

Artículo de Revisión

**POTENCIALIDADES DE LA METODOLOGÍA DE SUPERFICIE
RESPUESTA EN LA OPTIMIZACIÓN EXPERIMENTAL EN LA
INDUSTRIA QUÍMICA Y ALIMENTARIA**

**POTENTIALS OF RESPONSE SURFACE METHODOLOGY IN
EXPERIMENTAL OPTIMIZATION IN CHEMICAL AND FOOD INDUSTRY**

Amanda Acosta Solares ¹ <https://orcid.org/0000-0002-7656-5476>

Omar Pérez Navarro ^{1*} <https://orcid.org/0000-0001-6963-1327>

Yaillet Albornas Carvajal ¹ <https://orcid.org/0000-0003-4363-4401>

Mariano F. Cortés Falcón ¹ <https://orcid.org/0000-0001-6227-9869>

¹Departamento de Ingeniería Química. Facultad de Química y Farmacia. Universidad Central "Marta Abreu" de Las Villas. Carretera a Camajuaní km 5 ½, Santa Clara, Villa Clara, Cuba.

Recibido: Febrero 23, 2021; Revisado: Marzo 11, 2021; Aceptado: Mayo 4, 2021

RESUMEN

Introducción:

Dada la necesidad de explorar el mejor comportamiento operacional en procesos químicos y alimentarios, la presente investigación propone el uso de la Metodología de Superficie de Respuesta (MSR) como herramienta de optimización.

Objetivo:

Identificar el fundamento teórico, metodológico, potencialidades y resultados obtenidos en la aplicación de la Metodología de Superficie de Respuesta al desarrollo de procesos químicos y alimentarios.

Materiales y Métodos:

Se efectuó definición teórica y práctica del método, estableciendo las relaciones entre los factores de entrada para diferentes modelos en la fase de búsqueda y el ajuste de la superficie respuesta. Se seleccionaron los diseños experimentales y paquetes estadísticos más adecuados y se realizó la propuesta metodológica para la conducción de la optimización apoyada en el análisis de ejemplos prácticos de su aplicación.

Resultados y Discusión:

Se muestra el fundamento teórico de la MSR teniendo en cuenta su carácter secuencial, funciones de aproximación y diseños experimentales tanto para variables independientes como factores de mezcla. Además, se consideraron las técnicas de



Este es un artículo de acceso abierto bajo una Licencia *Creative Commons* Atribución-No Comercial4.0 Internacional, lo que permite copiar, distribuir, exhibir y representar la obra y hacer obras derivadas para fines no comerciales.

* Autor para la correspondencia: Omar Pérez, Email: opnavarro@uclv.cu



optimización según el modelo y su aplicación en investigaciones de la industria química y alimentaria. Los resultados alcanzados muestran las potencialidades del método en la búsqueda del óptimo operacional.

Conclusiones:

La MSR es una técnica sumamente versátil que permite la utilización de diferentes diseños experimentales y herramientas estadísticas para resolver problemas de optimización de procesos químicos y de la industria alimentaria.

Palabras clave: diseño de experimentos; metodología de superficie de respuesta; modelo; optimización; procesos químicos y alimentarios.

ABSTRACT

Introduction:

Because the need to explore for the best operational behavior in chemical and food processes, the present research proposes the use of Response Surface Methodology as an optimization tool.

Objective:

To identify the theoretical, methodological foundation, potentialities and results obtained in Response Surface Methodology application in chemical and food processes development.

Materials and Methods:

Method theoretical and practical definition was carried out. relationships between input factors for different models in the search phase and surface response adjustment were established. The most appropriate experimental designs and statistical packages were selected and a methodological proposal was made for conducting the optimization supported by its practical example's application.

Results and Discussion:

Response Surface Methodology theoretical foundation is shown taking into account its sequential character, approximation functions and experimental designs for both independent variables and mixing factors. In addition, optimization techniques according to the model and their application in chemical and food industry researches were considered. The achieved results show the method potentialities in the operational optimum search.

Conclusions:

The Response Surface Methodology is an extremely versatile technique that allows the use of different experimental designs and statistical tools to solve optimization problems in chemical and food industry processes.

Keywords: design of experiments; response surface methodology; model; optimization; chemical and food processes.

1. INTRODUCCIÓN

En la industria de procesos químicos y alimentarios tienen lugar importantes transformaciones cuya efectividad está asociada a un adecuado manejo de las variables

operacionales y sus parámetros para reducir los costos, mejorar la calidad del producto o minimizar riesgos medioambientales o de inocuidad, que constituyen algunas de las motivaciones para desarrollar herramientas de optimización para los complejos problemas de operación y diseño.

Una propuesta eficaz para la optimización de procesos es llevar a cabo su estudio a partir de diseños de experimentos y Métodos de Superficie Respuesta o Metodología de Superficie Respuesta (MSR), permitiendo obtener los niveles óptimos en las variables de control que producen los valores de respuestas máximas (o mínimas) en ciertas regiones de interés (Barrios y col., 2020), o buscar una solución de compromiso que mejore la calidad del producto o servicio (Gutiérrez y de la Vara, 2008). Los orígenes de la MSR se remiten al trabajo de Box y Wilson (1951), debutando con considerable éxito en la industria química, aunque durante los últimos 20 años es que dicha metodología ha tenido un desarrollo considerable tanto en aspectos teóricos como en aplicaciones en escenarios reales, reflejado en varias publicaciones sobre el tema, donde el investigador, como carácter distintivo del método, inspecciona de manera visual la respuesta promedio para cierta zona de los niveles de los factores de interés y evalúa la sensibilidad a dichos factores (Cuesta, 2012).

La mayor utilidad de la MSR, aunque no la única, es la búsqueda experimental del óptimo en la fase inicial de las investigaciones, cuando aún no se tienen modelos fenomenológicos que permitan establecer de forma precisa los mejores comportamientos operacionales. Una vez que se ha determinado la región del óptimo por métodos experimentales, es posible profundizar en la modelación, simulación y optimización por los métodos tradicionales. En este sentido, es necesaria la definición precisa de las posibles variables de influencia y sus rangos de variabilidad admisibles a través de la exploración experimental y la selección de los diseños adecuados para la búsqueda experimental del óptimo. En cualquier caso, la información existente sobre este tema es dispersa y no siempre refleja acertadamente las posibilidades de estas técnicas como herramienta para la exploración y optimización experimental en el desarrollo de procesos químicos y alimentarios.

Dada la importancia y aplicación práctica de esta metodología en la etapa exploratoria y la optimización experimental asociada al desarrollo de nuevos procesos es de interés realizar una revisión y análisis de las investigaciones y experiencias previas de diversos autores, con el objetivo de identificar el fundamento teórico, metodológico, potencialidades y resultados obtenidos en la aplicación de la MSR al desarrollo de procesos químicos y alimentarios.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Se realizó búsqueda de la información científica que refleja los principales avances en este campo. Es de señalar que existen relativamente pocas publicaciones actuales relacionadas con la MSR. Se realizó síntesis de los aspectos fundamentales relacionados en dicha información, estableciendo la caracterización del método, su definición teórica y práctica, las relaciones entre los factores de entrada considerando diferentes modelos para la fase de búsqueda y el ajuste de la superficie respuesta a partir de la adecuada selección del modelo. Adicionalmente se efectuó análisis y selección de los diseños experimentales y paquetes estadísticos más adecuados y análisis de ejemplos prácticos

de su aplicación. Como resultado del análisis efectuado se propuso una metodología con enfoque heurístico que facilita la conducción de la optimización mediante MSR.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Naturaleza secuencial de la MSR

La MSR es un conjunto de técnicas matemáticas utilizadas para la determinación de una respuesta de interés, que está influenciada por varios factores de carácter cuantitativo (Sánchez, 2011). La misma permite realizar desplazamientos de la región experimental en una dirección adecuada o detallar la región experimental inicial (Gutiérrez y de la Vara, 2008).

La relación entre la respuesta y los factores o variables de entrada, puede ser representada por el modelo considerado por Sánchez (2011), que plantea:

$$y = f(X_1, X_2, \dots, X_K) + \varepsilon \quad (1)$$

donde la forma de la función de respuesta real f es desconocida y ε es un error que representa las fuentes de variabilidad no capturadas por f ; aunque en el análisis de regresión es conveniente convertir las X en variables codificadas x_1, x_2, \dots, x_k (Fernández y Piñeiro, 2009).

De modo general, Hernández (2007) asume que los factores de entrada están en forma codificada expresados como sigue:

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_K) + \varepsilon \quad (2)$$

Sobre esta base, el estudio de la relación entre la respuesta y y las x_i , dada en las ecuaciones (1) y (2) está sustentado en la MSR, permitiendo realizar un bosquejo gráfico con el propósito de maximizar o minimizar la respuesta, o alcanzar un valor deseado de la misma. Debido a que f es desconocida y posee error aleatorio, se necesita correr experimentos para obtener datos del comportamiento de y . El éxito de la investigación depende de una buena conducción experimental y de la aproximación lograda para f (Myers et al., 2009).

Es importante resaltar que la MSR es una técnica secuencial. Frecuentemente, la estimación inicial de las condiciones óptimas de operación está alejada del óptimo real, así que el objetivo es, usando el método más simple y menos costoso posible, moverse rápidamente hacia las cercanías del óptimo (Martínez, 2010). Gutiérrez y de la Vara (2008) destacan que los polinomios más frecuentemente usados como funciones de aproximación son los de órdenes uno y dos, que proporcionan los modelos lineales y cuadráticos.

3.2. Modelo de primer orden

Cuando no se tiene suficiente información acerca de la forma que presenta la superficie de respuesta, el primer intento de ajuste se hace, generalmente, aproximando a través de un modelo de primer orden (Ruíz y col., 2017), cuya relación lineal entre la respuesta y las variables independientes se representa por el modelo matemático:

$$y = X\beta + \varepsilon \quad (3)$$

que en su forma desarrollada se puede expresar según (Sánchez, 2011):

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k + \varepsilon \quad (4)$$

Obteniendo de forma general el modelo de primer orden:

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \varepsilon \quad (5)$$

donde β_i representa la pendiente o efecto lineal de la variable codificada x_i (Hernández, 2007).

3.3. Modelo de segundo orden

Este tipo de aproximación es útil cuando existe curvatura en la superficie de respuesta, ya que el modelo de primer orden resulta ser una aproximación inadecuada, por lo que es necesario buscar un modelo que se ajuste mejor a los datos experimentales (Myers et al., 2009). Una representación de la superficie respuesta para un polinomio de segundo orden, es obtenida en estudios realizados por Fernández y Piñeiro (2009), quienes evalúan la eficiencia de una reacción (y) que depende simultáneamente de la temperatura y el tiempo.

El modelo de segundo orden considerado por Cornell (1990) tiene la forma:

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{\substack{j=2 \\ j>i}}^k \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (6)$$

En éste los β_i son los coeficientes de regresión para los términos de primer orden, los β_{ii} son los coeficientes para los términos cuadráticos puros, los β_{ij} son los coeficientes para los términos de producto cruz y ε es el término del error aleatorio, siendo los dos últimos de segundo orden (Peregrina, 2000).

Los parámetros del modelo se estiman mediante el método de mínimos cuadrados. Una vez que se tienen los estimadores se sustituyen en la ecuación, obteniéndose el modelo ajustado en el vecindario del valor óptimo de la respuesta (Cornell, 1990):

$$\hat{y} = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{i=1}^k b_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} b_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (7)$$

Se ha de verificar que el modelo tiene suficiencia de ajuste y que los coeficientes son significativos, para la aplicación de las técnicas de optimización correspondientes (Peregrina, 2000).

3.4. Modelos para el análisis de experimentos con mezcla

En los experimentos de mezcla, los niveles de los factores no son independientes al ser componentes de la misma (Ruíz y col., 2017), por lo que se supone que la variable respuesta depende únicamente de las proporciones relativas de los componentes presentes en la mezcla y no de su cantidad total. Por tanto, estos factores controlables presentan restricciones a diferencia de las variables independientes (Cornell, 2002). Existen muchas variantes a partir de esta definición, que se derivan a partir de situaciones reales desarrolladas por varios autores, entre ellos: García (2010), Mejía y col., (2013), Alcaráz y col., (2014), Fernández y col., (2014) y Salamanca y col., (2015).

Los modelos estadísticos que permiten investigar el efecto de los componentes de una mezcla sobre la respuesta fueron introducidos por Scheffé, (1958). Estos son los denominados modelos canónicos, que han sido expuestos por autores como Cornell (2002) como se ilustra en la tabla 1. Estos resultan de la modificación del modelo de

regresión lineal al incluir la restricción $\sum_{i=1}^q x_i = 1$, cuyos parámetros se estiman por el método de los mínimos cuadrados (Ortega y col., 2015).

Tabla 1. Modelos canónicos

<i>Modelo canónico</i>	<i>No. Ecuación</i>
Modelo canónico de primer orden (lineal): $y = \sum_{i=1}^q \beta_i x_i$	(8)
Modelo canónico de segundo orden (cuadrático): $y = \sum_{i=1}^q \beta_i x_i + \sum_{i<j} \sum_{j=2}^q \beta_{ij} x_i x_j$	(9)
Modelo canónico de tercer orden (cúbico): $y = \sum_{i=1}^q \beta_i x_i + \sum_{i<j} \sum_{j=2}^q \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{i<j} \sum_{j<k} \sum_{k=3}^q \beta_{ijk} x_i x_j x_k$	(10)

3.5. Diseños experimentales para ajustar superficie respuesta

El ajuste y análisis de una superficie respuesta se facilita con la elección apropiada de un diseño experimental (Nóchez y Ventura, 2009). Estos diseños proporcionan los tratamientos a correr para generar datos que permitan ajustar un modelo que describa una variable de respuesta en una región experimental, y se clasifican con base al modelo que se pretende utilizar (Hinkelmann y Kempthorne, 1994). Los mismos son desarrollados en software estadísticos como Statgraphics, a partir de la metodología propuesta por Gutiérrez y de la Vara (2008), cuyo desarrollo se puede observar en el trabajo realizado por Guillon y col., (2012).

Dada la importancia de estos diseños, Gutiérrez y de la Vara, (2008) enuncian sus propiedades deseables para superficie respuesta, resaltando la ortogonalidad y rotabilidad. Posteriormente Sánchez (2011) afirma en su investigación que para el desarrollo satisfactorio de la MSR es conveniente que el diseño seleccionado fuese ortogonal y/o invariante por rotación.

3.5.1. Diseños de primer orden

Un criterio de selección del diseño de primer orden, para las relaciones entre la respuesta y las variables independientes dada en las ecuaciones (3) - (5), es que la varianza de la respuesta predicha ($\text{var}[\hat{y}(x)]$) en el punto $x' = (x_1, x_2, \dots, x_k)$ sea mínima (Gutiérrez y de la Vara, 2008). La clase de diseños que minimizan la varianza de los coeficientes de regresión (β_i) son los diseños ortogonales de primer orden (Myers et al., 2009). Sobre este criterio Gutiérrez y de la Vara, (2008) refieren la importancia del mismo para la determinación de la dirección óptima del movimiento. Por otro lado, Ruíz y col., (2017) afirman que todo diseño ortogonal de primer orden es invariante por rotación. Los diseños ortogonales de primer orden, son aquellos en la que dada la matriz $x = [I, x_1, x_2, \dots, x_k]$, donde cada $x_j \in \{-1; 1\}$, y el producto $x'x$ resulta una matriz diagonal, lo que implica que los productos cruzados de las columnas ($x_i x_j$), $i \neq j$ de la matriz son igual a cero (Nóchez y Ventura, 2009). Entre los diseños ortogonales más utilizados se encuentran los diseños factoriales 2^k , los diseños factoriales fraccionados 2^{k-p} , el diseño de Plackett-Burman y el diseño simplex (Gutiérrez y de la Vara, 2008).

Todos estos diseños, excepto el simplex, emplean dos niveles en cada factor (Hernández, 2007). Para eliminar los factores no relevantes, se deberá conducir un experimento de tamizado, donde los diseños factoriales fraccionados tienen una gran aplicación (Hamada y Wv, 2000).

Los diseños factoriales 2^k son los utilizados en experimentos en los que intervienen k factores, donde se está interesado en una variable de respuesta la cual depende de los mismos (Hernández, 2007), tal es el caso de los diseños aplicados por Calderón y col. (2012). Si se aplica un subconjunto de las 2^k combinaciones, se trataría de una fracción de dicho diseño que se expresa como 2^{k-p} (Sánchez, 2011), que se encuentra ejemplificado por Myers et al., (2009) y a su vez desarrollado por Mora y col., (2012). Al utilizar estos diseños se codifican los niveles bajo y alto de los k factores y al considerar todas las combinaciones posibles de los niveles y factores, se obtiene una matriz de diseño (Hernández, 2007).

Por otro lado, el diseño simplex para k factores se representa por medio de una figura de forma regular dibujada en un espacio de dimensión $k - 1$, y se caracteriza por el hecho de que el ángulo θ formado por cualquier par de vértices con el origen, es tal que $\cos(\theta) = -1/k$ (Gutiérrez y de la Vara, 2008), (Nóchez y Ventura, 2009).

Entre estos diseños, uno de los más utilizados, es el de Plackett - Burman. El objetivo establecido por (Plackett y Burman, 1946) es obtener diseños que puedan estimar todos los efectos principales con la máxima precisión posible para $N = k + 1$. Varios autores entre ellos Cornell, (1990), Anderson y Whitcomb, (2005) coinciden en que como parte del carácter secuencial de la MSR, una investigación posterior debe ser conducida sobre la región de las x_i (modelo de primer orden) para determinar si un experimento de primer orden debe continuar o, en la presencia de curvatura, ser remplazada por un experimento de segundo orden más elaborado.

3.5.2. Diseños de segundo orden

Los diseños para ajustar un modelo de segundo orden y su expresión ajustada dados en las ecuaciones (6) y (7), se emplean cuando se quiere explorar una región que se espera que sea más compleja o cuando se cree que el punto óptimo ya se encuentra dentro de la región experimental (Gutiérrez y de la Vara, 2008). El diseño seleccionado para el ajuste debe tener al menos tres niveles de cada factor $(-1, 0, +1)$ (Nóchez y Ventura, 2009). Es deseable que sean ortogonales como es el caso del diseño 3^k descrito por Ruíz y col., (2017) y que ha sido desarrollado por Briones y Martínez, (2002), quienes comparan su eficiencia con otros modelos en la estimación de superficies de respuesta. Sin embargo, este diseño requiere de un gran número de corridas experimentales y, por tanto, los más utilizados tienen la propiedad de ser rotables (Gutiérrez y de la Vara, 2008). Un diseño es rotable cuando la varianza de la respuesta predicha en algún punto es función sólo de la distancia del punto al centro y no es una función de la dirección (Nóchez y Ventura, 2009). Los diseños de segundo orden más utilizados son el diseño de Box - Behnken y el diseño central compuesto (DCC), (Gutiérrez y de la Vara, 2008). Los DCC se presentan como una alternativa a los diseños factoriales 3^k (Ruíz y col., 2017) que fue introducida por (Box y Wilson, 1951). Es el más utilizado en la etapa de búsqueda de segundo orden debido a su gran flexibilidad: se puede construir a partir de

un diseño 2^k o 2^{k-p} (Gutiérrez y de la Vara, 2008), con $n_o \geq 0$ puntos centrales y $2k$ puntos axiales de forma que el número total de puntos del diseño sea $N = 3^k + 2^k + n_o$ (Nóchez y Ventura, 2009), (Ruíz y col., 2017). Estos diseños han sido empleados para un gran número de investigaciones, entre ellas las llevadas a cabo por Chacín, (1980) y Yaguas, (2017).

Con el mismo propósito (Box y Behnken, 1960) desarrollaron diseños factoriales de tres niveles para ajustar superficies de respuesta. Estos están formados por la combinación de diseños factoriales a dos niveles con diseños de bloque incompleto balanceado (DBIB) en una manera particular (Hernández, 2007), metodología que aplica González y col., (2006) a estudios agronómicos. Se distinguen por no incluir como tratamiento a los vértices de la región experimental (Gutiérrez y de la Vara, 2008). Además, suelen ser muy eficientes en cuanto al número de corridas (Hernández, 2007), por lo que al igual que el DCC es ampliamente utilizado.

3.5.3. Diseños de mezcla

Un diseño de experimentos con mezclas que tienen q componentes, consiste en un conjunto de experimentos en los que se prueban combinaciones particulares o mezclas de dichos componentes (Ortega y col., 2015). Si se denotan por x_1, x_2, \dots, x_q , las proporciones en las que participan los componentes de la mezcla, se deben satisfacer dos restricciones: $0 \leq x_i \leq 1$ para cada componente i y $\sum_{i=1}^q x_i = 1$ (Gutiérrez y de la Vara, 2008). Esto indica que los componentes no pueden ser tratados independientemente (Cámara y col., 2016). Sin embargo, existen situaciones donde algunas proporciones no pueden variar entre 0 y 1 por la existencia de límites, entonces la restricción puede definirse como: $0 \leq L_i \leq x_i \leq U_i \leq 1$ (Ortega y col., 2015).

Scheffé, (1958) es el encargado del establecimiento de los fundamentos del diseño de mezcla, que ajustan con buenas propiedades sobre modelos representados por las ecuaciones (8), (9) y (10). De acuerdo a estos desarrollos, se destacan dos tipos básicos de diseños: simplex-reticular (simplex-lattice) y el simplex con centroide (simplex-centroide), (Gutiérrez y de la Vara, 2008).

Gutiérrez y de la Vara, (2008) afirman que estos diseños son capaces de distribuir adecuadamente las mezclas en la región experimental, la cual se representa con figuras geométricas de $q - 1$ componentes, cuando los componentes de la mezcla pueden variar entre 0 y 1 (Ortega y col., 2015). Así, de acuerdo a las posibilidades que englobe el problema, para dos componentes la región experimental es un segmento de recta, un triángulo equilátero para mezcla de tres componentes, para cuatro un tetraedro y hasta un hipertetraedro para más de cuatro (Panchana y Soto, 2017).

El diseño simplex-reticular $\{q, m\}$ considera q componentes y permite ajustar un modelo estadístico de orden m . Los puntos del diseño consisten en todas las posibles mezclas que se forman con $x_i = 0, 1/m, 2/m, \dots, m/m$ (Gutiérrez y de la Vara, 2008), donde las proporciones asumidas para cada componente tomarán espacios iguales de $m + 1$ evaluados de 0 a 1, con un número de puntos de diseños dado por $\frac{(q+m-1)!}{m!(q-1)!}$ (Cornell, 2002). Los diseños que satisfacen esta definición fueron introducidos por Scheffé (1958), y han sido utilizados por varios autores entre ellos Trujillo y Quintero, (2011).

Si es recomendable agregar el centroide global y las mezclas localizadas entre el centroide y los vértices, se ha de utilizar el diseño centroide simplex, por lo que este último constituye una alternativa al diseño de red simple. El diseño simplex con centroide fue propuesto por Scheffé, (1963) y es adecuado en situaciones donde se desea explorar toda la región simplex, donde la adición del punto central constituye la principal diferencia. Panchana y Soto, (2017) apoyados en los criterios expuestos por Ortega y col., (2015) definen a esta técnica como la representación de las experimentaciones, cuyo número está dado por $2^q - 1$, que involucran tanto a los puntos ubicados en los bordes y vértices de la superficie respuesta como al centroide global. Este diseño ha sido ampliamente utilizado para investigaciones de esta índole, entre ellas la desarrollada por y Siche y col., (2016).

3.6. Optimización de los factores experimentales

El mejoramiento de un experimento mediante técnicas de optimización, tiene gran importancia en procesos químicos donde se desea encontrar una nueva región donde se obtenga la mejora de rendimiento de los mismos (Nóchez y Ventura, 2009). De forma general, Gutiérrez y de la Vara, (2008) ofrecen tres métodos de optimización: escalonamiento ascendente (o descendente), análisis canónico y análisis de cordillera; donde el primero de ellos es para modelos de primer orden y el resto de segundo orden. Para el análisis de superficies de respuesta tiene gran utilidad los mapas de contorno, ya que estos muestran contornos de la respuesta de un par específico del diseño de variables (x_i y x_j), mientras el resto se mantienen constantes (Sánchez, 2011).

La técnica de optimización de escalonamiento se aplica cuando, de acuerdo con la valoración inicial, se cree que se está lejos de la condición óptima, donde es necesario explorar una región experimental inicial por un diseño de primer orden (Gutiérrez y de la Vara, 2008). Sobre esta base, Nóchez y Ventura, (2009) describen secuencialmente sus etapas constituyentes, propiciando un procedimiento algorítmico para la determinación de los puntos de la trayectoria de la máxima pendiente en ascenso, que a su vez ha sido tratado por varios autores entre ellos Cornell, (1990) y Myers et al., (2009).

El análisis canónico se aplica cuando se quiere explorar con más amplitud una superficie con curvatura, y se espera que el punto óptimo ya esté cerca. Montgomery, (2004), desarrolló la metodología para la determinación del punto estacionario, que interviene en el término independiente de la ecuación canónica y puede representar un mínimo, un máximo o un punto de silla (Peregrina, 2000).

Por otro lado, el análisis de cordillera está dirigido a encontrar el mejor punto posible dentro de la región experimental, ubicado sobre la cordillera óptima a partir del centro del diseño, método que está ampliamente desarrollado por Nóchez y Ventura, (2009).

3.7. Antecedentes de aplicación de la MSR en procesos químicos y alimentarios

La MSR constituye un medio eficaz para resolver una gran variedad de problemas industriales (Gayton et al., 2003), ya que permite determinar la combinación de los factores que proporcionan una conducción operativa óptima muy importante en procesos químicos. Estudios realizados por diversos autores verifican los resultados obtenidos a partir de la aplicación de este método:

- Sangseethong et al., (2005) estudiaron la reacción de carboximetilación del almidón de yuca para usos industriales y alimentarios, mediante un diseño compuesto central. Se aprecia elevado ajuste del modelo y significación de los coeficientes y resultados satisfactorios que se validaron experimentalmente, logrando determinar las composiciones del medio que maximizan la eficiencia de la reacción.
- Villar y col., (2007) analizaron la influencia de la relación de cuatro factores en el proceso de producción de emulsiones concentradas de aceite de maíz en agua, con un método experimental basado en el diseño factorial 2^3 con un punto central. En este caso resalta que la eliminación de las interacciones no significativas propició un buen ajuste del modelo.
- Moreira et al., (2007) definieron la composición del medio de cultivo para la producción de *Bacillus thuringiensis var. Kurstaki HD-I d-endotoxins*, a partir de un diseño de mezcla, con límites de restricciones en los componentes, ajustado a un modelo cúbico espacial, con buen ajuste sobre los pseudocomponentes.
- Muñoz y col., (2008) establecieron los valores óptimos de tres factores influyentes en la absorción del CO_2 del biogás en una solución alcalina, a través de un DCC para ajustar el efecto de curvatura encontrado en el modelo de primer orden inicialmente ajustado.
- Plata y col., (2012) determinaron la concentración óptima de tres nutrientes del suero de leche caprino, para la producción de ácido láctico, mediante un diseño 2^k combinado con un diseño compuesto central. En este caso, el modelo ajustado solo explica el 67% de variabilidad de la respuesta lo que sugiere la necesidad de utilizar modelos de orden superior.
- Rodríguez y col., (2014) determinaron los factores que mayor influencia ejercían en la tasa de acidificación en el proceso fermentativo de yogurt, a partir de la significación de los mismos en la variabilidad de la respuesta para un ajuste superior a 80%.
- Del Ángel y col., (2015) estudiaron las condiciones óptimas para la degradación fotocatalítica del colorante Naranja de Metilo a través de un diseño Box-Behnken con excelentes resultados de ajuste y significación de los coeficientes.

3.8. Propuesta metodológica para la conducción de la optimización experimental utilizando la MSR

Considerando la necesidad de establecer procedimientos de optimización viables y satisfactorios para el creciente desarrollo de la industria de procesos químicos y alimentarios y teniendo en cuenta la revisión de los resultados obtenidos por varios autores y el análisis de las principales limitaciones de algunos antecedentes de aplicación de la MSR, se elaboró la propuesta metodológica que se muestra en la Figura 1, para la conducción de la optimización experimental usando la MSR. Dicha propuesta metodológica será aplicada posteriormente por el grupo de investigación de los autores para los casos de optimización experimental en la industria química y alimentaria.

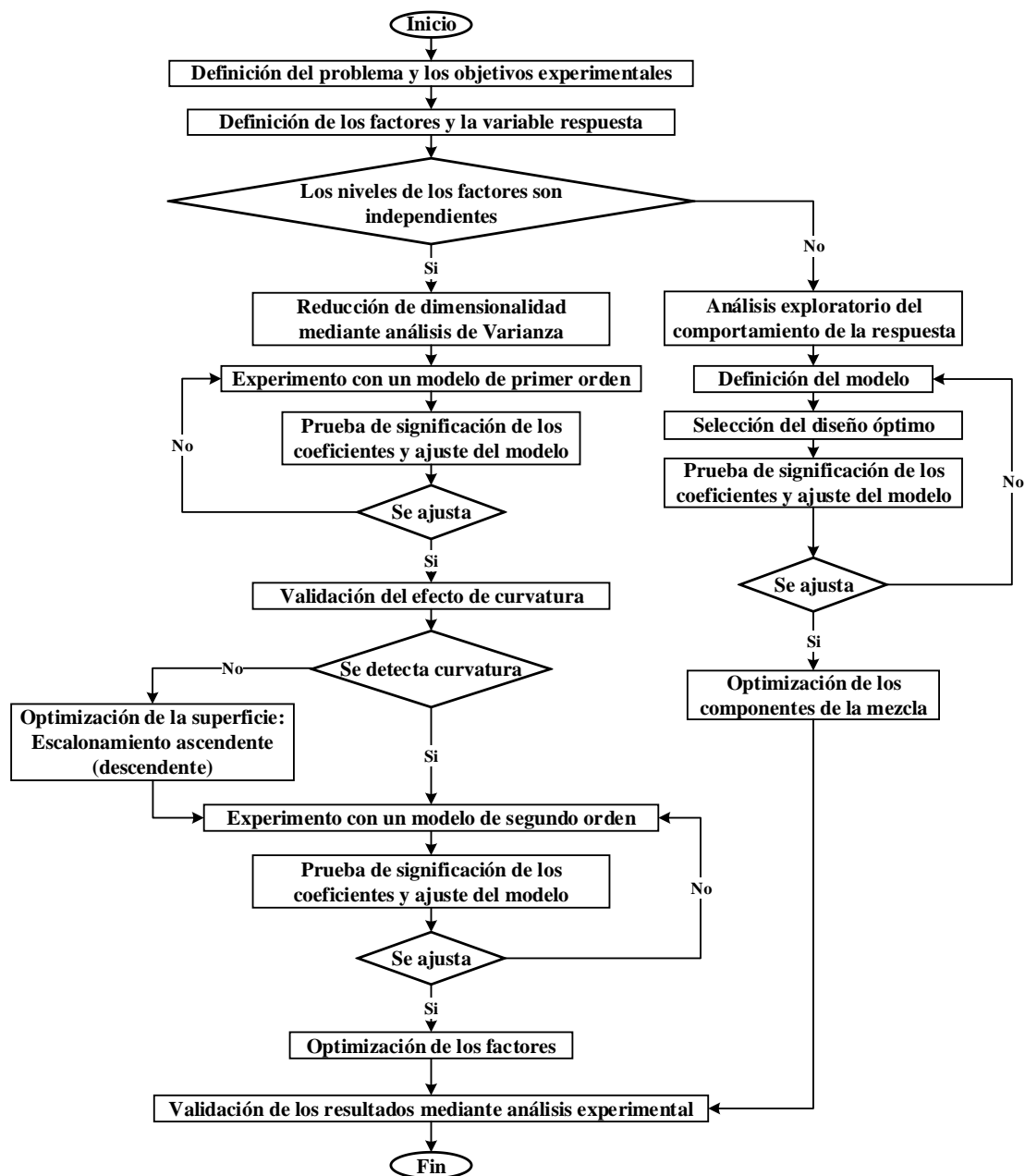


Figura 1. Propuesta metodológica para la conducción de la optimización experimental usando la MSR

El enfoque de la metodología es heurístico y sigue una secuencia de las acciones previamente definidas y fundamentadas en esta revisión, combinadas con decisiones y operaciones que permiten alcanzar los resultados previstos con total seguridad y un mínimo de esfuerzo experimental.

El procedimiento metodológico se inicia con la definición del problema de optimización, los objetivos experimentales y los factores y variables respuestas adecuados para la tarea de optimización prevista. Si los niveles de los factores son independientes se efectúa análisis de varianza para reducir la dimensionalidad y se experimenta con un modelo de primer orden. Para el mismo se efectúa prueba de significación de los coeficientes y ajuste del modelo. Si el modelo se ajusta indica que

el camino hacia la optimización es correcto y se procede a validar el efecto de curvatura dentro de la región experimental, en caso contrario, es necesario realizar cambios en el diseño. Si no existe curvatura, se efectúa optimización de la superficie por escalonamiento previo al planteamiento del modelo de segundo orden en la zona donde se detecte curvatura. Para el modelo de segundo orden se efectúa prueba de significación de los coeficientes y ajuste del modelo. Si el modelo se ajusta se optimizan los factores, en caso contrario es necesario realizar un nuevo ajuste mediante un diseño adecuado. Luego de la optimización de los factores se validan los resultados mediante experimentación y termina el procedimiento propuesto.

En caso de que los niveles de los factores no sean independientes se explora experimentalmente el comportamiento de la respuesta, se define el modelo y se selecciona el método de diseño óptimo. Posteriormente se efectúa prueba de significación de los coeficientes y el modelo. Si el modelo se ajusta se optimizan los componentes de la mezcla con lo cual concluye el procedimiento heurístico, en caso contrario se define un nuevo modelo.

4. CONCLUSIONES

1. La MSR es una técnica sumamente versátil que permite la utilización de diferentes diseños experimentales y herramientas estadísticas para resolver problemas de optimización de sistemas. Sobre esta base el éxito de la solución del problema dependerá en gran medida de la selección adecuada del diseño de experimentos. Puede aplicarse a la optimización de una respuesta o a varias respuestas simultáneamente, cuya técnica dependerá de la estructura del problema y la presencia o ausencia de restricciones, con la posibilidad de cambio de acuerdo al orden del modelo que se ajuste y el objetivo a optimizar.
2. La metodología propuesta para la conducción de la optimización experimental usando la MSR tendrá gran aplicación en investigaciones de procesos químicos y alimentarios, permitiendo obtener conclusiones a partir de los propios experimentos, cuando aún no se tienen modelos fenomenológicos del proceso.

REFERENCIAS

- Alcaráz, M.R., Vera-Candiotti, L., Culzoni, M.J., & Goicochea, H.C., Determinación de fluroquinolonas por CE-DAD en Aguas, *Anal. Bioanal. Chem.*, Vol. 406, 2014, pp. 2571-2580.
- Anderson, M.J., & Whitcomb, P.J., *RSM Siplified-Optimizing processes using response surface methods for design of experiments.*, Editorial Productivity Press, New York, 2005, pp. 77-120.
- Barrios, A., Vaquera, H., Romaro, J.M., & Crossa, J., Burguete, H., Estudio comparativo de técnicas de Optimización multirrespuesta en diseños experimentales., *Ingeniería Investigación y Tecnología*, Vol. 21, No. 2, Abr.- Jun., 2020, pp. 1-12.
- Box, G.E.P., & Wilson, K.B., On the experimental attainment of optimum conditions., Vol. 13, *Editorial Journal of the Royal Statistical Society*, 1951, pp. 1-45.
- Box, G.E.P., & Behnken, D.W., Some new three-level design for the study of

- quantitative variables, Vol. 2, Editorial Technometrics, 1960, pp. 455-475.
- Briones, F., & Martínez, A., Eficiencia de algunos diseños experimentales en la estimación de una Superficie de Respuesta., *Agrociencia*, Vol. 36, No. 2, Mar.-Abr., 2002, pp. 201-210.
- Calderón, E., Arteaga, H., Castro, P., Nolasco, I., & Siche, R., El Método de Superficie Respuesta y la Programación Lineal en el desarrollo de un néctar mixto de alta aceptabilidad y mínimo costo., *Scientia Agropecuaria*, Vol. 3, No. 4, Dic.-Oct., 2012, pp.309-318.
- Cámara, M.S., Dezan, M.M., Vera, L., & Goicoechea, H., Diseño Experimental y Optimización de Sistemas con Múltiples Respuestas., Facultad de Bioquímica y Ciencias Biológicas, Universidad Nacional del Litoral, Argentina, 2016. [Online]. Disponible en: <https://1library.co/document/7qv1p71q-diseno-experimental-optimización-sistemas-multiples-respuestas.html>
- Chacín, L.F., El diseño compuesto central rotatable y su utilización en ensayos de Fertilización en Maíz., Trabajo de ascenso, Facultad de Agronomía, Universidad Central de Venezuela, 1980, pp. 5-70.
- Cornell, J.A., How to Apply Response Surface Methodology., Vol. 8, Editorial American Society for Quality Control, 1990, pp. 25-70.
- Cornell, J.A., Experiments with Mixtures Designs, Models and Analysis of Mixture Data., 3^{ra} Ed., Editorial Wiley, Nueva York, 2002, pp. 22-129.
- Cuesta, C.A., Metodología de Superficies de Respuesta, gran alternativa para incrementar la Productividad de sus procesos., Centro de Ingeniería de la calidad, 2012, pp. 1-23. [Online]. Disponible en: <http://www.cicalidad.com/articulos/RSM.pdf>
- Del Ángel, M.T., García, P., Lagunes, L.M., García, R., & Cabrera, E.G., Aplicación de Metodología de Superficie de Respuesta para la degradación de Naranja de Metilo con TiO₂ sol-gel sulfatado., *Revista Internacional de contaminación Ambiental*, Vol. 31, No. 1, 2015, pp. 99-106.
- Fernández, F., Ruilova, M.B., & Hernández, A., Programa para el diseño de mezclas de residuos agrícolas para el cultivo del hongo *Pleurotus Ostreatus*., *Tecnología Química*, Vol. 34, No. 2, 2014, pp. 158-169.
- Fernández, M.C., & Piñeiro, B.M., Superficie de Respuesta, métodos y diseño., 2009, pp. 1-29. [Online]. Disponible en: <http://bellman.ciencias.uniovi.es/d-experimentos/d-experimentos-archivos/sr.pdf>
- García, A., Optimización del consumo energético del proceso de refinación para la obtención de pastas papeleras., *Centro Azúcar*, Vol. 37, No. 2, Abr.-Jun., 2010, pp. 1-7.
- Gayton, N., Bourinet, J.M., & Lemaire, M., CQ2RS: a new statistical approach to the response surface method for reliability analysis., *Laboratoire de Recherches et Applications en Mecanique Avancee*, IFMA, UBP, Clermont- Ferrand, France, 2003, pp. 99-121.
- González, W., Chacín, F., García, J., Ascanio, M., & Cobo, M., Bloques incompletos en los diseños de superficie de respuesta compuestos de Box y sus aplicaciones agronómicas., *Revista de la Facultad de Agronomía*, Vol. 23, No.1, 2006, pp. 96-113.

- Guillon, M., Hernández, A., & Casal, R., Análisis de una Superficie de Respuesta mediante el Software Statgraphics en un proceso de Optimización., Conferencias de la Universidad Nacional de Córdoba, Décimo Congreso Latinoamericano de Sociedades de Estadística, 2012. [Online]. Disponible en: <http://conferencias.unc.edu.ar/index.php/xclatse/clatse2012/paper/view/232>
- Gutiérrez, H., & de la Vara, R., Análisis y diseño de experimentos., 2^{da} Ed., Editorial Mc Graw-Hill, México, 2008, pp. 384-420.
- Hamada, M., & Wv, C.F.J., Experiments. Planning, Analysis and Optimization., 2^{da} Ed., Editorial Wiley, Nueva York, 2000, pp. 459-509.
- Hernández, E.E., Estudio comparativo de diseños experimentales de Superficie de Respuesta para la optimización de Factores limitantes en procesos industriales., Tesis presentada en opción al Grado Científico de Maestro en Ciencias, Especialidad Ingeniería Industrial, Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, México, 2007.
- Hinkelmann, K., & Kempthorne, O., Design and Analysis of Experiments., Vol. 2, Editorial Wiley, Nueva York, 1994, pp. 104-393.
- Martínez, V., Evaluación de riesgo mediante el Método de Superficie de Respuesta combinado con algoritmos genéticos en una presa de tierra mexiquense., Tesis presentada en opción al título de Ingeniero Civil, Universidad Autónoma del Estado de México, México, 2010.
- Mejía, C., Macavilca, E., Velásquez., Palacios, B., & García, L., Formulación y evaluación de galletas enriquecidas con micronutrientes y proteínas de origen animal y vegetal para desayunos escolares., Infinitum, Vol. 3, No. 2, Oct.-Dic., 2013, pp. 22-32.
- Montgomery, D.C., Diseño y Análisis de Experimentos., Limusa Wiley, 2^a ed., 2004, pp. 430-436.
- Mora, P., Peraza, F.A, Velasco, A., & Andrade, I., Optimización del proceso de fermentación para la producción de tequila, utilizando la Metodología de Superficie de Respuesta., Revista Mexicana de Ingeniería Química, Vol. 11, No. 1, Abr., 2012, pp. 163-176.
- Moreira, G., Michelound, G.A., Beccaria, A.J., & Goicochea, H.C., Optimization of the Bacillus Thuriensis Var. Kurstaki Hd-I D- Endotoxins Production by Using Experimental Mixture Design and Artificial Neural Networks., Biochemical Engineering Journal, Vol. 35, Jul., 2007, pp. 48-55.
- Muñoz, J.D., Camargo, D.A., & Gallego, D., Aplicación de la Metodología de Superficie de Respuesta en un proceso de absorción del CO₂ de un biogás en una solución alcalina., Dyna, Vol. 76, No. 159, Jul.-Nov., 2008, pp. 135-144.
- Myers, R., Montgomery, D., & Anderson-Cook, Ch., Response Surface Methodology. Process and Product Optimization Using Designed Experiments., 3^{ra} Ed., Wiley, 2009, pp. 1-265.
- Nóchez, J., & Ventura, A.J., Metodología de Superficie de Respuesta (MSR), conceptos y aplicación para obtener el valor óptimo en un experimento., Tesis presentada en opción al título de Licenciado en Estadística, Universidad de El Salvador, 2009.
- Ortega, D.C., Bustamente, M.O., Gutiérrez, D.F., & Correa, A.A., Mixture experiments in industrial formulations., Dyna, Vol. 82, No. 189, Feb., 2015, pp.149-156.

- Panchana, A.S., & Soto, G.A., Diseño de mezcla simplex-centroide para la optimización de un cultivo productor de celulosa bacteriana., Tesis presentada en opción al título de Ingeniero Químico, Universidad de Guayaquil, Ecuador, 2017.
- Peregrina, P.M., Empleo de Superficies de Respuesta para la solución de problemas de inventarios estocásticos., Tesis presentada en opción al título de Ingeniero Industrial, Universidad de Las Américas-Puebla, México, 2000.
- Plackett, R.L., & Burman, J.P., The Design of Optimum Multifactorial Experiments., *Biomatrika*, Vol. 33, Jun., 1946, pp. 305-325.
- Plata, A., Ramírez, S., & Riaño, C.E., Método de Superficie de Respuesta para optimizar las condiciones de producción de ácido láctico a partir de subproductos lácteos., *Ciencias Biomédicas*, Vol. 10, No. 18, Jul.-Dic., 2012, pp.135-250.
- Rodríguez, J.M., Serna, J.A, Uribe, M.A., Klotz, B., & Quintanilla, M.X., Aplicación de la Metodología de Superficie de Respuesta para evaluar el efecto de la concentración de azúcar y de cultivos iniciadores comerciales sobre la cinética de fermentación del yogurt., *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, Vol. 13, No. 1, Dic.- Feb., 2014, pp. 213-225.
- Ruíz, A., Guerra, C.W., Morejón, Y., & Machado, M., Metodología de Superficie de Respuesta como alternativa en la búsqueda de condiciones óptimas., *Anuario Ciencia de la UNAH*, Vol. 15, No. 1, 2017. pp. 1-31. [Online]. Disponible en: <http://revistas.unah.edu.cu/index.php/ACUNAH/article/view/989>
- Sánchez, D.I., Diseño óptimo de laminados en materiales compuestos. Aplicación del MEF y el Método de las Superficies de Respuesta., Tesis presentada en opción al Grado Científico de Máster en Diseño Avanzado e Ingeniería Mecánica, Escuela Superior de Ingenieros Universidad de Sevilla, España, 2011.
- Salamanca, S., Reyes, L., Osorio, M., & Rodríguez, N., Diseño experimental de mezclas como herramienta para la optimización de cremolácteos de mango., *Investigaciones Agroindustriales*, Vol. 2, No. 1, 2015, pp. 16-24.
- Sangseethong, K., Ketsilp, S., & Klanarong, S., The role of reaction parameters on the preparation and properties of carboxymethyl cassava starch., *Starch*, Vol. 57, No. 2, Feb., 2005, pp. 84-93.
- Scheffé, H., The simplex-centroid design for experiments with mixtures., *Journal of the Royal Statistical Society*, Vol. 20, No. 2, 1958, pp. 344-360.
- Scheffé, H., The simplex-centroid design for experiments with mixtures., *Journal of the Royal Statistical Society*, Vol. 25, No. 2, 1963, pp. 235-263.
- Siche, R., Ared, V., Velásquez, C., & Castillo, I., El diseño simplex-centroide y la función de deseabilidad en una optimización de la aceptabilidad sensorial de pan dulce enriquecido con chenopodium quinoa., *Enfoque UTE*, Vol. 7, No. 3, Sep., 2016, pp. 70-81.
- Trujillo, F.R., & Quintero, M., Formulación y optimización de un producto osmóticamente deshidratado y de humedad intermedia a base de melón, parchita y limón., *Interciencia*, Vol. 36, No. 11, Nov., 2011, pp. 835-840.
- Villar, F., Millán, F.R., & Di Scpio, S., Uso de la metodología de superficie de respuesta en estudio del protocolo de mezcla para la obtención de emulsiones concentradas O/W., *Interciencia*, Vol. 32, No. 6, 2007, pp. 404-409.
- Yaguas, O., Metodología de superficie de respuesta para la optimización de una

producción agrícola, Revista Ingeniería Industrial, Vol. 16, No. 1, 2017, pp. 205-222.

CONFLICTO DE INTERÉS

Los autores declaran que no existen conflictos de interés.

CONTRIBUCIONES DE LOS AUTORES

- Estudiante Ing. Amanda Acosta Solares. Realizó la revisión bibliográfica y escritura parcial del artículo.
- Dr.C. Omar Pérez Navarro. Aportó la idea original para la revisión, contribuyó a la escritura y efectuó la revisión de la escritura del artículo.
- Dra.C. Yaillet Albornos Carvajal. Contribuyó en la búsqueda de información y síntesis de los aspectos fundamentales.
- M.Sc. Mariano F. Cortés Falcón. Contribuyó en el análisis de los ejemplos de aplicaciones presentados.