DISEÑOS EXPERIMENTALES: INTRODUCCIÓN Y DISEÑOS AXIALES.

Quaderns d'enginyeria

3(1981)1 p.279-285

J. Costa López, J. Mata Alvárez y X. Domingo Campos *

RESUMEN

Se realiza una breve introducción a los diseños experimentales. Se estudia su modelo matemático, señalándose las matrices características. Se resumen los distintos tipos de diseños experimentales presentes en la bibliografía y se introducen los diseños axiales y sus ventajas prácticas.

SUMMARY

It is made a little introduction to the experimental design. The caractheristic matrix are described and a list of the experimental designs is given. Finally the axial designs are introduced and their properties are pointed.

INTRODUCCION

Frecuentemente en el campo de la investigación química, el experimentador se halla ante la necesidad de establecer unas condiciones óptimas de operación. Ciertamente, en todo estudio existirán una serie de variables controlables (factores), como pueden ser la concentración de los reactantes, la presión, la temperatura, etc., y una serie de variables dependientes de las primeras como pueden ser la pureza de un producto, el costo de una operación, etc.. El problema consiste en establecer qué combinación de los factoes proporciona un conjunto de una o varias respuestas más adecuadas.

El problema se puede tratar bajo dos enfoques distintos. El primero de ellos es efectuando una investigación de tipo fundamental, y el segundo más práctico y económico es empleando técnicas de investigación operativa.

Existen varios métodos de optimación dentro del campo de la investigación operativa (en un artículo previo se hizo un estudio comparativo de los mismos (1)), pudiéndose esquematizar de la forma siguiente:

(*) Departamento de Química Técnica. Facultad de Química. Universidad de Barcelona.

Métodos de optimación

- Empíricos
  - Simplex y modificaciones
  - Complex y modificaciones
  - Aleatorio
- Semiempírico de Box-Wilson (2)

De todos ellos el semiempírico de Box-Wilson es el más efectivo, y para su utilización se requieren ajustes polinomiales a la superficie de respuesta, que conduzcan a ecuaciones representativas del fenómeno.

Ajuste de superficies de respuesta y diseño experimental

En general, toda respuesta η, dependiente de una serie de k variables $\xi_1, \xi_2, \ldots, \xi_k$ está relacionada con las mismas por medio de cierta función desconocida:

$$\eta = \Phi(\xi_1, \xi_2, \ldots, \xi_k) \tag{1}$$

Para el estudio de dichas superficies de respuesta se utilizan una serie de variables estandarizadas x_{iu} de acuerdo con (3-5):

$$x_{iu} = \frac{\xi_{iu} - \bar{\xi}_i}{S_i} \tag{2}$$

donde ξ_{iu} es el nivel de la variable i-ésima en el u-ésimo punto experimental, y $\bar{\xi}_i$ es el valor medio de las ξ_{iu}. S_i viene dado por la siguiente expresión:

$$S_i = \sum_{u=1}^{N} \frac{(\xi_{iu} - \bar{\xi}_i)^2}{N/c} \tag{3}$$

donde N es el número total de experimentos y c un factor de escala que, en principio, adopta el valor unidad.

El programa de N experimentos a realizar en términos de las nuevas variables, constituye un diseño experimental y se representa mediante una matriz D (Nxk), denominada matriz de diseño.

Ajuste polinomial a la superficie de respuesta

En general la función Φ (ecuación 1) podrá representarse por un polinomio de orden d, obtenido por desarrollo en serie de Taylor de η alrededor del punto central de la región. Así, la respuesta en el u-ésimo punto experimental vendrá dada por:

$$\eta = \beta_0 X_0 + \beta_1 X_{1u} + \ldots\ldots + \beta_k X_{ku} + \beta_{11} X_{1u}^2 + \beta_{22} X_{2u}^2 + \ldots + \beta_{kk} X_{ku}^2 +$$

$$+ \beta_{111} X_{1u}^3 + \ldots\ldots \text{etc.} \tag{4}$$

Un diseño que incluya k factores y permita estimar todos los coeficientes hasta orden d, se denomina diseño k-dimensional de orden d. Evidentemente el número de experimentos a realizar debe ser superior al número de coeficientes a estimar:

$$N \geq \frac{k + d}{d} \tag{5}$$

Ajuste polinomial por el método de mínimos cuadrados

Los coeficientes de la ecuación 4 que, en forma matricial será:

$$\eta = X \beta \tag{6}$$

se estiman de forma conveniente por mínimos cuadrados, de acuerdo con la ecuación:

$$B = (X' X)^{-1} X'Y = T Y \tag{7}$$

donde X es la matriz denominada de las variables independientes y X´se transpuesta. Y, - es el vector de las respuestas estimadas y B el vector de los coeficientes estimados:

$$\varepsilon(B) = \beta \tag{8}$$

$$\varepsilon(Y) = \eta \tag{9}$$

La matriz T se denomina matriz de transformación del diseño, y es igual a:

$$T = (X'X)^{-1} X' \tag{10}$$

La matriz $(X'X)^{-1}$ representa las varianzas y covarianzas de los coeficientes estimados, y recibe el nombre de matriz de precisión del diseño.

Si el modelo representado por la ecuación 6 no resulta adecuado y son necesarios L_1 términos adicionales $X_1\beta_1$, es decir,

$$\eta = X \beta + X_1 \beta_1 \tag{11}$$

entonces los estimados B vendrán sesgados según:

$$\varepsilon(B) = \beta + A \beta_1 \tag{12}$$

siendo A la matriz de sesgo del diseño:

$$A = (X'X)^{-1} X'X_1 \tag{13}$$

Diseños experimentales ortogonales y rotatorios

Diseño ortogonal

Los diseños ortogonales son aquellos que poseen la matriz X´X, denominada matriz momento,diagonal. Sus ventajas consisten en que los coeficientes se estiman de manera sencilla, independientemente y con varianzas mínimas.

No obstante, la ortogonalidad es una propiedad un tanto fictícea, pues depende de la orientación particular del diseño respecto a la superficie; en este sentido son preferibles los diseños rotatorios que a continuación se comentan.

Diseño rotatorio

Los diseños rotatorios vienen caracterizados fundamentalmente por una distribución esférica de la varianza, es decir, la varianza de una respuesta estimada depende exclusivamente de la distancia del punto considerado al centro del diseño.

Además todos los momentos de un diseño rotatorio están ligados a una serie de constantes características, λ_2, λ_4, etc. siendo nulos los de orden impar.

Las tablas 1 y 2 muestran los diseños de primero, segundo y tercer orden más importantes presentes en la bibliografía.

SUPERFICIES DE PRIMER ORDEN Y DISEÑOS AXIALES

Importancia de las superficies de orden 1

El ajuste de una superficie de orden uno reviste especial importancia cuando se trata de aplicar el método de ascenso de máxima pendiente propuesto por Box y Wilson (2). Aunque si bien es posible seguir éste en una superficie de segundo orden, los cálculos necesarios para obtener la la línea de ascenso son, ciertamente, complicados. Por otro lado, si se reduce la ecuación a variables canónicas(2), y se asciende por el eje de la cónica correspondiente, no se obtiene mayor simplificación operativa, ya que,de nuevo, los cálculos son realmente laboriosos. Es, por consiguiente, de sumo interés el ajuste de una ecuación de primer orden, ya que, en este caso, la obtención de la línea de ascenso máximo, se puede decir que es inmediata (1,2).

Los diseños axiales para la estimación de superficies de primer orden

Se ha adoptado la denominación de diseños axiales para aquellos cuya matriz de diseño tiene la forma de la matriz expresada en la tabla 3. De esta manera, en dos dimensiones, el diseño axial corresponde a un cuadrado con sus vértices situados en los ejes coordenados. En tres dimensiones los diseños axiales constituyen octaedros, mientras que en espacios k-dimensionales, forman figuras análogas al octaedro (hiperoctaedros).

Los diseños axiales son excelentes diseños secuenciales de primer orden. En -

k=2

- Triángulo (3 ptos. experimentales)
- Cuadrado (4 ptos. experimentales)
- Pentágono (5 ptos. experimentales)
- Etc.

k=3

- Tetraedro (4 ptos experimentales)
- Octaedro (6 ptos. experimentales)
- Hexaedro (8 ptos. experimentales)
- Icosaedro (12 ptos. experimentales)
- Dodecaedro (20 ptos. experimentales)

k≥4

- Figura análoga al tetraedro (k+1 ptos. experimentales)
- Figura análoga al octaedro (2k ptos. experimentales)
- Figura análoga al hexaedro (2^k ptos. experimentales)

TABLA 1.- Diseños experimentales de primer orden

k=2

Formados por combinación de dos o más anillos concéntricos de puntos equidistantes (Pentágonos, Hexágonos, Heptágonos, Diseño factorial compuesto, etc.). Siempre n≥5

k=3

- Diseño factorial compuesto
- Combinación de icosaedros
- Combinación de dodecaedros

k≥4

- Diseño factorial compuesto
- Diseños Simplex-Sum
- Diseños de Box-Draper

Los diseños de tercer orden están formados por combinación de dos o más anillos concéntricos de puntos equidistantes (n≥7). Sólo tienen interés para k=2.

TABLA 2

Diseños rotatorios de segundo orden y de tercero.

$$
\begin{vmatrix}
a & 0 & 0 & . & . & 0 \\
-a & 0 & 0 & . & . & 0 \\
0 & a & 0 & . & . & 0 \\
0 & -a & 0 & . & . & 0 \\
0 & 0 & a & . & . & 0 \\
0 & 0 & -a & . & . & 0 \\
. & . & . & . & . & . \\
0 & 0 & 0 & . & . & a \\
0 & 0 & 0 & . & . & -a \\
0 & 0 & 0 & . & . & 0 \\
. & . & . & . & . & . \\
0 & 0 & . & . & . & 0
\end{vmatrix}
$$

TABLA 3

Matriz general de un diseño axial

efecto, dada la especial ortogonalidad de las columnas de la matriz de diseño, es posible la reducción selectiva de una variable determinada, sin modificar el nivel de las demás. Esto equivale a decir que,con la sola repetición de dos puntos experimentales, una ecuación estadísticamente no significativa, puede pasar a serlo.

En lineas generales, el procedimiento a seguir en su aplicación secuencial, se puede esquematizar en los siguientes puntos:

i) Obtención de una ecuación de primer orden mediante un diseño axial.

ii) Estudio de la ecuación y de la significación de cada uno de sus coeficientes.

iii) Si el desajuste de la ecuación resulta significativo, se procede a la reducción selectiva de la variable (o en su caso variables) que más contribuya al mismo.

iv) Se realiza un nuevo diseño axial con las ecuaciones de cambio de variable (real a variable de diseño) modificadas de acuerdo con lo efectuado en iii).

v) Vuelta a ii).

No obstante los puntos de procedimiento expuestos, existen numerosas posibilidades de actuación. Así, si una variable o un grupo de variables resultan no significativas, pueden permanecer en sus niveles iniciales, a lo largo de posibles y sucesivas reducciones de los niveles de las demás, o bien, si se cree conveniente, pueden asimismo modificarse selectivamente, en el sentido de incrementar el intervalo experimental al que van ligadas. Las combinaciones a que puede dar lugar los diseños axiales, son múltiples y distintas, siendo su principal característica la gran fliexibilidad derivada dela especial ortogonalidad de las variables entre sí, es decir, al no depender en un experimento, el nivel de una variable del de las demás.

Por otra parte, las propiedades estadísticas de un diseño axial son comparables a las de cualquier otro diseño de orden uno (2,3).

Ventajas en la utilización práctica de los diseños axiales

Cabe señalar como ventaja primordial de los diseños axiales, la referida al número de experimentos a repetir en el caso de que la ecuación estimada fuese no significativa, ya que permiten la contracción selectiva del intervalo experimental de una sola variable. Así pues, repitiendo tan solo dos experimentos, es posible la estimación de una nueva ecuación. A partir de ella se tomará la decisión de repetir dos experimentos más, o caso de obtenerse ya la ecuación significativa, seguir adelante con la investigación propuesta.

Cabe señalar además la extremada sencillez de cálculo necesario para la obtención de la ecuación y del análisis de varianza consiguiente, que se deriva de la especial ortogonalidad de la matriz de diseño. Debe pensarse además que, aún en el caso más desfavorable (repetición finalmente completa de la totalidad de los puntos del diseño axial -

inicial) la cifra de experimentos resulta comparable con la de los demás diseños, los cuales no poseen la opción de la repetición selectiva por variables.

En lo que se refiere al sesgo de los coeficientes estimados, los diseños axia son igualmente comparables, ya que al igual que ocurre con los diseños factoriales y fraccionados adecuados, el sesgo es nulo para todos los coeficientes que estiman, salvo el estimado de b_0.

Otro detalle importante, es el relativo al número de puntos necesarios para completar un diseño axial. En efecto, 2k puntos, más los centrales que se desee, es un número muy apropiado, acercándose al valor recomendado por Draper (6).

Otra ventaja, que por su singularidad merece ser destacada, es la que poseen los diseños axiales, al permitir incorporar una nueva variable al estudio, sin tener que, para ello, repetir un número de puntos igual a los del diseño. En efecto, la adición de dos nuevos puntos experimentales permite el ajuste de una nueva ecuación en el espacio k+1 dimensional, siendo k la dimensión del espacio primitivo.

Al margen de lo expuesto, conviene asimismo constatar que los diseños axiales constituyen una base desde la cual es posible la construcción de un diseño apto para la estimación de una ecuación de segundo orden.

Como última ventaja de los diseños axiales, mencionar que permiten una estimación uniforme del error experimental, sin tener que, para ello, duplicar la totalidad de los puntos del diseño. Esto es así, ya que resulta posible duplicar los experimentos correspondientes a un eje coordenado, sin que el diseño pierda su ortogonalidad.

BIBLIOGRAFIA

(1) Costa J., Mata J. y Domingo F.J.; Ing. Quim. 122 (1979)

(2) Box G.E.P. y Wilson K.B.; J.Roy. Statist., Series B, 13, (1951)

(3) Box G.E.P. y Hunter J.S.; Ann. Math. Statist., 28, No.1, (1957)

(4) Box G.E.P.; Biometrika, 39, (1957)

(5) Mata J. y Costa J.; Ing. Quim. 123, (1979)

(6) Draper N.R.; Ann. Math. Statist., 31, (1960)

NOMENCLATURA

A Matriz de sesgo del diseño

B Vector de los coeficientes

c Factor de escala

d Orden del diseño

k Número de dimensiones del espacio

N Número de experimentos

S_i Incremento ponderado de la variable ξ_i

T Matriz de transformación del diseño

X Matriz de las variables independientes

X_1 Matriz de las variables independientes adicional

x_{iu} Valor de la variable i en el punto experimental u

Y Vector de las respuestas observadas

β Vector de coeficientes a estimar

η Vector de respuestas a estimar

λ Constante que relaciona los momentos de un diseño rotatorio

ξ_{iu} Valor de la variable i de cierta función ϕ en el punto u

ϕ Función desconocida