso.

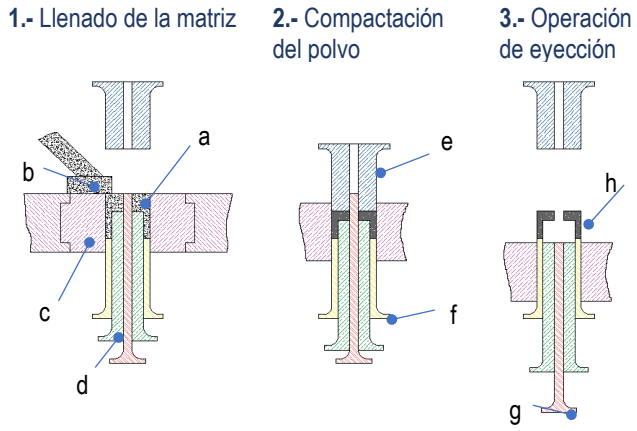

Figura 4.- Esquema de los pasos de compactación y partes del utillaje. Fuente: elaboración propia.

Proceso de sinterización

Para el proceso de sinterización de los productos en verde se empleó un horno continuo de sinterizado, donde las piezas atraviesan tres diferentes zonas. La temperatura de la primera zona es de 550°C para la eliminación del lubricante. Posteriormente el material procesado pasa por la zona de sinterización donde alcanza una temperatura por encima de los 1,120°C en una atmosfera inerte con una mezcla de gases de 90% N y 10% H. Las piezas continúan su transporte por la banda del horno hacia la zona de enfriamiento hasta alcanzar una temperatura inferior a 100°C.

Proceso de calibrado

El componente sinterizado se somete al proceso de calibrado para mejorar su precisión dimensional. La aplicación del proceso de calibrado en este trabajo comienza con la lubricación superficial de las piezas para después una a una ser introducidas en la matriz del utillaje (Ver Figura 5). Similar al proceso de sinterización, las piezas que son sometidas al proceso de calibrado se introducen en una matriz sólida. La presión ejercida introduce deformaciones elásticas y plásticas en la pieza sinterizada. El objetivo de este proceso es lograr la corrección de las distorsiones del diámetro exterior de la pieza y la mejora de la precisión de la dimensión de la altura total y el espesor del plato.

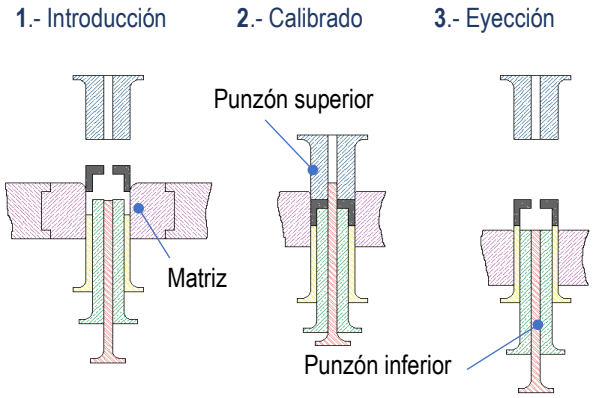

Figura 5.- Esquema del utillaje de calibrado y sus componentes. Fuente: elaboración propia.

La estructura del utillaje de calibrado cuenta con los mismos elementos que el de compactación, donde el punzón superior entra en la matriz, y por medio del controlador de la prensa se establece el punto objetivo al que éste se deberá desplazar hacia abajo en cada ciclo. Mientras más baje el punzón, la fuerza que necesita para alcanzar su objetivo será mayor, y la pieza experimentará una mayor presión, lo que se reflejará en una reducción la dimensión de la altura total, produciendo, sin embargo, un incremento del tamaño del diámetro exterior al expulsar la pieza de la matriz. En la dimensión del espesor de plato también influirá la posición en la que se encuentre el segundo punzón inferior, esta posición es definida durante el ensamble del utillaje.

El desgaste de las paredes de la matriz de calibrado en mucho es superior al de la matriz de compactación. Esto es debido a la fricción durante la expulsión del componente. Por lo tanto, el experimento fue conducido utilizando una matriz nueva y una matriz con desgaste. Se midió el diámetro interior de la matriz, relacionada al diámetro exterior de la pieza, la matriz usada presenta un diámetro 0.02 mm más grande que la matriz nueva.

Matriz experimental para el DOE

A partir del proceso de compactación se realizó una selección de 480 piezas de un lote de producción manipulando la posición de relleno en 5 diferentes

alturas estimando un cambio de 0.5 gramos de diferencia entre cada ajuste. En la Tabla I, se muestra el concepto de la matriz experimental, donde se explican los factores que conforman el DOE y los niveles a los que se ejecutan. Estos factores están relacionados al proceso de calibrado, el cual puede ser entendido en Figura 5.

Factor	Nombre	Niveles
A	Matriz	0.02
		0
B	Llegada de punzón superior	0.05
		0
		-0.05
C	Posición de punzón inferior	0.03
		0
		-0.03

Tabla I.- Factores y niveles del diseño de experimentos. Fuente: elaboración propia.

De la Tabla I, se entiende un total de 18 tratamientos diferentes, resultantes de la combinación de los factores en todos sus niveles a manera de un diseño factorial completo. Cada tratamiento fue replicado 10 veces. De las muestras generadas durante el proceso, 5 réplicas fueron empleadas en la construcción de un modelo estadístico, mientras que los 5 restantes se emplearon para corroborar su funcionamiento. La recolección de los datos se realizó mediante equipos e instrumentos empleados en la validación de productos comerciales tales como máquina de medición de coordenadas, indicadores de alturas digitales y básculas digitales. En la generación de la matriz experimental y la ejecución del análisis de los resultados se empleó el software de análisis estadístico Minitab® 19.2020.1.

Resultados

En la Figura 6 y en la tabla II se muestran los resultados del análisis estadístico de los 5 grupos seleccionados en la etapa de consolidación de los polvos metálicos. De las 480 muestras se observa una diferencia aproximada de 0.5 gramos en el promedio y una desviación estándar similar para los 5 grupos seleccionados. A partir de ese grupo de muestras se llevó a cabo el DOE según la Tabla I, considerando los niveles de los 3 factores.

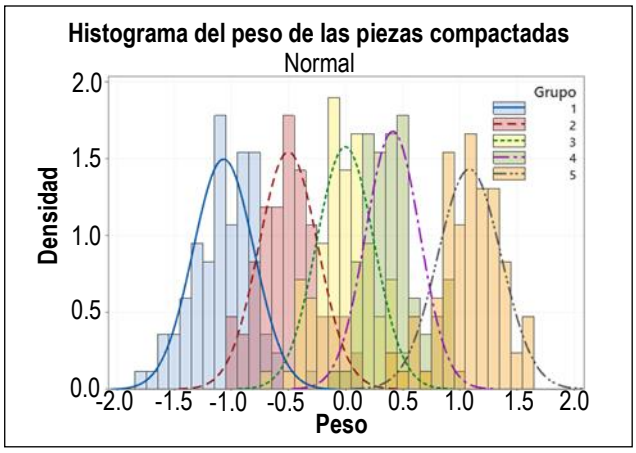

Figura 6.- Histograma múltiple del peso de las piezas compactadas en 5 grupos. Fuente: elaboración propia.

Grupo	Desviación estándar	Promedio
1	0.2665	-1.068
2	0.258	-0.4985
3	0.2526	0.0004
4	0.2375	0.4169
5	0.2783	1.089

Tabla II.- Datos estadísticos del peso de los 5 grupos de muestras. Fuente: elaboración propia.

En la Tabla III se muestran los resultados obtenidos para la generación del modelo inicial que considera tales factores. De los resultados obtenidos se observa que los tres factores incluidos en el modelo tienen influencia en la variable de respuesta, de acuerdo a lo reportado en otras investigaciones [4, 7]; sin embargo, los modelos que incluyen la interacción de los factores no demuestran influencia alguna sobre la respuesta, (Figura 7).

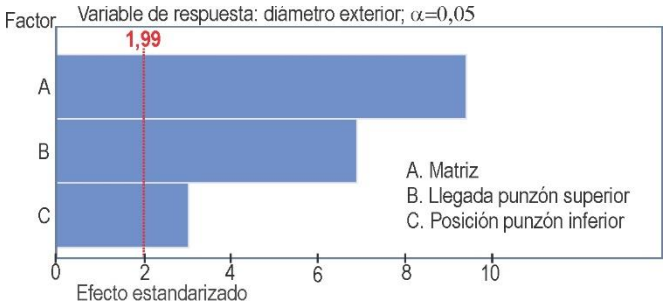

Figura 7.- Diagrama de Pareto de efectos estandarizados del modelo inicial. Fuente: elaboración propia.

Tratamiento	Factores			Covariables					Variable de respuesta
	Matriz (mm)	Llegada de punzón superior (mm)	Posición de punzón inferior (mm)	Peso compactado (mm)	Diámetro sinterizado (mm)	Altura total sinterizado (mm)	Espesor de plato sinterizado (mm)	Fuerza aplicada en calibrado (kN)	Diámetro exterior (mm)
1	0	-0.05	-0.03	-1.353	-0.0408617	-0.0660	-0.0835	-85	-0.0068693
2	0	-0.05	0	-1.602	-0.0399066	-0.0802	-0.0919	-97	-0.0076740
3	0	-0.05	0.03	-1.502	-0.0395760	-0.0776	-0.0864	-103	-0.0096244
4	0	0	-0.03	-1.282	-0.0423248	-0.0670	-0.0746	-40	-0.0047625
5	0	0	0	-0.773	-0.0392740	-0.0266	-0.0264	-20	-0.0023828
6	0	0	0.03	-1.118	-0.0397459	-0.0536	-0.0577	-41	-0.0059864
7	0	0.05	-0.03	-0.888	-0.0391089	-0.0440	-0.0471	10	0.0004935
8	0	0.05	0	-1.758	-0.0406940	-0.0790	-0.0880	-22	-0.0027351
9	0	0.05	0.03	-1.136	-0.0404755	-0.0572	-0.0611	-5	-0.0036660
10	0.02	-0.05	-0.03	-1.603	-0.0446927	-0.0856	-0.0835	-105	-0.0047441
11	0.02	-0.05	0	-1.700	-0.0436244	-0.0862	-0.0952	-112	-0.0068406
12	0.02	-0.05	0.03	-1.261	-0.0438525	-0.0610	-0.0718	-106	-0.0041697
13	0.02	0	-0.03	-1.229	-0.0410314	-0.0606	-0.0724	-43	0.0026291
14	0.02	0	0	-1.348	-0.0383877	-0.0592	-0.0667	-67	0.0016416
15	0.02	0	0.03	-1.089	-0.0452913	-0.0488	-0.0584	-51	0.0007062
16	0.02	0.05	-0.03	-0.919	-0.0394675	-0.0346	-0.0320	4	0.0069526
17	0.02	0.05	0	-1.392	-0.0400346	-0.0692	-0.0763	-32	0.0034551
18	0.02	0.05	0.03	-0.976	-0.0404527	-0.0494	-0.0551	-12	0.0030424
19	0	-0.05	-0.03	-0.768	-0.0411170	-0.0502	-0.0493	-55	-0.0050956
20	0	-0.05	0	-0.720	-0.0401165	-0.0440	-0.0501	-51	-0.0052517
21	0	-0.05	0.03	-0.153	-0.0365380	-0.0094	-0.0151	-41	-0.0044007
22	0	0	-0.03	-0.952	-0.0391230	-0.0340	-0.0438	-11	-0.0011043
23	0	0	0	-0.502	-0.0393908	-0.0330	-0.0400	-13	-0.0017592
24	0	0	0.03	-0.477	-0.0378273	-0.0224	-0.0304	-19	-0.0038022
25	0	0.05	-0.03	-0.668	-0.0395042	-0.0316	-0.0406	17	0.0002246
26	0	0.05	0	-0.965	-0.0404953	-0.0372	-0.0405	20	-0.0009677
27	0	0.05	0.03	-0.701	-0.0399531	-0.0360	-0.0397	7	-0.0024791
28	0.02	-0.05	-0.03	-0.937	-0.0411228	-0.0342	-0.0388	-58	0.0012249
29	0.02	-0.05	0	-0.635	-0.0400643	-0.0410	-0.0438	-76	-0.0012698
30	0.02	-0.05	0.03	-0.242	-0.0380240	-0.0220	-0.0138	-63	0.0003754
31	0.02	0	-0.03	-0.525	-0.0393682	-0.0336	-0.0307	-22	0.0050049
32	0.02	0	0	-0.690	-0.0416874	-0.0452	-0.0440	-46	0.0008170
33	0.02	0	0.03	-0.636	-0.0403079	-0.0412	-0.0437	-46	0.0013565
34	0.02	0.05	-0.03	-0.810	-0.0397444	-0.0524	-0.0491	-2	0.0063588
35	0.02	0.05	0	0.038	-0.0383948	-0.0054	-0.0110	16	0.0064079
36	0.02	0.05	0.03	-0.511	-0.0390450	-0.0318	-0.0345	-4	0.0045883
37	0	-0.05	-0.03	0.215	-0.0397271	0.0120	0.0301	-15	-0.0026073
38	0	-0.05	0	-0.119	-0.0391632	-0.0020	0.0132	-25	-0.0035172
39	0	-0.05	0.03	0.398	-0.0368118	0.0206	0.0336	-18	-0.0031585
40	0	0	-0.03	-0.080	-0.0350252	0.0034	0.0191	8	0.0012931
41	0	0	0	-0.367	-0.0391162	-0.0248	-0.0119	-5	-0.0003705
42	0	0	0.03	-0.263	-0.0382416	-0.0092	0.0154	-9	-0.0033978
43	0	0.05	-0.03	0.093	-0.0388840	0.0002	0.0208	50	0.0033870
44	0	0.05	0	-0.116	-0.0394153	-0.0102	0.0098	42	0.0015872
45	0	0.05	0.03	0.359	-0.0389963	0.0208	0.0348	51	0.0006844
46	0.02	-0.05	-0.03	0.024	-0.0399829	0.0026	0.0192	-42	0.0034731
47	0.02	-0.05	0	0.134	-0.0382377	0.0022	0.0191	-41	0.0027814
48	0.02	-0.05	0.03	0.371	-0.0369392	0.0192	0.0266	-35	0.0032230
49	0.02	0	-0.03	0.275	-0.0386434	0.0138	0.0291	12	0.0064299
50	0.02	0	0	0.128	-0.0370080	0.0106	0.0258	-7	0.0048321
51	0.02	0	0.03	0.137	-0.0367554	0.0068	0.0270	-7	0.0048674
52	0.02	0.05	-0.03	0.390	-0.0362123	0.0216	0.0293	53	0.0109743
53	0.02	0.05	0	0.164	-0.0394093	0.0004	0.0236	23	0.0067736
54	0.02	0.05	0.03	0.157	-0.0396412	0.0008	0.0154	24	0.0061328
55	0	-0.05	-0.03	0.603	-0.0379265	0.0288	0.0369	-3	-0.0021112
56	0	-0.05	0	0.721	-0.0382128	0.0328	0.0437	2	-0.0012420
57	0	-0.05	0.03	0.346	-0.0378175	0.0196	0.0284	-17	-0.0038941
58	0	0	-0.03	0.930	-0.0342819	0.0512	0.0462	48	0.0038195
59	0	0	0	0.057	-0.0347222	0.0232	0.0372	24	0.0012895
60	0	0	0.03	0.114	-0.0395841	0.0060	0.0192	5	-0.0030236
61	0	0.05	-0.03	0.493	-0.0381686	0.0234	0.0303	63	0.0030423
62	0	0.05	0	0.540	-0.0382018	0.0414	0.0404	67	0.0029872
63	0	0.05	0.03	-0.052	-0.0414367	-0.0132	0.0070	32	-0.0023654
64	0.02	-0.05	-0.03	0.839	-0.0387585	0.0432	0.0480	2	0.0055248
65	0.02	-0.05	0	0.507	-0.0352282	0.0286	0.0374	-26	0.0042846

66	0.02	-0.05	0.03	0.543	-0.0358052	0.0294	0.0314	-25	0.0033740
67	0.02	0	-0.03	0.890	-0.0350619	0.0540	0.0648	43	0.0093627
68	0.02	0	0	0.861	-0.0346043	0.0482	0.0542	25	0.0075468
69	0.02	0	0.03	0.327	-0.0361570	0.0226	0.0228	1	0.0053481
70	0.02	0.05	-0.03	0.553	-0.0367158	0.0308	0.0436	60	0.0101990
71	0.02	0.05	0	0.232	-0.0394682	0.0102	0.0173	31	0.0062226
72	0.02	0.05	0.03	0.398	-0.0387764	0.0214	0.0272	35	0.0067741
73	0	-0.05	-0.03	1.395	-0.0363394	0.0734	0.0868	33	0.0013572
74	0	-0.05	0	1.341	-0.0369402	0.0686	0.0815	29	0.0004504
75	0	-0.05	0.03	0.888	-0.0370269	0.0456	0.0576	2	-0.0027273
76	0	0	-0.03	0.973	-0.0367872	0.0518	0.0639	50	0.0022562
77	0	0	0	1.310	-0.0366064	0.0706	0.0827	66	0.0021736
78	0	0	0.03	0.366	-0.0378702	0.0196	0.0323	15	-0.0017035
79	0	0.05	-0.03	0.878	-0.0375430	0.0502	0.0517	84	0.0048816
80	0	0.05	0	0.960	-0.0382416	0.0576	0.0623	82	0.0039586
81	0	0.05	0.03	1.285	-0.0350692	0.0720	0.0824	85	0.0035395
82	0.02	-0.05	-0.03	1.591	-0.0390083	0.0250	0.0405	-4	0.0040199
83	0.02	-0.05	0	0.953	-0.0388686	0.0472	0.0640	-6	0.0031104
84	0.02	-0.05	0.03	0.948	-0.0372771	0.0474	0.0603	-9	0.0036278
85	0.02	0	-0.03	1.276	-0.0370761	0.0600	0.0814	58	0.0093667
86	0.02	0	0	1.070	-0.0382217	0.0504	0.0649	32	0.0067357
87	0.02	0	0.03	0.818	-0.0385273	0.0418	0.0547	19	0.0048377
88	0.02	0.05	-0.03	1.376	-0.0354163	0.0756	0.0959	97	0.0124664
89	0.02	0.05	0	1.389	-0.0372371	0.0730	0.0839	76	0.0120850
90	0.02	0.05	0.03	0.876	-0.0364857	0.0482	0.0539	57	0.0083138

Tabla III.- Matriz experimental con resultados de la variable de respuesta y covariables. Fuente: elaboración propia.

Estos resultados son comparados con el análisis de varianza mostrado en la Tabla IV de acuerdo a los resultados para el modelo inicial.

Fuente	GL	SC ajust	CM ajust	Valor F	Valor P
Modelo	5	0.001308	0.000262	32.69	0.000
Linear	5	0.001308	0.000262	32.69	0.000
Matriz	1	0.000760	0.000760	94.92	0.000
Llegada punzón sup	2	0.000439	0.000219	27.41	0.000
Posición punzón inf	2	0.000110	0.000055	6.85	0.002
Error	84	0.000672	0.000008		
Falta de ajuste	12	0.000045	0.000004	0.43	0.947
Error puro	72	0.000627	0.000009		
Total	89	0.001980			

Tabla IV.- Análisis de varianza del modelo inicial. Fuente: Elaboración propia.

En el avance del análisis se busca generar un modelo que demuestre la influencia de los principales factores y que incluya covariables que puedan funcionar como una fuente de variabilidad sistemática y planeada [9, 10] y así, generar un modelo que represente con mayor confiabilidad al proceso de producción. La Tabla V muestra los resultados de los principales indicadores de los modelos estadísticos.

De la tabla anteriormente mencionada, se demuestra que al incluir las covariables, el resumen del modelo mejora en todos sus indicadores [11]. En los resultados obtenidos se integraron las covariables de una a una con el objetivo de observar su efecto en el modelo para elegir el resultado óptimo. Adicionalmente, fueron observados los residuos inusuales o de gran tamaño para decidir cuál modelo es el más apto para ser probado.

Covariables incluidas en el modelo	S	R-sq	R-sq (adj)	R-sq (pred)
Sin covariables (inicial)	0.0028	66.1%	64.0%	61.0%
Peso	0.0011	95.0%	94.7%	94.0%
Diámetro	0.0015	90.3%	89.6%	88.3%
Altura total	0.0010	96.2%	95.9%	95.5%
Espesor de plato	0.0010	95.5%	95.2%	94.7%
Fuerza aplicada	0.0009	96.3%	96.0%	95.5%
Todas las anteriores	0.0007	97.9%	97.7%	97.1%
Peso, diámetro, fuerza aplicada	0.0007	97.9%	97.7%	97.3%

Tabla V.- Resumen de los modelos estadísticos. Fuente: Elaboración propia.

En la Figura 8 se observan los efectos estandarizados del modelo que incluye tres covariables el cual resultó con los indicadores estadísticos más favorables.

Derivado de lo anterior, el modelo que incluye covariables indica que la posición de llegada del punzón superior, pierde significancia en el efecto estandarizado. Esto implica que la covariable relacionada con la fuerza aplicada, remplaza a ese

factor inicial. Adicionalmente, en el análisis de varianza mostrado en la Tabla VI el valor de la variable (P) relacionada con el peso, presenta un número mayor en el intervalo de confianza, aun estando considerada en el modelo de regresión lineal.

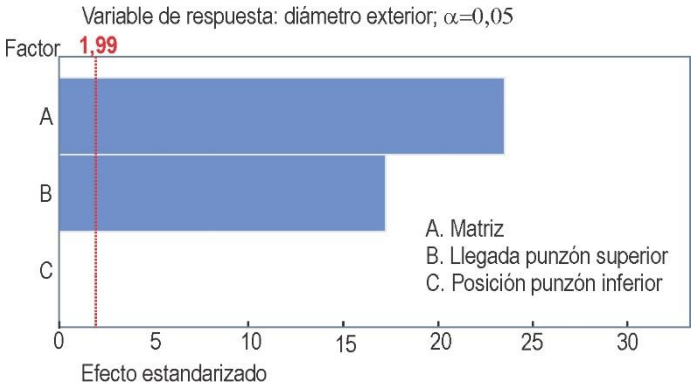

Figura 8.- Diagrama de Pareto de efectos estandarizados del modelo que incluye como covariables el peso, diámetro y fuerza aplicada. Fuente: Elaboración propia.

Fuente	GL	SC ajust	CM ajust	Valor F	Valor P
Modelo	8	0.001939	0.000242	479.26	0.000
Covariables	3	0.000631	0.000210	416.04	0.000
Peso compactado	1	0.000001	0.000001	1.40	0.240
Diámetro sinterizado	1	0.000033	0.000033	65.22	0.000
Fuerza aplicada	1	0.000016	0.000016	32.16	0.000
Linear	5	0.001038	0.000208	410.27	0.000
Matriz	1	0.000372	0.000372	735.20	0.000
Llegada punzón sup	2	0.000000	0.000000	0.10	0.904
Posición punzón inf	2	0.000023	0.000012	22.99	0.000
Error	81	0.000041	0.000001		
Total	89	0.001980			

Tabla VI.- Análisis de varianza del modelo que incluye como covariables el peso, diámetro y fuerza aplicada. Fuente: Elaboración propia.

Como resultado, el modelo final no contiene residuos observados como inusuales, además de presentar menor cantidad de residuos perjudiciales al modelo y el planteamiento de una ecuación simplificada. En la Tabla VII se muestra el análisis de varianza del modelo final, el cual ha de ser puesto a prueba para comprobar su efectividad.

Estas observaciones conllevan a la modificación del modelo, por lo que se procede a descartar el factor "Llegada de punzón superior" para generar el modelo final que incluye covariables y un menor número de factores.

Fuente	GL	SC ajust	CM ajust	Valor F	Valor P
Modelo	6	0.001939	0.000323	653.12	0.000
Covariables	3	0.001070	0.000357	720.69	0.000
Peso compactado	1	0.000012	0.000012	24.74	0.000
Diámetro sinterizado	1	0.000035	0.000035	70.84	0.000
Fuerza aplicada	1	0.000432	0.000432	873.84	0.000
Linear	3	0.001037	0.000346	698.84	0.000
Matriz	1	0.000986	0.000986	1992.37	0.000
Posición punzón inf	2	0.000036	0.000018	36.00	0.000
Error	83	0.000041	0.000000		
Total	89	0.001980			

Tabla VII.- Análisis de varianza del modelo final. Fuente: Elaboración propia.

Comprobación de los modelos estadísticos

Para la prueba de los modelos estadísticos se utilizan los niveles en los que fueron tratadas las muestras adicionales y los resultados de las covariables de las mismas. Esta información es introducida en las ecuaciones de regresión de cada modelo para obtener sus predicciones. La Tabla VIII contiene los datos utilizados para dicho análisis.

Las ecuaciones obtenidas a partir de los modelos estadísticos a ser comparados se presentan a continuación:

Ecuación inicial (sin covariables):
Diámetro exterior = 0,001544 - 0,002905 Matriz_0,00 + 0,002905 Matriz_0,02 - 0,002823 Llegada punzón superior_-0,05 + 0,000257 Llegada punzón superior_0,00 + 0,002567 Llegada punzón superior_0,05 + 0,001371 Posición punzón inferior_-0,03 - 0,000040 Posición punzón inferior_0,00 - 0,001331 Posición punzón inferior_0,03

Ecuación final (con covariables):
Diámetro exterior = 0,01806 - 0,000759 Peso compactado + 0,4239 Diámetro sinterizado + 0,000073 Fuerza aplicada - 0,003472 Matriz_0,00 + 0,003472 Matriz_0,02 + 0,000748 Posición punzón inferior_-0,03 + 0,000066 Posición punzón inferior_0,00 - 0,000814 Posición punzón inferior_0,03

Tratamiento	Factores			Covariables				
	Matriz (mm)	Llegada de punzón superior (mm)	Posición de punzón inferior (mm)	Peso compactado (mm)	Diámetro sinterizado (mm)	Altura total sinterizado (mm)	Espesor de plato sinterizado (mm)	Fuerza aplicada en el calibrado (kN)
1	0	-0.05	-0.03	-1.475	-0.0426311	-0.0808	-0.0833	-75
2	0	-0.05	0	-1.003	-0.0400065	-0.0490	-0.0553	-60
3	0	-0.05	0.03	-1.134	-0.0401901	-0.0560	-0.0682	-76
4	0	0	-0.03	-0.888	-0.0407435	-0.0456	-0.0516	-25
5	0	0	0	-1.166	-0.0413306	-0.0596	-0.0676	-39
6	0	0	0.03	-0.647	-0.0393189	-0.0266	-0.0403	-23
7	0	0.05	-0.03	-1.314	-0.0410454	-0.0612	-0.0786	-4
8	0	0.05	0	-1.255	-0.0411414	-0.0616	-0.0689	-1
9	0	0.05	0.03	-0.737	-0.0396889	-0.0384	-0.0476	6
10	0.02	-0.05	-0.03	-1.554	-0.0441455	-0.0808	-0.0889	-94
11	0.02	-0.05	0	-1.240	-0.0419910	-0.0672	-0.0660	-93
12	0.02	-0.05	0.03	-1.007	-0.0429989	-0.0548	-0.0534	-91
13	0.02	0	-0.03	-1.201	-0.0428793	-0.0636	-0.0698	-43
14	0.02	0	0	-1.107	-0.0412160	-0.0524	-0.0616	-59
15	0.02	0	0.03	-1.109	-0.0422575	-0.0524	-0.0601	-60
16	0.02	0.05	-0.03	-1.314	-0.0403936	-0.0610	-0.0631	-16
17	0.02	0.05	0	-1.103	-0.0405684	-0.0512	-0.0525	-25
18	0.02	0.05	0.03	-0.790	-0.0399107	-0.0376	-0.0583	-10
19	0	-0.05	-0.03	-0.772	-0.0423409	-0.0346	-0.0277	-60
20	0	-0.05	0	-0.386	-0.0381872	-0.0256	-0.0250	-39
21	0	-0.05	0.03	-0.449	-0.0374054	-0.0282	-0.0201	-51
22	0	0	-0.03	-0.405	-0.0382094	-0.0310	-0.0225	-7
23	0	0	0	-0.686	-0.0414360	-0.0486	-0.0364	-21
24	0	0	0.03	-0.035	-0.0387311	-0.0112	-0.0019	-7
25	0	0.05	-0.03	-0.366	-0.0373405	-0.0244	-0.0285	27
26	0	0.05	0	-0.604	-0.0398841	-0.0400	-0.0412	14
27	0	0.05	0.03	0.058	-0.0367037	-0.0050	-0.0033	34
28	0.02	-0.05	-0.03	-0.078	-0.0404104	-0.0102	-0.0121	-38
29	0.02	-0.05	0	-0.470	-0.0409256	-0.0332	-0.0333	-68
30	0.02	-0.05	0.03	-0.111	-0.0372489	-0.0068	-0.0068	-58
31	0.02	0	-0.03	-0.560	-0.0381965	-0.0316	-0.0250	-22
32	0.02	0	0	-0.566	-0.0395223	-0.0328	-0.0304	-39
33	0.02	0	0.03	-0.656	-0.0394127	-0.0370	-0.0394	-46
34	0.02	0.05	-0.03	-0.308	-0.0371735	-0.0208	-0.0215	18
35	0.02	0.05	0	-0.259	-0.0398354	-0.0166	-0.0154	3
36	0.02	0.05	0.03	-0.307	-0.0415439	-0.0114	-0.0097	3
37	0	-0.05	-0.03	-0.079	-0.0401176	-0.0114	0.0009	-24
38	0	-0.05	0	-0.374	-0.0421175	-0.0260	-0.0132	-37
39	0	-0.05	0.03	0.103	-0.0388909	0.0000	0.0064	-27
40	0	0	-0.03	0.084	-0.0369066	-0.0010	0.0144	11
41	0	0	0	0.107	-0.0387933	0.0022	0.0075	17
42	0	0	0.03	0.509	-0.0368573	0.0240	0.0393	21
43	0	0.05	-0.03	0.349	-0.0391077	0.0160	0.0209	60
44	0	0.05	0	-0.055	-0.0408536	-0.0024	0.0060	48
45	0	0.05	0.03	0.405	-0.0399123	0.0080	0.0073	40
46	0.02	-0.05	-0.03	0.036	-0.0404067	-0.0020	0.0052	-31
47	0.02	-0.05	0	-0.158	-0.0415183	-0.0134	-0.0041	-51
48	0.02	-0.05	0.03	-0.228	-0.0411765	-0.0178	-0.0044	-59
49	0.02	0	-0.03	0.501	-0.0378235	0.0244	0.0324	25
50	0.02	0	0	0.002	-0.0398435	-0.0050	0.0036	-13
51	0.02	0	0.03	0.158	-0.0399291	0.0054	0.0098	-9
52	0.02	0.05	-0.03	-0.074	-0.0394406	-0.0106	0.0022	31
53	0.02	0.05	0	0.005	-0.0403700	-0.0038	0.0026	14
54	0.02	0.05	0.03	0.088	-0.0398986	0.0062	0.0113	17
55	0	-0.05	-0.03	0.272	-0.0378604	0.0162	0.0097	-14
56	0	-0.05	0	0.281	-0.0385005	0.0112	0.0199	-15
57	0	-0.05	0.03	0.473	-0.0380747	0.0248	0.0283	-12
58	0	0	-0.03	0.354	-0.0378753	0.0164	0.0197	25
59	0	0	0	0.213	-0.0367287	0.0096	0.0174	19
60	0	0	0.03	0.474	-0.0390724	0.0214	0.0283	19
61	0	0.05	-0.03	0.093	-0.0389879	0.0076	0.0057	44
62	0	0.05	0	0.641	-0.0377122	0.0328	0.0398	71
63	0	0.05	0.03	0.474	-0.0377516	0.0258	0.0223	54
64	0.02	-0.05	-0.03	0.212	-0.0383894	0.0060	0.0105	-25
65	0.02	-0.05	0	0.262	-0.0396290	0.0118	0.0121	-39
66	0.02	-0.05	0.03	0.271	-0.0394831	0.0102	0.0166	-40

67	0.02	0	-0.03	0.900	-0.0357023	0.0478	0.0558	38
68	0.02	0	0	0.525	-0.0381433	0.0248	0.0326	5
69	0.02	0	0.03	0.481	-0.0373670	0.0272	0.0233	4
70	0.02	0.05	-0.03	0.210	-0.0375055	0.0094	0.0146	42
71	0.02	0.05	0	0.821	-0.0370358	0.0456	0.0388	53
72	0.02	0.05	0.03	0.154	-0.0392210	0.0082	0.0016	24
73	0	-0.05	-0.03	1.231	-0.0369751	0.0670	0.0846	24
74	0	-0.05	0	1.238	-0.0370461	0.0588	0.0811	25
75	0	-0.05	0.03	1.245	-0.0366669	0.0610	0.0811	19
76	0	0	-0.03	1.197	-0.0350161	0.0608	0.0773	60
77	0	0	0	1.143	-0.0350460	0.0588	0.0773	57
78	0	0	0.03	1.004	-0.0347047	0.0498	0.0725	44
79	0	0.05	-0.03	1.086	-0.0369095	0.0536	0.0712	90
80	0	0.05	0	1.108	-0.0397715	0.0560	0.0796	91
81	0	0.05	0.03	1.340	-0.0359731	0.0708	0.0913	88
82	0.02	-0.05	-0.03	0.576	-0.0391167	0.0244	0.0400	-9
83	0.02	-0.05	0	0.567	-0.0354113	0.0724	0.1061	20
84	0.02	-0.05	0.03	0.620	-0.0377161	0.0320	0.0517	-18
85	0.02	0	-0.03	1.415	-0.0355726	0.0776	0.0924	65
86	0.02	0	0	1.631	-0.0355108	0.0942	0.1121	54
87	0.02	0	0.03	1.541	-0.0358922	0.0850	0.0953	53
88	0.02	0.05	-0.03	1.192	-0.0337232	0.0694	0.0831	90
89	0.02	0.05	0	1.136	-0.0365939	0.0652	0.0848	67
90	0.02	0.05	0.03	0.944	-0.0362491	0.0536	0.0672	58

Tabla VIII.- Matriz de tratamientos y resultados de las covariables de la muestra de comprobación. Fuente: elaboración propia.

Los resultados obtenidos de la variable de respuesta se pueden observar en la Figura 9 y los residuos de los modelos en comparación a las dimensiones reales de las piezas se grafican en la Figura 10.

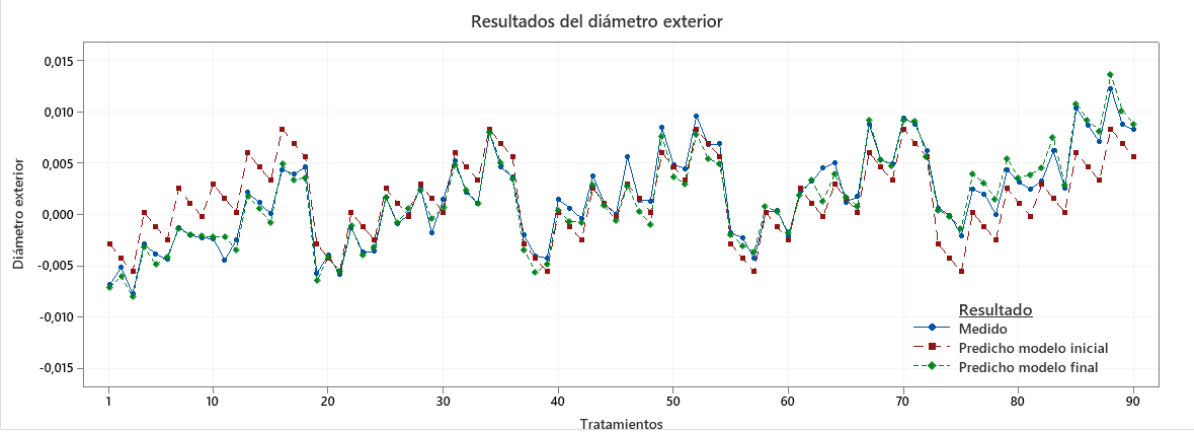

Figura 9.- Resultados de la variable de respuesta analizada. Fuente: elaboración propia.

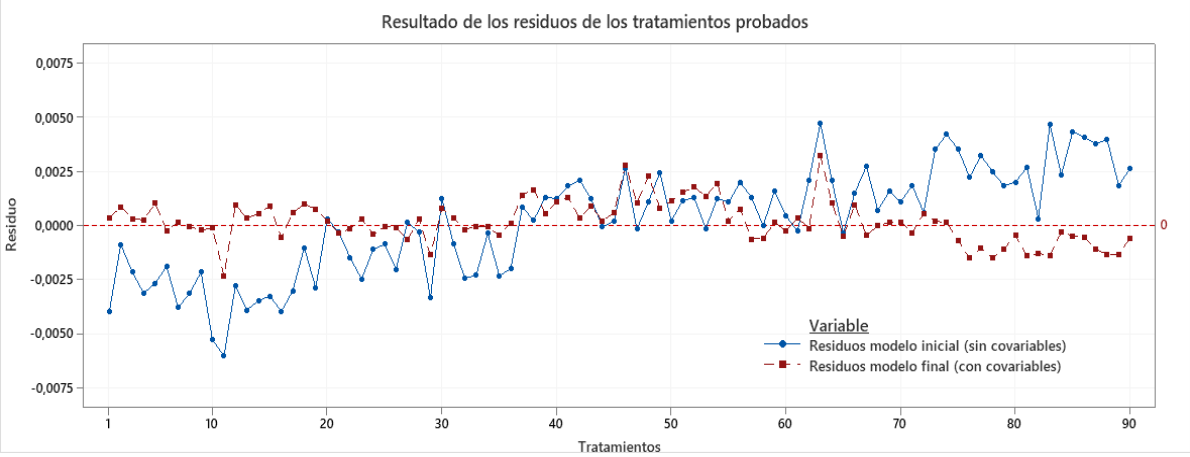

Figura 10.- Residuos de los valores predichos en comparación con la dimensión medida en las piezas. Fuente: elaboración propia.

En la Figura 9 se observa claramente la limitación del modelo inicial, el cual solo puede predecir 18 resultados distintos para las 5 réplicas de los tratamientos, mientras que el modelo final, predice un resultado diferente para cada uno de los tratamientos al emplear las covariables en la ecuación. Estos resultados demuestran el aumento en el grado de confiabilidad del segundo modelo en la predicción de resultados con mayor precisión.

En la Figura 10 se aprecia como los residuos del modelo final se acercan en su mayoría a la línea del cero a lo largo de los tratamientos, mientras que el modelo inicial, sin covariables, llega a generar residuos de hasta 6 µm. Estos datos demuestran la importancia de la consideración de covariables en el diseño de experimentos con el fin de controlar la influencia de nuevos factores, aun cuando en su aplicación es necesario considerar un extensivo número de tratamientos [12, 13].

Discusión y conclusiones

Se demostró como el diseño de experimentos es una técnica eficiente en la realización de análisis detallados sobre las características críticas de componentes producidos por metalurgia de polvos, siempre y cuando, se efectúe incluyendo covariables en el modelo.

La ausencia de covariables genera un modelo defectuoso, ya que el error de la mayoría de los resultados predichos puede llegar a ser mayor a la desviación estándar de la operación de calibrado en la producción en masa. Las covariables incluidas en el análisis estadístico demuestran ser factores importantes para la mejora y la optimización de los procesos analizados.

Los resultados obtenidos en la presente investigación, señalan a esta metodología como una ruta viable en la definición de las variables del proceso más adecuadas para la implementación de sistemas automatizados de registro de datos y control de procesos en los equipos de compactación y calibrado, donde se puedan introducir estas variables para ajustar los diferentes parámetros que den lugar a la producción de piezas con tolerancias más cerradas en sus dimensiones.

Agradecimientos

A *Sumitomo Electric Sintered Components* México S.A. de C.V. por la oportunidad de realizar el trabajo de investigación en sus instalaciones utilizando su maquinaria y equipo de medición.

Al CONACyT por la beca otorgada para el estudio del posgrado de Maestría en Manufactura Avanzada de la modalidad posgrado con la industria.

Al CIATEQ A.C. por las facilidades otorgadas para el desarrollo de este proyecto.

A mi asesor Raúl Pérez Bustamante, por la guía paciente para el logro de este artículo de investigación.

Referencias

1. Arulmani, L., et al., Hot powder forging behavior analysis of sintered AISI 8740 PM steels for automotive application. Materials Today: Proceedings, 2020. 28: p. 1068-1072.
2. Selvakumar, N., Particulate Processing (Powder Metallurgy)☆, in Reference Module in Materials Science and Materials Engineering. 2017, Elsevier.
3. Azevedo, J.M.C., A. CabreraSerrenho, and J.M. Allwood, Energy and material efficiency of steel powder metallurgy. Powder Technology, 2018. 328: p. 329-336.
4. Godina, R., J. Matias, and S. Azevedo, Quality Improvement With Statistical Process Control in the Automotive Industry. International Journal of Industrial and Management, 2016. 7: p. 1-8.
5. Mitra, A.C., et al., Design of Experiments for Optimization of Automotive Suspension System Using Quarter Car Test Rig. Procedia Engineering, 2016. 144: p. 1102-1109.
6. Capetillo, A. and F. Ibarra, Multiphase injector modelling for automotive SCR systems: A full factorial design of experiment and optimization. Computers & Mathematics with Applications, 2017. 74(1): p. 188-200.
7. Wang, Y.A., et al., Using independent covariates in experimental designs: Quantifying the trade-off between power boost and Type I error inflation. Journal of Experimental Social Psychology, 2017. 72: p. 118-124.
8. MPIF, M.S.-S., Materials Standards for PM Structural Parts. 2018.
9. Frölich, M. and M. Huber, Including Covariates in the Regression Discontinuity Design. Journal of Business & Economic Statistics, 2019. 37(4): p. 736-748.
10. Calonico, S., et al., Regression Discontinuity Designs Using Covariates. The Review of Economics and Statistics, 2018. 101(3): p. 442-451.
11. Li, X. and P. Ding, Rerandomization and regression adjustment. Journal of the Royal Statistical Society: Series B (Statistical Methodology), 2020. 82(1): p. 241-268.
12. Drovandi, C.C., et al., Principles of Experimental Design for Big Data Analysis. Statistical science: a review journal of the Institute of Mathematical Statistics, 2017. 32(3): p. 385-404.
13. Baird, S., et al., Optimal Design of Experiments in the Presence of Interference. The Review of Economics and Statistics, 2018. 100(5): p. 844-860.