

## CAPÍTULO VIII TRATAMIENTO ESTADÍSTICO

A los resultados obtenidos en cada uno de los ensayos realizados se le estima la incertidumbre de la medición de acuerdo a la GUM “**GUIDE TO THE EXPRESSION OF UNCERTAINTY IN MEASUREMENT**” (JCGM/WG, 2008).

Cada método cuantitativo que se realiza tiene un modelo o ecuación matemática asociada, que supone aproximaciones originadas por la representación imperfecta o limitada de las relaciones entre las variables involucradas.

Es importante tener definido el modelo matemático del método de ensayo, con el fin de estimar la incertidumbre de las mediciones. Este modelo relaciona las magnitudes de entrada y el mensurando Y como la magnitud de salida y se representa con una función:

$$Y = f(\{X_i\}) = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$$

### Ecuación 24. Modelo matemático del método de ensayo

Existen dos métodos para cuantificar la incertidumbre de cada una de las fuentes:

- El método de evaluación tipo A: está basado en un análisis estadístico de una serie de mediciones y se estima esta distribución basándose en mediciones repetidas obtenidas del mismo proceso de medición.
- El método de evaluación tipo B: comprende todas las demás maneras de estimar la incertidumbre. Se supone una distribución con base en la experiencia o información externa.

### 1 Evaluación tipo A

El método de evaluación tipo A es la incertidumbre de una magnitud de entrada  $X_i$  obtenida a partir de observaciones repetidas bajo condiciones de repetibilidad y se estima con base en la dispersión de los resultados individuales.

La incertidumbre estándar de la media se estima tal como se indica en el Ecuación 25, donde  $n$  es el número de mediciones repetidas y  $S_p$  es la desviación estándar de las mediciones; también se le conoce como la incertidumbre estándar de la muestra ( $U_e$ ).

$$\mu(X_i) = \frac{S_p}{\sqrt{n}} = U_e$$

### Ecuación 25. Incertidumbre estándar de la media

## 2 Evaluación tipo B

Las fuentes de incertidumbre tipo B son cuantificadas usando información externa u obtenida por experiencia, tales como:

- Certificados de calibración
- Manuales del instrumento de medición, especificaciones del instrumento
- Normas o literatura
- Valores de mediciones anteriores

## 3 Incertidumbre estándar combinada del método

El resultado de la combinación de las contribuciones de todas las fuentes individuales es la incertidumbre estándar combinada del método  $U_m(y)$ , la cual contiene toda la información esencial sobre la incertidumbre del mensurando Y.

La contribución de cada fuente  $u_i(y)$  a la incertidumbre estándar combinada  $U_m(y)$  depende de la incertidumbre estándar  $u(x_i)$  de la propia fuente y del impacto de la fuente sobre el mensurando. Es posible encontrar que una pequeña variación de alguna de las magnitudes de influencia tenga un impacto importante en el mensurando, y viceversa.

La contribución de cada fuente  $u_i(y)$  a la incertidumbre estándar combinada  $U_m(y)$  se determina a través del producto entre la incertidumbre estándar  $u(x_i)$  y su coeficiente de sensibilidad  $C_i$  (o factor de sensibilidad), tal como se indica en la Ecuación 26:

$$\mu_i(y) = C_i * \mu(X_i)$$

### Ecuación 26. Contribución de cada fuente a la incertidumbre estándar combinada

Donde  $C_i$  es el coeficiente de sensibilidad evaluado como  $C_i = \frac{\partial y}{\partial x}$  la derivada parcial de y con respecto a  $x_i$ .

Tabla 10. Principales fuentes de incertidumbre

Tipo	Fuente de incertidumbre	Error o "Duda"	Nivel de confianza	Distribución de probabilidad	Divisor (1)	Grados de libertad efectivos
A	Repetibilidad en las mediciones	$S/\sqrt{n}$	68,26%	Normal	1	n-1

Tipo	Fuente de incertidumbre	Error o "Duda"	Nivel de confianza	Distribución de probabilidad	Divisor (1)	Grados de libertad efectivos
B	Incertidumbre en la calibración del instrumento	±U	95,45%	Normal t de Student	K = 2 K > 2	Infinito Grados de libertad informados
B	División de escala	Div ±Div/2	100%	Rectangular	√12 √3	Infinito
B	Resolución (Cuando sea posible fijar el valor en el centro de la escala – análogo)	±Res/2 Res	100%	Triangular	√6 √24	Infinito
B	Error máximo del instrumento en la medición	±Emax	100%	Rectangular	√3	Infinito

(1) Se utiliza para obtener la incertidumbre estándar de correspondiente a la fuente de incertidumbre.

Finalmente, la incertidumbre estándar combinada  $U_m(y)$  se calcula a partir de las contribuciones particulares de cada fuente, tal como se muestra en la Ecuación 27.

$$U_m(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N [C_i \cdot \mu(x_i)]^2}$$

**Ecuación 27.** Incertidumbre estándar combinada del método

#### 4 Incertidumbre combinada

$$U_c = \sqrt{U_e^2 + U_m^2}$$

**Ecuación 28.** Incertidumbre combinada

El resultado de la combinación de las contribuciones de todas las fuentes individuales tipo A y B es la incertidumbre combinada  $U_c(y)$ , la cual contiene toda la información esencial sobre la incertidumbre del mensurando Y (Ecuación 28).

#### 5 Incertidumbre expandida

La incertidumbre combinada  $U_c$  representa un intervalo centrado en el mejor estimado del mensurando que contiene el valor verdadero con una probabilidad  $p$  de 68% aproximadamente, bajo la suposición de que los posibles valores del mensurando siguen una distribución normal.

Generalmente se desea una probabilidad mayor, lo que se obtiene expandiendo el intervalo de incertidumbre por un factor  $k$ , llamado factor de cobertura. El resultado se llama incertidumbre expandida  $U$  (Ecuación 29).

$$U = \pm k \cdot U_c$$

### **Ecuación 29.** Incertidumbre expandida

Donde  $K$  es el factor de cobertura y depende del nivel de confianza requerido o elegido. La incertidumbre expandida  $U$  indica entonces un intervalo que representa una fracción  $p$  de los valores que puede probablemente tomar el mensurando. El valor de  $p$  es llamado el nivel de confianza y puede ser elegido a conveniencia.

## **6 Factor de cobertura y el nivel de confianza**

Para calcular la incertidumbre expandida, es necesario calcular un factor de cobertura para una probabilidad de cobertura generalmente aceptada de 95,45%, pero este factor depende del número de grados de libertad efectivos ( $V_{ef}$ ) el cual se calcula de acuerdo con la Ecuación 30; donde  $v_i$  son los grados de libertad de cada fuente de incertidumbre.

### **Ecuación 30.** Grados de libertad efectivos

El valor del  $t$  de Student para un nivel de confianza 95,45 % y con  $V_{ef}$  grados de libertad: si  $V_{ef}$  es mayor que 1000, se considera el resultado como una distribución de probabilidad Normal y se utiliza  $K = 2,00$ , y en el caso que el valor sea menor que 1000 el valor del factor  $k$  es calculado en función de la tabla de  $t$  - Student para una probabilidad de cobertura de 95,45 %.

## **7 Expresión del resultado de la medición**

El resultado de la medición de cada ensayo se expresa como se indica a continuación:

$$\textit{Promedio de los datos} \pm \textit{Incertidumbre expandida}$$

### **Ecuación 31.** Expresión de los resultados de medición

La incertidumbre de la medición se expresó con un factor de cobertura de  $K = 2$ , para un nivel de confianza aproximadamente del 95,45 %.

## CONCLUSIONES

Mediante el desarrollo de la investigación se caracterizaron tres materiales arcillosos provenientes de la Formación Guayabo, Carbonera y León. Se determinó la composición mineralógica, la composición química, los principales grupos funcionales, el comportamiento térmico, las propiedades físico-cerámicas y las propiedades tecnológicas. Los resultados muestran que los materiales estudiados son aptos para la fabricación de materiales cerámicos de construcción, específicamente baldosas cerámicas.

El análisis mineralógico indica que los materiales arcillosos estudiados a temperatura ambiente están constituidos principalmente de cuarzo, caolinita, moscovita, hematita y anatasa. Todas las muestras presentaron carácter caolinita-illita, así mismo, la caolinita contenida en las muestras es estructural ordenada. Los estudios de difracción de rayos X realizados a las muestras a diferentes temperaturas, demostraron las diferentes fases cristalinas que se formaron durante el proceso de cocción, comprobando la descomposición de la caolinita en metacaolín, y posterior formación de mullita.

En los análisis de infrarrojo para las muestras en estado natural se obtuvieron las bandas de absorción características de la caolinita, cuarzo y moscovita. En las muestras calcinadas se evidenció la deshidroxilación de la caolinita y los cambios en las absorciones de los enlaces Si-O característicos del cuarzo y los aluminosilicatos. Los estudios espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier complementaron los resultados obtenidos por difracción de rayos X.

Los análisis químicos de los materiales arcillosos indicaron que el óxido de sílice es el que se encuentran en mayor cantidad seguido del óxido de aluminio, lo que coincide con los análisis cuantitativos de DRX. De igual manera, las muestras también contienen óxido de hierro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) que es el responsable de la coloración roja característica de los productos terminados, los óxidos alcalinos y alcalinotérreos son responsables en la disminución del punto de fusión de la pasta cerámica en la sinterización.

Las curvas dilatométricas indicaron los cambios de volumen que presentaron las muestras cuando fueron sometidas a un proceso de calentamiento y enfriamiento, debido a las diferentes transformaciones físicas y químicas que se presenta en la pasta cerámica. Los análisis termogravimétricos permitieron conocer las pérdidas de masa correspondientes a la deshidratación, descomposición de la materia orgánica, deshidroxilación de la caolinita y otros aluminosilicatos como la moscovita, transformación alotrópica del cuarzo y la formación de fases como la mullita. Mediante los análisis térmicos diferenciales (DTA) y calorimetría diferencial de barrido (DSC) se determinaron los picos endotérmicos y exotérmicos de las transformaciones generados por el calentamiento.

Mediante las curvas dilatométricas, los análisis termogravimétricos, análisis térmico diferencial y calorimetría diferencial de barrido, se estableció la curva de cocción de los materiales arcillosos estudiados. Se tuvo en cuenta los puntos críticos en el proceso de cocción – enfriamiento y la composición mineralógica, con el fin de darle el tiempo suficiente a la pasta cerámica para que sufriera las transformaciones químicas y físicas cuando son sometidas a un proceso de calentamiento y enfriamiento; de esta manera se logró obtener materiales con excelentes propiedades tecnológicas.

En los análisis físico-cerámicos se obtuvo que la muestra de la Formación León fue la más plástica debido al contenido de caolinita, lo que coincide con los análisis cuantitativos de DRX y la relación obtenida por FRX. En los resultados obtenidos de pérdidas de masa y contracción lineal tanto en secado como en cocido, también están relacionados con la composición química y mineralógica, la muestra de la Formación León fue la que presentó mayores valores de pérdida de peso y contracción lineal, al ser la más plástica fue la que necesitó mayor contenido de agua para la preparación de la pasta cerámica, por ende, era la que más masa y volumen iba a perder.

En los análisis tecnológicos las muestras cocidas bajo los parámetros de la curva de cocción presentaron mejores propiedades en comparación a las muestras cocidas bajo los parámetros de la curva de cocción sugerida por el CIMAC. Las muestras de la Formación Guayabo y Formación carbonera son aptas para elaborar baldosas del grupo AII, mientras que la muestra de la Formación León es apta para elaborar baldosas de baja absorción de agua (grupo AI) como los soportes del porcelanato. Es importante resaltar que todas las muestras cocidas bajo los parámetros de la curva de cocción diseñada presentaron la fase mullita, que no suele ser muy común en los productos de arcilla roja, y es un indicador que demuestra que se llevó a cabo un buen proceso de cocción.

## RETOS A FUTURO

Se recomienda el uso del material arcilloso de la Formación León para elaborar productos con baja capacidad de absorción de agua, como porcelanatos. Así mismo, se recomienda el uso de la muestra de la Formación Guayabo y Carbonera para realizar soportes de baldosas cerámicas por sus excelentes propiedades.

Se recomienda el uso de la curva de cocción diseñada para los materiales arcillosos con propiedades similares a las del estudio realizado, ya que se corroboró la importancia del proceso de cocción en el desarrollo de las propiedades en el material cerámico.

Los estudios de difracción de rayos X a diferentes temperaturas se deberían utilizar para llevar a cabo investigaciones con el fin de obtener productos con valores agregados, ya que se pudieron establecer las fases que se forman en el proceso de cocción y de esta manera aportar a la innovación.

Modificar la curva de cocción diseñada para materiales arcillosos con características similares a la muestra de la Formación León para obtener productos cerámicos en menos tiempo de cocción y temperatura, ya que estos presentan fundentes que le permiten a los materiales sinterizarse en un menor tiempo (Figura 130).

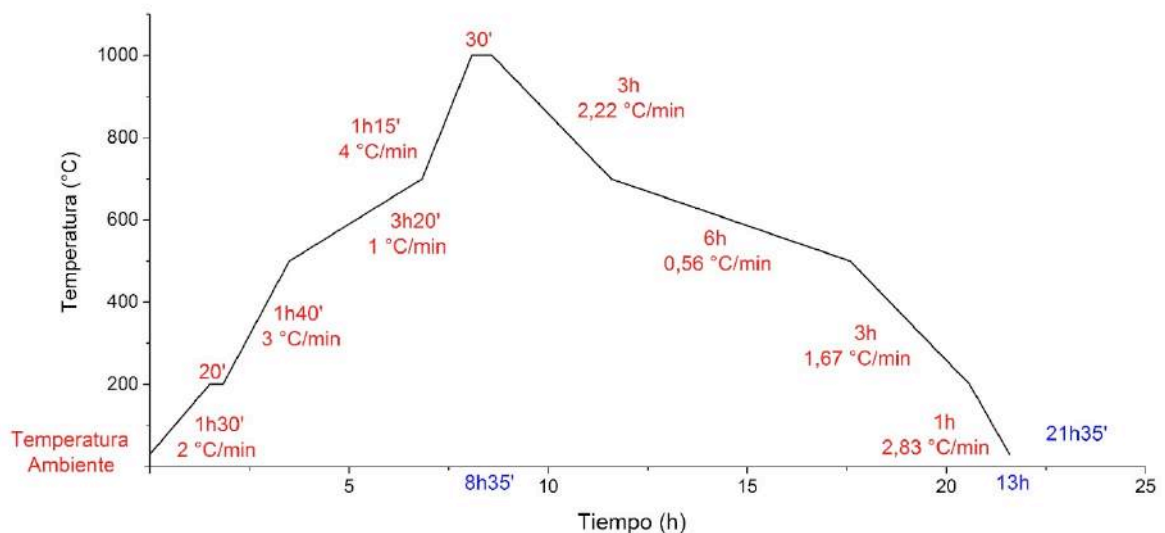
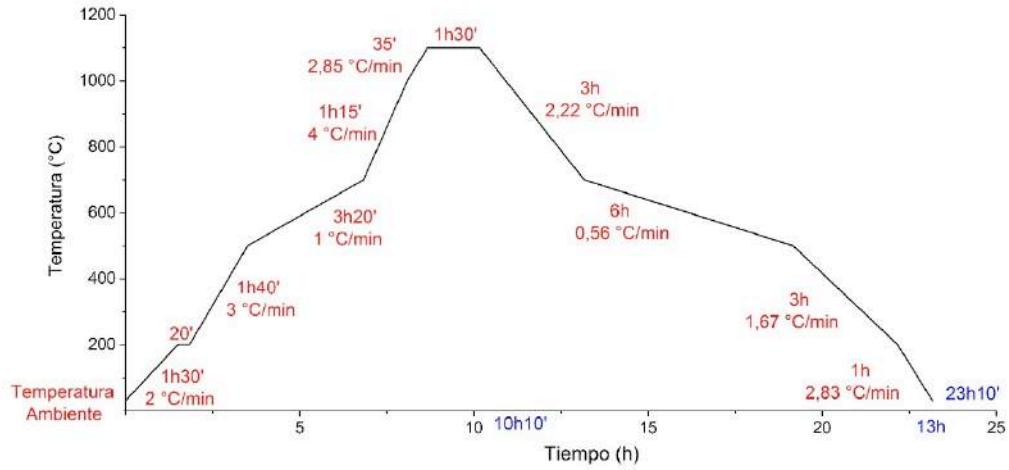


Figura 130. Curva de cocción diseñada para materiales arcillosos con características similares a la muestra de la Formación León

Modificar la curva de cocción diseñada para materiales arcillosos con características similares a la muestra de la Formación Carbonera para obtener productos cerámicos con

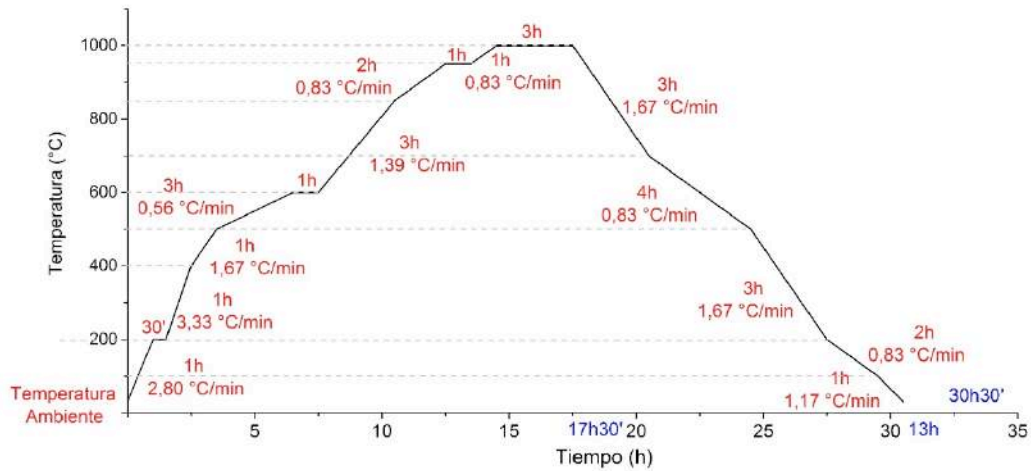


menos porosidad y mejorar su resistencia mecánica, ya que estos presentan fases cristalinas que requieren mayor tiempo para sinterizar correctamente.



**Figura 131.** Curva de cocción diseñada para materiales arcillosos con características similares a la muestra de la Formación Carbonera

Basados en la curva de cocción diseñada se recomienda usar la siguiente curva de cocción para un horno túnel a nivel industrial, para materiales arcillosos con propiedades similares a los del estudio realizado.



**Figura 132.** Curva de cocción para un horno túnel a nivel industrial

Basados en la curva de cocción diseñada se recomienda usar la siguiente curva de cocción para un horno colmena a nivel industrial, para materiales arcillosos con propiedades similares a los del estudio realizado (Figura 133).

