

# INTRODUCCIÓN AL DISEÑO ESTADÍSTICO DE EXPERIMENTOS

Joan Ferré, F. Xavier Rius

Departamento de Química Analítica y Química Orgánica  
Universitat Rovira i Virgili.  
Pl. Imperial Tàrraco, 1. 43005-Tarragona

Este es el primer trabajo de una serie de artículos cuyo denominador común es divulgar los principios básicos del Diseño Estadístico de Experimentos. En este artículo se justifica la necesidad de utilizar el Diseño Estadístico de Experimentos en la planificación de la experimentación y se presenta una visión global de su aplicación.

## 1. La importancia de planificar la experimentación

La experimentación juega un papel fundamental en virtualmente todos los campos de la investigación y el desarrollo. El objetivo de la experimentación es obtener *información de calidad*. Información que permita desarrollar nuevos productos y procesos, comprender mejor un sistema (un proceso industrial, un procedimiento analítico,...) y tomar decisiones sobre como optimizarlo y mejorar su calidad, comprobar hipótesis científicas, etc.

Obviamente la experimentación se debe planificar (diseñar) cuidadosamente para que proporcione la información buscada. Dicha planificación debe considerar dos aspectos importantes relacionados con toda experimentación:

1. La experimentación es normalmente cara. La capacidad de experimentar está limitada por el coste en tiempo y en recursos (personal, productos de partida, etc...). Por tanto, una organización óptima de la experimentación deberá contemplar el menor número de experimentos que permita obtener la información buscada.
2. El resultado observado de un experimento ( $y$ ) tiene incertidumbre:

$$y = h + e$$

donde  $h$  es el resultado “verdadero” (desconocido) del experimento y  $e$  es una contribución aleatoria, que varía cada vez que se repite el experimento. Por

ello, la Estadística, disciplina que proporciona las herramientas para trabajar en ambientes de incertidumbre, juega un papel fundamental en el diseño de los experimentos y en la evaluación de los resultados experimentales.

El análisis de los resultados experimentales permitirá obtener conclusiones sobre el sistema en estudio y decidir actuaciones futuras. Tanto por la importancia de las decisiones que se pueden tomar, como por el coste elevado de la experimentación no parece adecuado dejar la elección de los experimentos y la evaluación de los resultados a la mera intuición del experimentador. Parece más razonable utilizar una metodología matemática y estadística que indique como planificar (diseñar, organizar) la secuencia de experimentos de una forma óptima, de modo que se minimice tanto el coste de la experimentación como la influencia del error experimental sobre la información buscada. Dicha planificación y análisis es el principal objetivo del Diseño Estadístico de Experimentos.

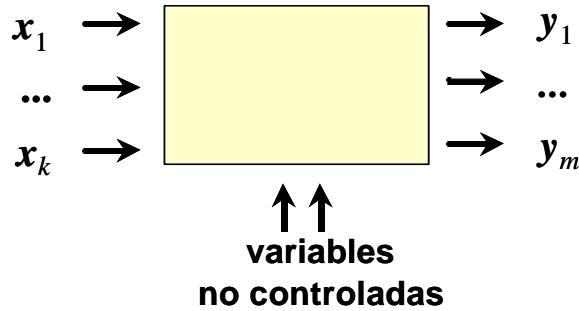
## 2. ¿Qué es el Diseño Estadístico de Experimentos?

Se podría definir el *Diseño Estadístico de Experimentos* (DEE), también denominado *diseño experimental*, como una metodología basada en útiles matemáticos y estadísticos cuyo objetivo es ayudar al experimentador a:

1. Seleccionar la estrategia experimental óptima que permita obtener la información buscada con el mínimo coste.
2. Evaluar los resultados experimentales obtenidos, garantizando la máxima fiabilidad en las conclusiones que se obtengan.

## 3. ¿En qué situaciones se aplica el Diseño Estadístico de Experimentos?

Las situaciones en las que se puede aplicar el DEE son muy numerosas. De forma general, se aplica a sistemas como el mostrado en la Figura 1, en los cuales se observan una o más variables experimentales *dependientes* o *respuestas* ( $y$ ) cuyo valor depende de los valores de una o más variables *independientes* ( $x$ ) controlables llamadas *factores*. Las respuestas además pueden estar influidas por otras variables que no son controladas por el experimentador. La relación entre  $x$  e  $y$  no tiene porqué ser conocida.



**Figura 1.** Representación de un sistema en estudio en DDE: factores (x), respuestas (y)

Ejemplos de sistemas experimentales son:

- Una reacción química, cuyo rendimiento (y) puede ser función, entre otros, del tiempo de reacción ( $x_1$ ), la temperatura de la reacción ( $x_2$ ) y el tipo de catalizador ( $x_3$ ) utilizado. Otras variables que pueden influir son, por ejemplo, la pureza de los reactivos, la limpieza del material, la velocidad de agitación,....
- Una separación cromatográfica, donde el tiempo de la separación depende del pH y el porcentaje de modificador orgánico de la fase móvil.
- Un alimento, producido por mezcla en distintas proporciones (x) de sus ingredientes, lo cual da lugar a diferentes olores y sabores (y)

Estos son sólo algunos ejemplos del amplio campo de aplicación del DDE, que abarca, en la industria, desde el laboratorio hasta proceso de producción. Al facilitar el desarrollo más rápido de productos, y a más bajo coste, el DDE juega un papel fundamental desde el punto de vista industrial y proporciona una ventaja competitiva importante para la empresa que lo usa.

Aunque el DDE se puede aplicar cuando se estudia un solo factor (como por ejemplo en la elección de los patrones más adecuados para construir una recta de calibrado), sin duda sus ventajas se aprecian mejor cuando se debe estudiar más de un factor.

#### **4. ¿Qué objetivos se suelen perseguir al estudiar sistemas como los descritos?**

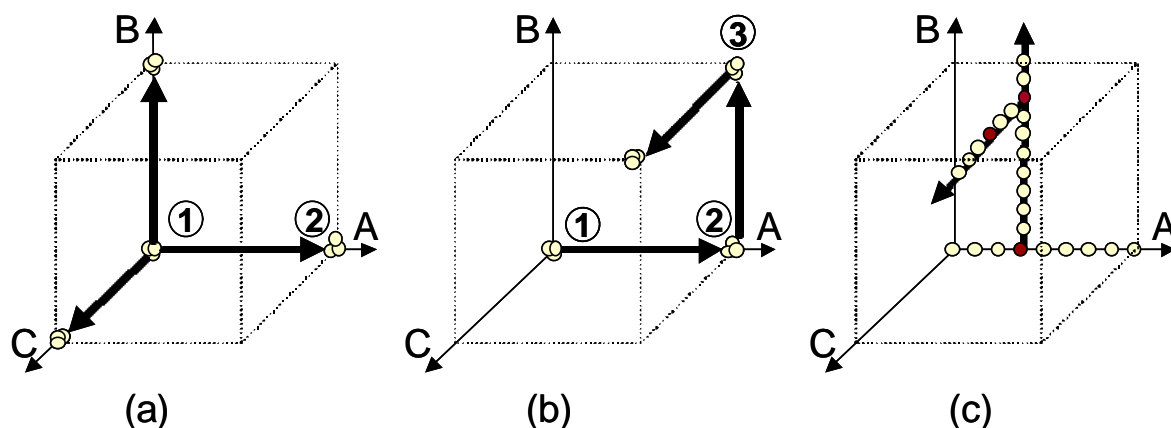
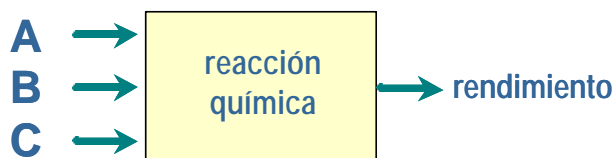
La experimentación en sistemas como el descrito en la Figura 1 suele perseguir uno de los siguientes objetivos:

- Obtener un conocimiento inicial sobre un nuevo sistema en estudio. ¿En qué valores de los factores se puede centrar la investigación?.
- Determinar la influencia de los factores sobre las respuestas observadas. De entre todos los factores que afectan al proceso, ¿cuales influyen más?, ¿cómo interaccionan entre ellos?.
- Optimizar respuestas. ¿Qué valores de los factores proporcionan las respuestas de mayor calidad?.
- Determinar la robustez del sistema. ¿Como afectan a la respuesta variaciones no controladas en el valor de los factores?.

#### **5. El método tradicional de experimentación**

El método tradicional de experimentación, el que quizás surge de forma más intuitiva para estudiar el sistema de la Figura 1, consiste en variar-un-factor-cada-vez (VUFCV): a partir de unas condiciones iniciales, se realizan experimentos en los cuales todos los factores se mantienen constantes excepto el que se está estudiando. De este modo, la variación de la respuesta se puede atribuir a la variación del factor, y, por tanto, revela el efecto de ese factor. El procedimiento se repite para los otros factores. El razonamiento que soporta esta forma de actuar es que si se variaran dos o más factores entre dos experimentos consecutivos, no sería posible conocer si el cambio en la respuesta ha sido debido al cambio de un factor, al de otro, o al de todos a la vez.

La Figura 2a ilustra el estudio del efecto de tres factores (A, B y C) sobre el rendimiento de una reacción química. El método VUFCV aplicado al factor A consiste en realizar un experimento a unos valores determinados de B y C pero a dos valores distintos de A (puntos 1 y 2). La variación en la respuesta indica el efecto de A sobre la respuesta. El procedimiento se repite para los otros dos factores. Para reducir la incertidumbre de los efectos observados se pueden repetir los experimentos.



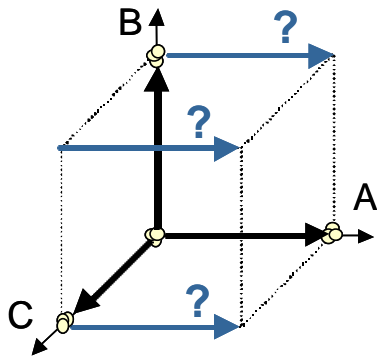
**Figura 2.** Experimentación variando un factor cada vez. Cada círculo indica un experimento.

El método VUFCV también se utiliza para hallar qué valores de los factores optimizan una respuesta. Se experimenta en dos condiciones distintas (Figura 2b, puntos 1 y 2) variando el factor A. Se escoge como valor óptimo de A aquel que proporciona la mejor respuesta. Se fija este valor, y se utiliza como nuevo punto de partida para variar el factor B (punto 3) y así sucesivamente. El incremento al variar cada factor depende de la precisión con la que se desee localizar el óptimo (Figura 2c).

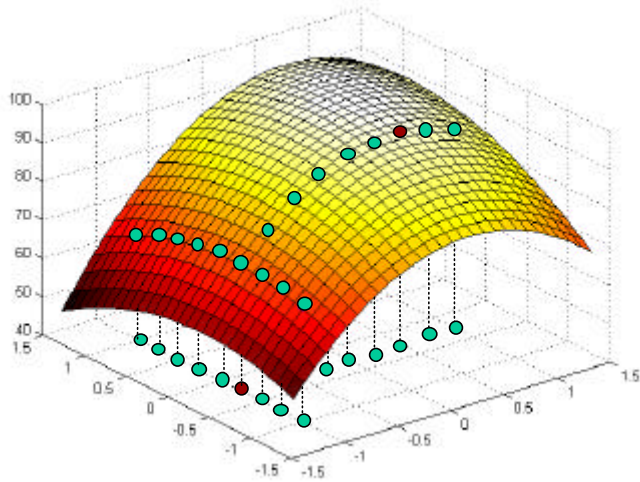
## 6. Los inconvenientes del método tradicional

La estrategia experimental VUFCV presenta inconvenientes importantes cuando existe interacción entre factores. Existe interacción entre dos factores A y B cuando el efecto del factor A es diferente según qué valor tome el factor B, y viceversa. Esta situación se presenta muy a menudo en química, física, biología, etc... Cuando existen tales interacciones, el método VUFCV :

- No informa sobre como un factor interactúa con los otros factores o como estas interacciones afectan a la respuesta, con lo cual sólo se obtiene una comprensión limitada de los efectos de los factores (Figura 3a). ¿Cuál es el efecto de A cuando los otros factores toman otros valores?.



(a) Efecto de los factores



(b) Optimización

**Figura 3.** Limitaciones de la experimentación variando un factor cada vez.

- No proporciona la posición del óptimo (Figura 3b). El experimentador percibe que se ha llegado al óptimo porque cambiando un factor cada vez la respuesta no mejora, pero se puede encontrar lejos del óptimo real. Aunque se puede reiniciar la experimentación partiendo del “óptimo” encontrado, esta solución es extremadamente ineficiente cuando se deben estudiar muchos factores a muchos valores distintos, puesto que el método VUFCV requeriría demasiados experimentos y demasiado tiempo.

## 7. ¿Qué método utilizar en lugar del método tradicional?

Los inconvenientes del método tradicional provienen de variar un factor cada vez. La solución, por lo tanto, debe consistir en variar más de un factor simultáneamente al realizar un nuevo experimento. Ello permitiría mejorar la eficiencia del esfuerzo experimentador, y obtener información sobre las interacciones. La dificultad estriba en diseñar una experimentación reducida, donde estos cambios simultáneos se complementen entre sí y permitan obtener la información buscada al combinar los resultados de todos los experimentos.

El DEE proporciona el marco matemático para cambiar todos los factores simultáneamente, y obtener la información buscada con un número reducido de experimentos, es decir, con la máxima eficiencia. El DEE conduce a una planificación con menos experimentos que el método VUFCV para obtener un conocimiento equivalente.

## 8. Procedimiento de la aplicación del DEE

La aplicación del diseño de experimentos requiere considerar las siguientes etapas que se comentarán a continuación:

1. Comprender el problema y definir claramente el objetivo.
2. Identificar los factores que potencialmente podrían influir en la función objetivo, y los valores que éstos pueden tomar. Entre estos valores se buscará la información necesaria.
3. Establecer una estrategia experimental, llamada *plan de experimentación*.
4. Efectuar los experimentos con los valores de los factores decididos en el punto 3 para obtener los valores de las respuestas estudiadas.
5. Responder las preguntas planteadas, sea directamente, sea utilizando un modelo matemático. Si es necesario, volver a la etapa 1.

### 1. *Comprender el problema y definir claramente el objetivo.*

El DEE es una herramienta para encontrar respuestas a problemas perfectamente identificados y especificados. Cuanto más claramente se plantea el problema y se identifica el propósito o información que se desea conseguir con los experimentos mayor puede ser la ayuda del DEE. Para obtener una comprensión profunda del sistema y del problema es necesario recopilar toda la información disponible sobre el sistema en estudio y que pueda ser relevante para la experimentación que se realizará. La Tabla 1 indica algunas informaciones a recopilar en esta etapa.

A continuación se debe definir (seleccionar) qué respuesta experimental (o características de interés o de calidad de un producto) se va a observar. Según el objetivo perseguido, puede ser necesario observar más de una respuesta y encontrar un compromiso entre ellas. Por ejemplo, en una separación cromatográfica es necesario considerar el tiempo de análisis pero también la resolución entre picos, que debe ser suficiente. En el caso de desarrollar un producto de pastelería industrial, éste debe tener buen sabor, olor, aspecto, etc...

**Tabla 1.** Consideraciones al plantear el problema

- ¿Qué se conoce y qué no se conoce?

¿Hay zonas de la región experimental donde ya se conoce el resultado?

¿Existen datos sobre la repetibilidad de la experimentación?

¿Qué complejidad se espera en la relación entre los factores y la respuesta?

¿podría ser no lineal?

¿Se cree que pueden existir interacciones?

¿Cuál es el coste permitido de la experimentación?

¿Con cuánta rapidez es necesario proporcionar los resultados?

- ¿Qué se necesita investigar /conocer?

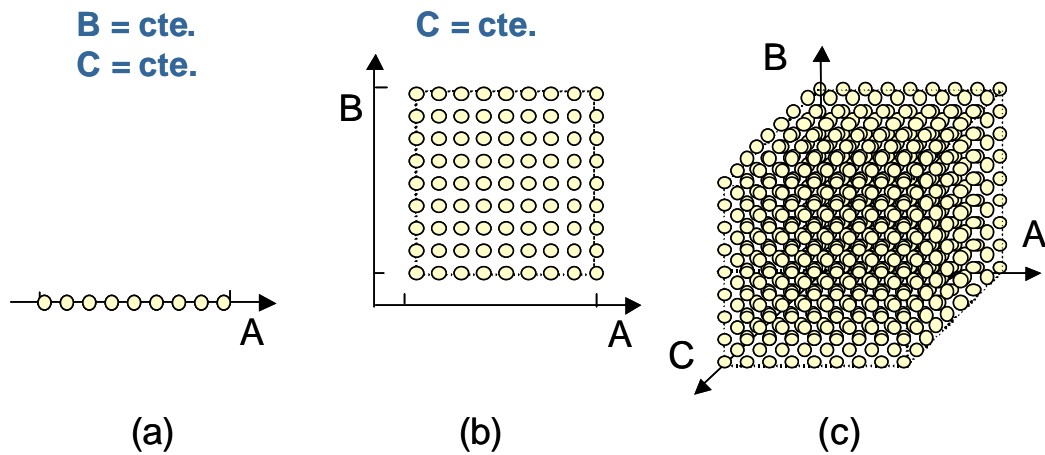
¿Cuál es el objetivo (propósito) de la experimentación?. ¿Qué información deseada debe proporcionar el experimento?

*2. Identificar los factores y el dominio experimental de interés.*

Es muy importante identificar y listar todos los factores (las variables independientes) que se cree que pueden tener influencia en el proceso y en la respuesta, aunque se crea que pueden tener poca importancia. Se debe considerar si cada factor especificado se mantendrá constante, se variará controladamente, si es incontrolable pero se pueden conocer sus valores o si es incontrolable e imposible de medir.

El experimentador debe ser consciente de la influencia potencial de podría tener cada factor en la respuesta. Los factores no controlados pueden introducir variaciones en la respuesta que dificultan el análisis de los resultados experimentales.

Para cada factor se debe definir el intervalo de valores que puede tomar (*dominio experimental*). La combinación del dominio de todos los factores configura el *dominio experimental posible* (o *dominio de los factores*). Éste contiene los experimentos que, en principio, se podrían realizar. La Figura 4 muestra tres factores continuos, A, B y C. Si sólo se estudiará el factor A, la Figura 4a indica distintos experimentos que se pueden realizar con diferentes valores de A, a unos valores fijados de B y C. Si además se estudiará el factor B, éste puede tomar distintos valores para cada valor de A, con lo cual el dominio posible es más amplio (Figura 4b). El dominio experimental se va ampliando a medida que se añaden más factores (Figura 4c).



**Figura 4.** Dominio experimental como combinación de los dominios particulares de cada factor.

No siempre cualquier combinación de valores de factores es posible o deseable. Pueden existir restricciones experimentales, técnicas o económicas por la cuales el dominio experimental inicial se reduce a un *dominio experimental de interés*. Por ejemplo, tras excluir aquellos experimentos que no interesan por su peligrosidad, su elevado coste o porque supone una combinación de los factores que no se adapta a las especificaciones del producto. De entre todos los experimentos restantes, se escogerán los que se van a realizar para obtener la información buscada.

Hay que notar que la elección de los factores y de su dominio experimental no suele ser fácil. Es el experimentador quien decide donde es interesante estudiar dichos factores. Esta decisión requiere un conocimiento previo del sistema, obtenido de referencias bibliográficas, experiencia previa en el laboratorio, etc.

### *3. Planificar la experimentación. Elección del diseño experimental*

Es frecuente realizar la experimentación en diversas etapas secuencialmente. En cada etapa, las series de experimentos se agrupan en *diseños* denominados *matrices de experimentos*. La selección de una matriz u otra depende del objetivo de cada etapa, y de otras características como las indicadas en la Tabla 2. A continuación se identifican distintos objetivos y los tipos de diseños que se pueden aplicar a cada caso. Estos diseños se comentarán en artículos posteriores de esta serie.

**Tabla 2.** Factores a considerar al elegir el diseño experimental

Naturaleza del problema, información ya conocida del problema y tipo de información que se desea obtener según el objetivo planteado.  
Número de factores e interacciones que se deben estudiar  
Complejidad de utilizar cada diseño  
Validez estadística y efectividad de cada diseño  
Facilidad de comprensión e implementación  
Restricciones operativas, de coste y tiempo.

*Cribado.* Al plantear por primera vez una experimentación no es extraño encontrar una larga lista de factores potencialmente influyentes. Puesto que el número de experimentos que suele requerir un estudio detallado u optimización de un sistema aumenta exponencialmente con el número de factores estudiados, es necesario reducir la lista de factores a un número manejable. Los factores no se deberían conservar o eliminar utilizando razones subjetivas como por ejemplo, escoger aquellos para los cuales se dispone del material adecuado en el laboratorio, o aquellos que son más fáciles de controlar. Se deben cribar en función de su influencia en la respuesta considerando su significancia estadística. Para determinar dicha influencia, se puede realizar una investigación exploratoria con un diseño experimental sencillo, que permita determinar lo más rápidamente posible (es decir, utilizando el menor número de experimentos) qué factores tienen más influencia en la respuesta y deben ser estudiados en detalle (los factores clave) y cuáles pueden no considerarse porque sus efectos son insignificantes. Entre los diseños adecuados para realizar un cribado destacan las matrices de *Hadamard*, las cuales permiten estudiar el efecto de hasta  $N-1$  factores con sólo  $N$  experimentos.

*Estudio de los factores.* Una vez se han identificado (seleccionado) los pocos factores más importantes, el siguiente paso suele ser estudiar cuantitativamente su efecto sobre la respuesta y sus interacciones. Para este propósito se pueden utilizar los diseños *factoriales completos* a dos niveles  $2^k$  y los *factoriales fraccionados*  $2^{k-r}$  entre otros. Éstos últimos contemplan un número menor de experimentos que los factoriales completos a costa de no obtener ciertas informaciones que a priori se consideran irrelevantes.

*Optimización.* Una objetivo último de la investigación suele ser la optimización de una o varias respuestas en un producto o proceso. Es decir, conocer qué valores de los factores proporcionan respuestas (rendimiento, sabor, etc.) con la calidad

deseada. Estos se pueden conocer calculando un modelo matemático (denominado *superficie de respuesta*) que relaciona los factores más relevantes con las respuestas. Los experimentos más adecuados para calcular dichos modelos están descritos en los diseños de superficies de respuesta tales como el *diseño central compuesto* o el *diseño de Doehlert*. El método secuencial *Simplex* es una alternativa al cálculo de un modelo matemático para alcanzar las condiciones óptimas. En este método, cada futuro experimento se decide en función de los resultados obtenidos en los experimentos anteriores.

*Estudio de mezclas.* Los problemas de mezclas son también muy comunes en las industrias de la química, alimentación y bebida, cosméticos y medicamentos entre otras. Su particularidad es que los factores expresan porcentajes de los constituyentes y suman 100%. Esta restricción requiere el uso de diseños y modelos matemáticos adecuados a este tipo de restricciones.

Por último, si el problema en cuestión no se ajusta a ninguno de los diseños clásicos mencionados anteriormente, aún es posible encontrar un diseño óptimo utilizando algoritmos que permiten seleccionar los experimentos más adecuados de entre una lista de experimentos candidatos.

4. *Realización de la experimentación.* El diseño experimental escogido suele estar descrito mediante variables codificadas. Estas se particularizan para los factores en estudio, se comprueba si *los experimentos son posibles* y, si es así, se realiza la experimentación *en orden aleatorio* respecto al orden en el cual están listados. La ejecución en orden aleatorio es necesaria para asegurar que los factores no contemplados introduzcan confusión y sesgo en los resultados.

5. *Interpretar los resultados.* Una vez se dispone de los resultados experimentales se pueden calcular los efectos de los factores, así como sus interacciones. Los tests estadísticos permiten comprobar si los efectos calculados son significativos comparándolos con el error experimental. Si se construye un modelo de superficies de respuesta, se pueden calcular los coeficientes por el método de los mínimos cuadrados y se puede evaluar el modelo realizando réplicas de ciertos experimentos y aplicando el test ANOVA. El modelo se puede utilizar para buscar la zona óptima matemáticamente.

Es importante notar que la realización de estas etapas es cíclica. La información obtenida al realizar una serie de experimentos se debe integrar para planificar la experimentación posterior. Quizás entonces se comprende mejor el problema y se pueden redefinir o concretar más los objetivos, se pueden descartar factores que se ha visto que no eran importantes, o modificar su dominio experimental, con ello se

planea una nueva experimentación, y así sucesivamente. Por este motivo, se prefiere normalmente efectuar los experimentos en pequeñas series.

## **Conclusiones**

En este artículo se ha introducido el Diseño Estadístico de Experimentos. Se han indicado las limitaciones de la experimentación tradicional variando un factor cada vez y se han presentado las etapas en la aplicación del Diseño Estadístico de Experimentos. En artículos posteriores se presentarán algunas de las herramientas metodológicas mencionadas anteriormente con el fin de estudiar el efecto de varios factores sobre una respuesta y diversas estrategias de optimización.

## **Bibliografía**

G.E.P. Box, W.G. Hunter, J.S. Hunter *Estadística para experimentadores*. Ed. Reverté S.A. Barcelona 1989.

L. Eriksson, E. Johansson, N. Kettaneh-Wold, C. Wilström, S. Wold *Design of Experiments. Principles and Applications*. Umetrics AB. Umea. Suecia.

D.L. Massart, B.G.M. Vandeginste, L.M.C. Buydens, S. De Jong, P.J. Lewi, J. Smeyers-Verbeke. *Handbook of Chemometrics and Qualimetrics: Part A* Elsevier, Amsterdam 1997.

Los autores agradecen todos los comentarios relacionados con los contenidos de este artículo. Pueden dirigirse, mediante mensaje electrónico, a la dirección: [quimio@quimica.urv.es](mailto:quimio@quimica.urv.es). Una versión en soporte electrónico de este artículo e información suplementaria puede encontrarse en: <http://www.quimica.urv.es/quimio>