ESTUDIO EXPERIMENTAL DE METODOS DE OPTIMACION
PARTE I: METODO SEMIEMPIRICO DE BOX - WILSON.

J.F. Izquierdo Torres
J. Mata Alvarez

Quaderns d'enginyeria
5 (1984) 1 p. 97-108

RESUMEN

En este trabajo, se aplica el método semiempírico de Box-Wilson a la optimación de la viscosidad de una composición detergente. Con el fín de simplificar el proceso de cálculo, se utilizan diseños factoriales 2^K ortogonales.

SUMMARY

In this work, the Box-Wilson semiempirical method is applied to the optimation of the viscosity of the detergent composition. 2^K ortogonal factorial designs are used to simplify the calculation process.

INTRODUCCION

El proceso de optimación de una variable dependiente se basa en encontrar unos valores de las variables independientes que hagan óptimo su valor.

Existen dos formas distintas para afrontar el problema de la localización de una zona óptima, una de ellas podría ser utilizando un método semiempírico(Box-Wilson) y la otra empleando métodos secuenciales(Simplex modificado, Complex, Complex modificado, etc.)

El método semiempírico de Box-Wilson(1) se basa en obtener, mediante experimentación, una superficie de respuesta tal que al ascender por el camino de máxima pendiente se obtengan puntos que pueden llegar con facilidad al óptimo.

Los métodos secuenciales fundamentan su estrategia en el diseño de experimentos a partir de la información suministrada por los anteriores efectuando, en general, expansiones o contracciones según la respuesta obtenida.

Departamento de Química Técnica. Facultad de Química. Universidad de Barcelona.

OBJETIVOS

Dado que estos métodos citados han sido ya ampliamente descritos(1,2,3) en cuanto a sus organigramas de cálculo y sus procedimientos de operación, no parece necesario introducirlos, pero sí parece útil aplicarlos a un caso práctico de optimación de la viscosidad de una composición detergente en la que aparecen cuatro variables y comparar los resultados obtenidos con los de otro trabajo anterior(1) en el que se utilizaron menos variables y otros métodos secuenciales.

PREPARACION DE UNA COMPOSICION DETERGENTE

El detergente estudiado en este trabajo contiene productos tensiactivos, disolventes y sal común, todos ellos sometidos a limitaciones de tipo industrial.

Estas limitaciones así como los nombres de los productos se encuentran descritos anteriormente(1), con excepción de las de la sal común(0-2% respecto al peso total).

De esta forma, las variables de trabajo que se pueden definir son las cuatro siguientes:

X_1 : % de poliamida respecto al peso total de sólidos activos.

X_2 : % de lauril éter sulfato amónico respecto al peso total de sólidos activos.

X_3 : % de sal común respecto al peso total.

X_4 : % de propilenglicol respecto al peso total.

Las limitaciones para estas variables se encuentran en la Tabla I.

Tabla I

Variable	Límite inferior	Límite superior
X_1	6 %	0 %
X_2	70 %	28,2%
X_3	2 %	0 %
X_4	56,6%	0 %

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para la realización de los experimentos se utilizaron mezclas detergentes de peso total constante e igual a 250 gr., empleándose para su pesada una balanza de precisión: 0,01 gr..

Antes de realizar las mediciones de viscosidad, las muestras detergentes se termostataron a 30°C. durante un tiempo siempre constante de 12 horas.

La medida de viscosidades se realizó con un viscosímetro Brookfield modelo LVI.

RESULTADOS EXPERIMENTALES: METODO DE BOX-WILSON

Para el comienzo del método se ha tomado como punto de partida el de coordenadas: X_{1_o}=3%, X_{2_o}=50%, X_{3_o}=1% y X_{4_o}=2%, que según puede observarse representa, prácticamente, el punto medio del intervalo de trabajo de las tres primeras variables mientras que se utiliza un bajo porcentaje de X_4 para así favorecer el aumento de viscosidad. Alrededor del punto citado se realizó un diseño factorial ortogonal 2^4.

Los incrementos elegidos que se supone son efectivos para que las variables influyan significativamente sobre la respuesta son :

$$\Delta X_1 = 1{,}5\% \quad , \quad \Delta X_2 = 2{,}5\% \quad , \quad \Delta X_3 = 0{,}25\% \quad , \quad \Delta X_4 = 0{,}25\%$$

Efectuando un cambio de variable de tal forma que:

$$X_i' = \frac{X_i - X_{io}}{\Delta X_i} \qquad \{1\}$$

el diseño factorial se convierte en ortogonal.

En la Tabla II se muestran los niveles de operación de las variables, así como las respuestas de viscosidad de cada uno de los puntos.

El punto central se ha replicado seis veces con el fín de obtener una estimación del error experimental.

Con los resultados obtenidos, es posible ajustar la ecuación:

$$Y = 1193{,}6 + 10.X_1' + 77{,}5.X_2' + 21{,}3.X_3' - 75.X_4' \qquad \{2\}$$

donde Y es la viscosidad en centipoises.

El análisis de varianza correspondiente a la ecuación anterior se encuentra en la Tabla III.

Tabla II

X_1'	X_2'	X_3'	X_4'	X_1	X_2	X_3	X_4	Viscosidad
1	1	1	1	4,5	52,5	1,25	2,25	1220 cp.
1	1	1	-1	4,5	52,5	1,25	1,75	1420 cp.
1	1	-1	1	4,5	52,5	0,75	2,25	1110 cp.
1	1	-1	-1	4,5	52,5	0,75	1,75	1300 cp.
1	-1	1	1	4,5	47,5	1,25	2,25	1000 cp.
1	-1	1	-1	4,5	47,5	1,25	1,75	1110 cp.
1	-1	-1	1	4,5	47,5	0,75	2,25	1100 cp.
1	-1	-1	-1	4,5	47,5	0,75	1,75	1120 cp.
-1	1	1	1	1,5	52,5	1,25	2,25	1180 cp.
-1	1	1	-1	1,5	52,5	1,25	1,75	1360 cp.
-1	1	-1	1	1,5	52,5	0,75	2,25	1060 cp.
-1	1	-1	-1	1,5	52,5	0,75	1,75	1270 cp.
-1	-1	1	1	1,5	47,5	1,25	2,25	1000 cp.
-1	-1	1	-1	1,5	47,5	1,25	1,75	1180 cp.
-1	-1	-1	1	1,5	47,5	0,75	2,25	1030 cp.
-1	-1	-1	-1	1,5	47,5	0,75	1,75	1140 cp.
0	0	0	0	3	50	1	2	1240 cp.
0	0	0	0	3	50	1	2	1320 cp.
0	0	0	0	3	50	1	2	1280 cp.
0	0	0	0	3	50	1	2	1300 cp.
0	0	0	0	3	50	1	2	1320 cp.
0	0	0	0	3	50	1	2	1200 cp.

ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR D'ENGINYERIES INDUSTRIALS - BARCELONA - BIBLIOTECA

Tabla III. Análisis de varianza

	Valor	Grad. libertad	Media cuadrática
Suma bruta de cuadrados	31.645.600	22	
Suma cuadrados debida a b_o :	31.344.890,9	1	
Suma cuadrados debida a b_1 :	1.600	1	1.600
Suma cuadrados debida a b_2 :	96.100	1	96.100
Suma cuadrados debida a b_3 :	7.225	1	7.225
Suma cuadrados debida a b_4 :	90.000	1	90.000
Residual :	105.784,1	17	
Error :	11.533,3	5	2.306,7
Desajuste :	94.250,8	12	7.854,2

$$F_{exp.} = 3,4$$

$$F_{b_1} = 0,69 \quad , \quad F_{b_2} = 41,66 \quad , \quad F_{b_3} = 3,13 \quad , \quad F_{b_4} = 39$$

Comparando el valor de $F_{exp.}$ obtenido con el tabulado en la bibliografía(4), se observa que la ecuación es significativa a un nivel del 95% de probabilidad.

En las figuras 1 y 2 se muestra la disposición de los planos de isorrespuesta para valores constantes de $X_4' = +1$ y $X_4' = -1$, respectivamente.

Una vez establecida la validez de la ecuación correspondiente al diseño factorial de partida, se procedió a la determinación de la recta de ascenso al óptimo, cuyos puntos pueden encontrarse en la Tabla IV.

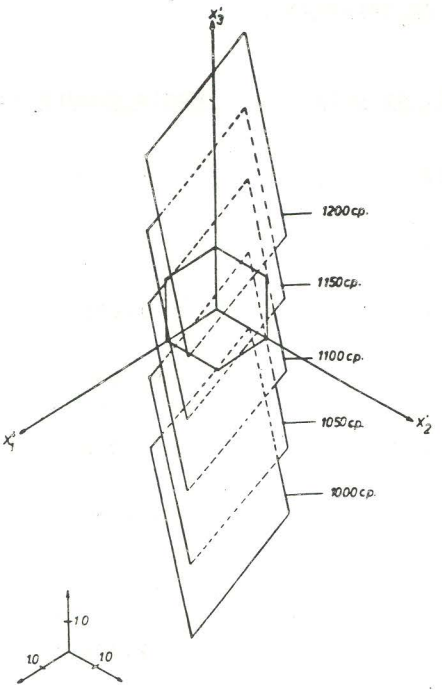

Figura 1 : Planos de isorrespuesta(X_4'=1)

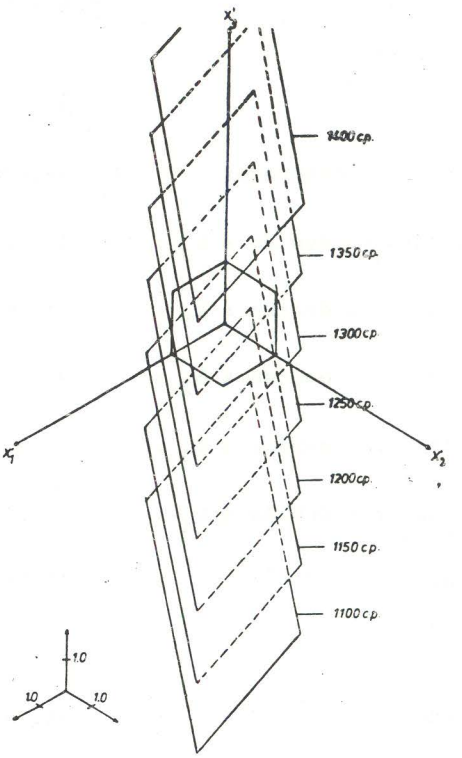

Figura 2 : Planos de isorrespuesta(X_4'=-1)

El último punto de la Tabla IV resulta fuera de los límites de alguna de las variables, por lo que se deberá efectuar ahora un diseño factorial ortogonal centrado en el punto: X_1 = 4,52%, X_2 = 69,63%, X_3 = 1,54% y X_4 = 0,1%.

Los incrementos que se supone dan variaciones importantes en la respuesta son:

$$\Delta X_1 = 1 \quad , \quad \Delta X_2 = 0,25 \quad , \quad \Delta X_3 = 0,31 \quad , \quad \Delta X_4 = 0,07$$

Efectuando un cambio de variable tal como el citado en la expresión $\{1\}$, el diseño a utilizar es, como ya se ha indicado, factorial ortogonal.

En la Tabla V se encuentran los puntos correspondientes al diseño factorial citado.

Tabla IV

x_1'	x_2'	x_3'	x_4'	x_1	x_2	x_3	x_4	Viscosidad
0,26	2,07	0,57	-2	3,39	55,17	1,14	1,5	1840 cp.
0,29	2,27	0,62	-2,2	3,43	55,68	1,15	1,45	1880 cp.
0,32	2,48	0,68	-2,4	3,48	56,2	1,17	1,4	1890 cp.
0,35	2,68	0,73	-2,6	3,5	56,8	1,19	1,35	1920 cp.
0,37	2,89	0,79	-2,8	3,55	57,2	1,2	1,3	1950 cp.
0,4	3,1	0,85	-3	3,6	57,7	1,21	1,25	2060 cp.
0,42	3,3	0,9	-3,2	3,63	58,25	1,22	1,2	2130 cp.
0,45	3,51	0,96	-3,4	3,67	58,77	1,24	1,15	2230 cp.
0,48	3,72	1,02	-3,6	3,72	59,3	1,26	1,1	2310 cp.
0,51	3,93	1,08	-3,8	3,77	59,83	1,27	1,05	2390 cp.
0,53	4,13	1,13	-4	3,8	60,33	1,28	1	2450 cp.
0,59	4,55	1,25	-4,4	3,89	61,38	1,31	0,9	2560 cp.
0,63	4,95	1,36	-4,8	3,94	62,38	1,34	0,8	2650 cp.
0,69	5,37	1,47	-5,2	4,03	63,42	1,36	0,7	2850 cp.
0,74	5,78	1,58	-5,6	4,11	64,45	1,39	0,6	3080 cp.
0,8	6,2	1,7	-6	4,2	65,5	1,42	0,5	3130 cp.
0,85	6,6	1,81	-6,4	4,27	66,5	1,45	0,4	3780 cp.
0,9	7,03	1,92	-6,8	4,35	67,57	1,48	0,3	3920 cp.
0,96	7,44	2,04	-7,2	4,44	68,6	1,51	0,2	4320 cp.
1,01	7,85	2,15	-7,6	4,52	69,63	1,54	0,1	4400 cp.
1,07	8,26	2,27	-8	4,61	70,65	1,57	0	4530 cp.

Tabla V

X_1'	X_2'	X_3'	X_4'	X_1	X_2	X_3	X_4	Viscosidad
1	1	1	1	5,52	69,88	1,85	0,17	3620 cp.
1	1	1	-1	5,52	69,88	1,85	0,03	3725 cp.
1	1	-1	1	5,52	69,88	1,23	0,17	4750 cp.
1	1	-1	-1	5,52	69,88	1,23	0,03	4975 cp.
1	-1	1	1	5,52	69,38	1,85	0,17	3400 cp.
1	-1	1	-1	5,52	69,38	1,85	0,03	3500 cp.
1	-1	-1	1	5,52	69,38	1,23	0,17	4600 cp.
1	-1	-1	-1	5,52	69,38	1,23	0,03	4825 cp.
-1	1	1	1	3,52	69,88	1,85	0,17	3650 cp.
-1	1	1	-1	3,52	69,88	1,85	0,03	3720 cp.
-1	1	-1	1	3,52	69,88	1,23	0,17	4725 cp.
-1	1	-1	-1	3,52	69,88	1,23	0,03	4800 cp.
-1	-1	1	1	3,52	69,38	1,85	0,17	3250 cp.
-1	-1	1	-1	3,52	69,38	1,85	0,03	3625 cp.
-1	-1	-1	1	3,52	69,38	1,23	0,17	4550 cp.
-1	-1	-1	-1	3,52	69,38	1,23	0,03	4700 cp.
0	0	0	0	4,52	69,63	1,54	0,1	4325 cp.
0	0	0	0	4,52	69,63	1,54	0,1	4480 cp.
0	0	0	0	4,52	69,63	1,54	0,1	4380 cp.
0	0	0	0	4,52	69,63	1,54	0,1	4400 cp.
0	0	0	0	4,52	69,63	1,54	0,1	4300 cp.

La ecuación a la que se ajustan los resultados experimentales del diseño factorial es :

$$Y = 4204,8 + 23,44.X_1' + 94,69.X_2' - 589,7.X_3' - 82,8.X_4' \qquad \{3\}$$

El análisis de varianza correspondiente a esta ecuación se encuentra en la Tabla VI.

Tabla VI

		Valor	Grad. libert.	Media Cuadrat.
Suma bruta de cuadrados	:	377.376.350	21	
Suma cuadrados debida a b_o	:	371.280.476,2	1	
Suma cuadrados debida a b_1	:	8.789,1	1	8.789,1
Suma cuadrados debida a b_2	:	143.451,6	1	143.451,6
Suma cuadrados debida a b_3	:	5.563.701,6	1	5.563.701,6
Suma cuadrados debida a b_4	:	109.726,6	1	109.726,6
Residual	:	270.205,1	16	
Error	:	19.780	4	4.945
Desajuste	:	250.425,1	12	20.868,8

$$F_{exp.} = 4,21$$

$$F_{b_1} = 0,96 \quad , \quad F_{b_2} = 29 \quad , \quad F_{b_3} = 1125,1 \quad , \quad F_{b_4} = 22,2$$

El valor de $F_{exp.}$ es lo suficientemente acertado para que la función sea significativa a un 95% de probabilidad.

DISCUSION DE RESULTADOS

Al intentar calcular la recta de ascenso a partir de la última ecuación deducida, se llega a la conclusión de que resulta imposible encontrar un punto de la recta de ascenso que cumpla las limitaciones a que están sometidas las variables.

Esto implica que la ecuación $\{3\}$ engloba el máximo. El valor obtenido es de 4990 cp., que corresponde a unas coordenadas en el diseño final de $X_1' = 1$, $X_2' = 1$, $X_3' = -1$ y $X_4' = -1$.

Las coordenadas de este punto son :

$$X_1 = 5{,}52\% \quad , \quad X_2 = 69{,}88\% \quad , \quad X_3 = 1{,}23\% \quad , \quad X_4 = 0{,}17\%$$

Al deshacer el cambio de variable, la ecuación $\{3\}$ se convierte en :

$$Y = -19.225{,}8 + 23{,}44.X_1 + 378{,}75.X_2 - 1902{,}2.X_3 - 1183.X_4 \qquad \{4\}$$

En esta ecuación puede observarse la gran influencia del cloruro sódico(X_3) y del propilenglicol(X_4) así como la moderada del lauril éter(X_2) y despreciable de la poliamida de coco (X_1).

Por otra parte, debe tenerse en cuenta que si el diseño factorial final se hubiese efectuado de forma fraccionada, es decir, sólo ocho experimentos más las replicaciones del punto central, los resultados obtenidos hubiesen sido muy parecidos.

En la Tabla VII se ofrecen los puntos del diseño fraccionado ortogonal correspondiente al diseño final y en la Tabla VIII su análisis de varianza.

La elección de los puntos se ha realizado teniendo en cuenta la gran influencia de la variable X_3' (cloruro sódico) con el fín de evitar problemas de interacción entre variables.

La ecuación derivada del diseño fraccionado resulta significativa a un nivel de probabilidad del 95% y sus parámetros son :

$$Y = 4.236{,}9 - 30{,}6.X_1' + 136{,}9.X_2' - 581{,}87.X_3' - 99{,}4.X_4' \qquad \{5\}$$

Tabla VII

X_1'	X_2'	X_3'	X_4'	Viscosidad
1	1	1	1	4975 cp.
1	-1	1	1	3400 cp.
1	-1	1	-1	3500 cp.
1	-1	-1	1	4600 cp.
-1	1	1	1	3650 cp.
-1	1	1	-1	3720 cp.
-1	1	-1	-1	4800 cp.
-1	-1	-1	1	4550 cp.

Tabla VIII

		Valor	Grad. libert.	Media cuadrat.
Suma bruta de cuadrados	:	236.434.450	13	
Suma cuadrados debida a b_o	:	233.367.181	1	
Suma cuadrados debida a b_1	:	7.490,9	1	7.490,9
Suma cuadrados debida a b_2	:	149.867,2	1	149.867,2
Suma cuadrados debida a b_3	:	2.708.581,6	1	2.708.581,6
Suma cuadrados debida a b_4	:	79.011,1	1	79.011,1
Residual	:	122.318,3	8	
Error		19.780	4	4.945
Desajuste		102.538,3	4	25.634,6

$$F_{exp.} = 5,18$$

$$F_{b_1} = 1,51 \quad , \quad F_{b_2} = 30,3 \quad , \quad F_{b_3} = 547 \quad , \quad F_{b_4} = 16$$

No obstante, el test de significación de los coeficientes indica que el correspondiente a X_1' es no significativo tal como ocurre en el diseño factorial completo, mientras que los demás (los de X_2', X_3', X_4') son significativos y de un orden muy similar al de los correspondientes a la ecuación del diseño factorial final.

Por tanto, el método ha conseguido el valor óptimo con un total de 63 experimentos aunque, como ya se ha comprobado, podría haber sido inferior (55 experimentos) si se hubiese efectuado tan sólo un diseño fraccionado ortogonal en el tramo final.

Por otra parte, si se hubiese construido una recta de ascenso con puntos más distanciados entre sí, el ahorro de experimentos hubiera sido aún mayor.

NOMENCLATURA

$b_{o...4}$: coeficientes

X_i : variable independiente

ΔX_i : incremento de la variable

X_i' : variable adimensional

Y : viscosidad (centipoises)

BIBLIOGRAFIA

1.- Costa,J. y Mata,J.; Ingeniería Química, 122, 125, (1979).

2.- Costa,J. y Mata,J.; Ingeniería Química,133,68, (1980).

3.- Costa,J. y Mata,J.; Ingeniería Química,141, 107, (1980).

4.- Davies,O.L.; "The Design and Analysis of Industrial Experiments", Oliver & Boyd, Londres, 2ª edición, (1963).