

# DISEÑOS EXPERIMENTALES APLICADOS EN INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO DE DULCES DE LECHE

---

*Jessica Alejandra Hidalgo-Piamba*  
<https://orcid.org/0000-0001-8468-4830>

*José Steven Motato-Guerra*  
<https://orcid.org/0000-0003-2041-1846>

*Juan Sebastián Ramírez-Navas*  
<https://orcid.org/0000-0002-6731-2784>

## **1 Introducción**

**E**n Colombia se producen diferentes tipos de dulces de leche (DL); entre ellos están el Arequipe, el Manjar Blanco del Valle y las panelitas de dulce de leche [Cortés Jiménez *et al.*, 2014; Ramírez-Navas *et al.*, 2016]. Dependiendo de la región del país se presentan variantes de estos productos, un claro ejemplo es la región del eje cafetero, donde se fabrica arequipe con sabor a café. La Norma Técnica Colombiana, [ICONTEC, 2008], define al arequipe como “el producto higienizado obtenido por la concentración térmica de una mezcla de leche, sacarosa u otros edulcorantes y aditivos permitidos por la legislación nacional vigente”, y al manjar blanco (MB) como “el producto higienizado obtenido por la concentración térmica de una mezcla de leche, sacarosa u otros edulcorantes y adi-

tivos permitidos por la legislación nacional vigente, con el agregado de harina o almidones”. El MB propio de la región del Valle del Cauca se prepara con harina de arroz o almidón de maíz [Novoa y Ramírez-Navas, 2012b], siendo éste un factor diferenciador respecto al arequipe. El proceso de elaboración del arequipe lo describe detalladamente Neira Bermúdez y López Torres [2010] y el del MB Novoa y Ramírez-Navas [2012b].

Debido a la demanda que han tenido estos DL, se han desarrollado investigaciones en la industria, ya sea, sustituyendo materias primas, material de empaque o cambiando condiciones de proceso, entre otras. Sin embargo, en algunas ocasiones la manera de experimentar se queda solo en el ensayo y error, no se aplican diseños experimentales adecuados para el estudio del producto, lo que proporciona escasez de información. La investigación científica y tecnológica se lleva a cabo con el fin de ampliar el conocimiento en el área de interés. Para esto es necesario contar con información relevante y confiable. Una de las varias formas en que se puede producir dicha información, optimizando el uso de los recursos y garantizando la precisión y la falta de sesgo de los resultados, de modo que puedan hacerse predicciones confiables, es aplicando el diseño estadístico y el análisis de los experimentos. El diseño experimental (DE) es aplicable a todas las áreas de la ciencia y la tecnología. El diseño de experimentos es clave para el desarrollo de cualquier investigación a realizar, de este depende su éxito. En este capítulo se describen algunos diseños experimentales empleados en investigación, desarrollo y análisis del DL.

## **2 Diseño estadístico de experimentos**

En el campo de la industria, con la intención de resolver un problema o comprobar una idea (conjetura, hipótesis), es frecuente realizar experimentos o pruebas. Sin embargo, es común que éstas se hagan sobre la marcha, con base en el ensayo y error, apelando a la experiencia y a la intuición, en lugar de seguir un plan experimental adecuado que garantice una buena respuesta a las interrogantes planteadas. El DE es precisamente la forma más eficaz de hacer pruebas. El

DE consiste en determinar cuáles pruebas se deben realizar y de qué manera, para obtener datos que, al ser analizados estadísticamente, proporcionen evidencias objetivas que permitan responder las interrogantes planteadas, y de esa manera clarificar los aspectos inciertos de un proceso, resolver un problema o lograr mejoras [Gutiérrez Pulido y de la Vara Salazar, 2008].

Muchas de las aplicaciones originarias del DE estuvieron relacionadas con la agricultura y la biología. Los diseños factoriales fueron utilizados en el siglo XIX por John Bennet Lawes y Henry J. Gilbert de la Rothamsted Experimental Station, en Inglaterra [Lawes y Gilbert, 1880]. Sin embargo, Ronald A. Fisher es considerado el padre del DE. Durante su trabajo en *Rothamsted Experimental Station*, en Inglaterra, desde 1920-1932, desarrolló sus ideas en el contexto de la investigación agrícola, realizando experimentos en parcelas. Fue el encargado de diseñar métodos de experimentación eficientes y analizar los datos obtenidos en los experimentos planteados [Fisher, 1937]. Fisher señaló, en 1926, que la aplicación de diseños complejos, como los diseños factoriales, incrementaba la eficiencia en la obtención de información que estudiando un factor a la vez. Fisher escribió: “ningún aforismo se repite tan frecuentemente respecto de las pruebas de campo, que aquel de que a la naturaleza debemos hacerle pocas preguntas, o, idealmente, hacérselas de a una. Quien escribe es un convencido de que este punto de vista está totalmente equivocado”.

A la lista de los pioneros del DE se suman Frank Yates [Yates, 1967], W.G. Cochran [Cochran y Cox, 1957] y G.E.P. Box [Box *et al.*, 1978]. Yates realizó importantes contribuciones significativas hechas, particularmente en el análisis. Por otra parte, Box y sus colaboradores desarrollaron diseños apropiados para uso industrial y de laboratorio tomando como base las ideas de Fisher. Aunque su libro está orientado a la industria química y a otras industrias de procesos continuos, las ideas pueden aplicarse fácilmente a la industria alimentaria.

William Edwards Deming fue un estadístico estadounidense, quien afirmaba que todo proceso es variable y cuanto menor sea la variabilidad del mismo, mayor será la calidad del producto resultante [Dem-

ing, 1982]. En sus publicaciones promovió una filosofía de mejora continua de la calidad. Sus ideas fueron ampliamente utilizadas en tiempos de la segunda guerra mundial en los Estados Unidos y más tarde en la posguerra en Japón, donde atrajeron mucho interés y un gran número de entusiastas seguidores. Por ejemplo, el ingeniero japonés Genichi Taguchi, desarrolló una teoría completa de la mejora de la calidad [Taguchi, 1986]. Sus ideas fueron adoptadas por la industria en Japón y mucho más tarde por la industria automotriz estadounidense. Una parte importante de su teoría son los diseños experimentales de factores múltiples que se llevan a cabo en la fábrica.

Tanto el enfoque de Box como el de Taguchi enfatizan la importancia de la experimentación. Sugieren que deben llevarse a cabo muchos experimentos relativamente pequeños con un gran número de factores. Los diseños experimentales que defienden son muy similares. Difieren en la manera en que se analizan los resultados. Box recomienda un análisis más formal, basado en modelos; Taguchi prefiere métodos gráficos relativamente simples. Sin embargo, las ideas de Box tienen una base estadística más sólida, pero están orientadas hacia la experimentación en laboratorio y en la planta piloto, no en planta industrial en modo de producción.

Según Gutiérrez Pulido y de la Vara Salazar [2008], el DE es la manera más eficiente de realizar pruebas, consiste en establecer los ensayos que se deben realizar y la forma de hacerlos, para obtener datos que al ser analizados proporcionen información objetiva que resuelvan las interrogantes planteadas, y de esa manera solucionar los sucesos inesperados del proceso o lograr mejoras. Para Gómez [2006], un DE es la estrategia ideal para obtener la información que se requiere, donde se manipulan intencionalmente una o más variables independientes (supuestas causas-antecedentes), para analizar el efecto que tiene sobre una o más variables dependientes (supuestos efectos-consecuentes), dentro de una situación de control establecida por el investigador.

Algunos problemas típicos que pueden resolverse con el diseño y el análisis de experimentos son los siguientes: 1) Comparar a dos o más materiales con el fin de elegir al que mejor cumple los requerimientos. 2) Comparar varios instrumentos de medición para verificar si traba-

jan con la misma precisión y exactitud. 3) Determinar los factores de un proceso que tienen impacto sobre una o más características del producto final. 4) Encontrar las condiciones de operación (temperatura, velocidad, humedad, por ejemplo) donde se reduzcan los defectos o se logre un mejor desempeño del proceso. 5) Reducir el tiempo de ciclo del proceso. 6) Hacer el proceso insensible o robusto a oscilaciones de variables ambientales. 7) Apoyar el diseño o rediseño de nuevos productos o procesos. 8) Ayudar a conocer y caracterizar nuevos materiales [Gutiérrez Pulido y de la Vara Salazar, 2008].

## **2.1 Elementos de un DE**

En todo experimento se debe definir la unidad experimental (UE) y los tratamientos. La UE es el material mínimo requerido para aplicar los tratamientos (las causas) y evaluar las respuestas (los efectos). Los tratamientos son cada una de las diferentes condiciones experimentales que van a ser evaluadas en el experimento.

Las variables en un DE se clasifican fundamentalmente en dos grandes grupos de acuerdo a su rol en la UE: variables de entrada y variables de salida. Las variables de entrada son todas aquellas variables a las que está expuesta la UE. Comprende los siguientes grupos de variables: factores experimentales, factores de bloqueo, factores de ruido, variables deliberadamente controladas, variables no controladas. Las variables de salida son el conjunto de variables que se van a evaluar en la UE, una vez que el tratamiento haya impactado, para determinar los efectos de tratamiento. Las respuestas se seleccionan en base a dos criterios: las respuestas que son sensibles a los factores experimentales que se están investigando y las respuestas que son de importancia económica.

Los componentes de un DE, son la repetición y la aleatorización. La repetición se refiere a que cada condición experimental que debe ser aplicada de manera independiente, al menos a dos UE. La aleatorización se refiere al proceso de asignación de tratamientos a las UE.

A través de un DE se pretende probar una hipótesis acerca del efecto de los tratamientos bajo condiciones controladas. Para tal fin todo

DE consta de dos componentes: 1) Arreglo geométrico de las unidades experimentales, que se enfoca en mejorar la precisión de las estimaciones reduciendo variabilidad de unidades experimentales dentro de tratamientos. 2) Arreglo de tratamientos, que se enfoca en generar la estructura de los tratamientos adecuada a la hipótesis que se desea probar. En DE todo el análisis de resultados se lleva a cabo mediante el ajuste de modelos que se emplean para establecer las relaciones entre variables. Estos modelos, en general se establecen como:

$$\text{Respuesta} = \text{Independientes} + \text{Error} \quad (1)$$

En las variables independientes deben distinguirse aquellas que son fijas de las que son aleatorias. Las fijas se agrupan dentro de la parte sistemática del modelo y las aleatorias en lo que se considera la parte aleatoria del modelo, dentro de la cual se puede ubicar el error, por lo que la estructura del modelo quedaría como:

$$\text{Respuesta} = \text{Sistemática} + \text{Aleatoria} \quad (2)$$

En la parte sistemática se incluirían entonces los factores experimentales y los factores de bloqueo, en tanto que en la parte aleatoria se incluirían los efectos aleatorios y el error experimental.

## **2.2 Diseños experimentales básicos**

Un experimento bien diseñado es importante porque los resultados y las conclusiones que se pueden extraer del experimento dependen en gran medida de la manera en que se recolectaron los datos [Montgomery, 2013]. A continuación, se presentan algunas definiciones [Berger *et al.*, 2018; Dean *et al.*, 2017; Gutiérrez Pulido y de la Vara Salazar, 2008; Montgomery, 2013; Welham *et al.*, 2015] y los ejemplos de DE aplicados en la investigación y desarrollo de DL, cabe resaltar que no son muchos ejemplos los que se encuentran en la literatura científica sobre DL.

### 2.2.1 Diseño completamente al azar (DCA)

El DCA es el arreglo geométrico más simple en el DE. Se utiliza para realizar experimentos con un solo factor donde se comparan dos o más tratamientos. En éste se supone que tanto las UE como el ambiente físico en el que se lleva a cabo el experimento son totalmente homogéneos, uniformes y sin cambio. En este sólo se consideran dos fuentes de variabilidad: los tratamientos y el error aleatorio. Sin embargo, difícilmente se logran cubrir los requisitos para poder aplicar este diseño, por lo que en la práctica solo se recomienda para condiciones muy controladas, como es el caso de experimentos de laboratorio. El DCA es una generalización para comparar más de dos tratamientos, de la comparación de dos medias, mediante la prueba de t para muestras independientes. Los datos en un DCA solo tienen un criterio de clasificación, correspondiente a los tratamientos. Para identificar a cada una de las observaciones, se requieren entonces de dos subíndices ligados a la letra que representa la variable de respuesta; de acuerdo al modelo estadístico:

$$Y_{ij} = \mu + \tau_i + \varepsilon_{ij} \quad (3)$$

Hipótesis:  $H_0: \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k = \mu$

$H_A: \mu_i \neq \mu_j$  para algún  $i \neq j$

Balanceado:  $i = 1, 2, \dots, t; j = 1, 2, \dots, r$

Desbalanceado:  $j = 1, 2, \dots, r_i$

El subíndice  $i$  está asociado al tratamiento y el subíndice  $j$  está asociada a la repetición dentro de cada tratamiento.  $Y_{ij}$  corresponde al valor de la variable de respuesta en la repetición  $j$  del tratamiento  $i$ .  $\mu$  es el parámetro de escala común a todos los tratamientos, llamado media global, o simplemente es la media general del experimento.  $\tau_i$  es el efecto del tratamiento  $i$ .  $\varepsilon_{ij}$  es el error experimental en la repetición  $j$  del tratamiento  $i$ .

En la ecuación (3) se observa que en el experimento hay  $t$  tratamientos, y cada tratamiento se realiza  $r$  veces (número de repeticiones). Cuando el número de repeticiones es el mismo en cada tratamiento; entonces el experimento está balanceado. Cuando el número de repeticiones varía de tratamiento a tratamiento, el diseño experimental será desbalanceado y el subíndice  $j$  llegará a un número diferente para cada tratamiento.

Por ejemplo, López Barrera y Vaquero Peraza [2013] evaluaron seis tipos de DL con los mismos ingredientes a diferentes concentraciones. El DE utilizado fue DCA con dos medidas repetidas en el tiempo (día 1 y 30). Efectuaron tres repeticiones por tratamiento, para un total de 36 unidades experimentales, con una separación de medias Tukey. Encontraron que no hay diferencias significativas en el tiempo y las características físico-químicas. El tratamiento más aceptado fue el DL con 40% de leche, 25% crema, 25% azúcar y 10% de leche descremada en polvo.

Rodríguez *et al.* [2011], evaluaron el desarrollo de color, con el tiempo de tratamiento térmico y el pH inicial como variables tecnológicas, en un sistema modelo (el sistema modelo estuvo compuesto por caseinato, lactosa, sacarosa y agua destilada cuya composición fue similar a la del DL comercial). Para esto utilizaron un DCA que consistió en unidades experimentales (tubos cerrados) que incluían el sistema modelo, las unidades experimentales se encontraban distribuidas aleatoriamente en una gradilla, las cuales fueron sumergidas en un baño de aceite a la temperatura preestablecida, constante e igual a 112 °C (el sistema estuvo con agitación y control automático de temperatura), se empleó una plancha calefactora (IKA C-MAG HS7) y termocupla (IKA ETS-D5). Dichas muestras fueron retiradas a los tiempos (0, 10, 30, 60 minutos) y enfriadas inmediatamente con agua a una temperatura de 2°C y las experiencias se realizaron por duplicado. Concluyeron que hubo un aumento significativo de los índices de color con el tiempo, tratamiento térmico y el pH inicial, además con el sistema CIELab también observaron una tendencia a disminuir la luminosidad con el tiempo y el aumento del pH inicial, y el aumento de  $a^*$  con el tiempo.

### **2.2.2 Diseño de bloques**

Cuando las UE no son homogéneas en alguna de las variables identificadas como de impacto importante sobre la respuesta, o bien, las condiciones físicas en que se lleva a cabo el experimento no son totalmente uniformes, entonces se puede emplear un diseño en bloques (DB) para asegurar comparaciones más justas entre los tratamientos. El DB surge por la necesidad que tiene el investigador de ejercer un control local de la variación, es decir, cuando se quieren comparar ciertos tratamientos o estudiar el efecto de un factor.



En un *diseño en bloques completos al azar* (DBCA) cada bloque generado debe contener un número de UE igual al número de tratamientos, ya que cada bloque debe contener a todos los tratamientos. Los bloques en este diseño constituyen las repeticiones del experimento. En un DBCA se consideran tres fuentes de variabilidad: el factor de tratamientos, el factor de bloque y el error aleatorio. El modelo completo de un DBCA contiene los efectos de tratamiento (como en el DCA) y el de los bloques, dado por:

$$Y_{ij} = \mu + \tau_i + \gamma_j + \varepsilon_{ij} \quad (4)$$
$$i = 1, 2, \dots, k; j = 1, 2, \dots, b$$

Hipótesis:  $H_0: \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k = \mu$  o  $H_0: \tau_1 = \tau_2 = \tau_3 = \dots = \tau_k$

$H_A: \mu_i \neq \mu_j$  para algún  $i \neq j$  o  $H_A: \tau_i \neq 0$  para algún  $i$

Donde  $Y_{ij}$  es la variable de respuesta en el bloque  $j$  y el tratamiento  $i$ .  $\mu$  es la media general del experimento.  $\tau_i$  es el efecto del tratamiento  $i$ .  $\gamma_j$  es el efecto del bloque  $j$ .  $\varepsilon_{ij}$  es el error experimental en el bloque  $j$  y el tratamiento  $i$ .

La palabra *completo* en el nombre del diseño se debe a que en cada bloque se prueban todos los tratamientos. La aleatorización se hace dentro de cada bloque; por lo tanto, no se realiza de manera total como en el DCA. En este diseño, es deseable que las posibles diferencias se deban principalmente al factor de interés y no a otros factores que no se consideran en el estudio. Cuando esto no ocurre y existen otros factores que no se controlan para hacer la comparación, los resultados podrían ser afectados sensiblemente.

Dentro del DB se tiene el *diseño en cuadro latino* (DCL) y el *diseño en cuadro grecolatino* (DCGL). En el primero se controlan dos factores de bloques y se estudia un factor de tratamiento, por lo que se tienen cuatro fuentes de variabilidad que pueden afectar el resultado objetivo, estas son: los tratamientos, el factor de bloque I (columnas), el factor de bloque II ( renglones) y el error aleatorio. Se llama cuadro latino debido a que tiene la restricción adicional de que los tres factores involucrados se prueban en la misma cantidad de niveles y latino, porque las letras latinas denotan los tratamientos o niveles del factor de interés.

El DCL es una generalización del DBCA. El nombre de este arreglo geométrico se debe a que el número de niveles en las variables de hileras es igual al número de niveles en la variable de columnas y es igual al número de tratamientos; estos últimos se denotan por letras latinas dentro de las celdas del cuadrado que forman las hileras y las columnas. Su modelo es:

$$Y_{ijl} = \mu + \tau_i + \gamma_j + \delta_l + \varepsilon_{ijl} \quad (5)$$

Donde  $Y_{ijl}$  es la observación del tratamiento  $i$ , en el nivel  $j$  del factor renglón y en el nivel  $l$  del factor columna;  $\varepsilon_{ijl}$  es el error atribuible a dicha observación

Las variables de bloqueo incluidas en este arreglo son estrictamente, como en el arreglo en bloques, para el control de la variación en las unidades experimentales o de las condiciones en que se lleva a cabo el experimento, pero no son de interés como factores de investigación. El objetivo entonces de las variables de bloqueo sigue siendo eliminar posibles fuentes de variación en el experimento que pudieran impactar sobre la variable de respuesta y enmascarar el efecto de los tratamientos.

Por otro lado, el diseño en cuadro grecolatino (DCGL) consiste en tres factores de bloques, además del factor de tratamiento. Se llama cuadro grecolatino porque los cuatro factores involucrados se prueban en la misma cantidad de niveles; además, se utilizan letras latinas para denotar los tratamientos y letras griegas para nombrar a los niveles del tercer factor de bloque. Su modelo es:

$$Y_{ijlm} = \mu + \tau_i + \gamma_j + \delta_l + \varphi_m + \varepsilon_{ijlm} \quad (5)$$

donde  $Y_{ijlm}$  es la observación o respuesta que se encuentra en el tratamiento  $i$  ( $i$ -ésima letra latina), en el renglón  $j$ , en la columna  $l$  y en la  $m$ -ésima letra griega;  $\tau_i$  es el efecto del tratamiento  $i$ ,  $\gamma_j$  es el efecto del renglón  $j$ ,  $\delta_l$  representa el efecto de la columna  $l$  y  $\varphi_m$  representa el efecto de la  $m$ -ésima letra griega, que son los niveles del tercer factor de bloque; el término  $\varepsilon_{ijlm}$  representa el error aleatorio

atribuible a la medición  $Y_{ijlm}$ . Es importante no confundir las letras griegas del modelo que representan efectos, con las letras griegas en el diseño que simbolizan a los niveles del tercer factor de bloque.

Por ejemplo, Toledo Calvopiña [2011], realizó un DB donde evaluó diferentes niveles de harina de quinua (2, 4, 6%), frente a un tratamiento control 0%, con cuatro repeticiones por tratamiento en la elaboración de DL. Encontró que al elaborar el manjar con el 2% de harina de quinua mejora sus propiedades físico-químicas elevando su rentabilidad al 33% y con una buena aceptación respecto a la muestra control.

Terán-Llorente y Posada-López [2011], para evaluar el efecto de la incorporación de lactosuero (LS) sobre la calidad del dulce de leche, utilizaron un DBCA. Las formulaciones que elaboraron fueron: A, B y C, las cuales se concentraron hasta 75°Bx y 80°Bx. La formulación A elaborada con 100% de LS, la formulación B elaborada con leche y LS en relación 50:50 y la formulación C con 100% leche entera. La mejor formulación fue con 50% de LS y 75 °Bx. En las que se incorporó 100% de LS evidenciaron el fenómeno de cristalización, defecto no es deseado en los DL factorial 5x2; con diez tratamientos obtenidos por la combinación de diferentes proporciones de leche de cabra (0, 25, 50, 75 y 100%) y dos tiempos de evaluación (1 y 60 días de almacenamiento). Encontraron que las formulaciones evaluadas cumplen con las características teóricas de un DL, además obtuvo buena aceptación por parte de la población evaluada sensorialmente. Sin embargo, la muestra que tuvo una sustitución del 75% de leche, fue rechazada, debido a que presentó una disminución en la textura, característica importante del DL producido con leche de vaca. La incorporación de leche de cabra no tuvo un impacto negativo en el dulce de leche para la muestra con combinación del 50:50.

Castañeda *et al.* [2004] utilizaron un DB incompleto, con el fin de analizar las características físico-químicas, reológicas y sensoriales del DL elaborado por ocho empresas. La investigación se realizó a temperatura ambiente (20°C a 24°C). Las muestras fueron colocadas en vasos medianos desechables transparentes (70 mL), rotulados previamente con números de tres dígitos escogidos aleatoriamente. Los resultados se obtuvieron empleando análisis de varianza de un factor (ANOVA) utilizando  $\alpha = 0.05$ , mínima diferencia significativa

(método de Tukey) e intervalo de confianza (considerando distribución t-Student). Los resultados obtenidos les permitieron caracterizar y/o tipificar al DL argentino variedad tradicional.

### 2.2.3 Diseño factorial

El objetivo de un diseño factorial es estudiar el efecto de varios factores sobre una o varias respuestas, cuando se tiene el mismo interés sobre todos los factores. Muchos experimentos implican el estudio de los efectos de dos o más factores. En general, los diseños factoriales son más eficientes para este tipo de experimento. En diseño factorial, en cada prueba completa o réplica del experimento se investigan todas las combinaciones posibles de los niveles de los factores.

Para estudiar el efecto de varios factores sobre una o varias respuestas, cuando se tiene el mismo interés sobre todos los factores, se debe utilizar el diseño factorial, que puede ser:  $2^k$ , con  $k$  factores y dos niveles; ó  $3^k$ , con  $k$  factores y tres niveles. Un diseño factorial permite evaluar el efecto de varios factores e incluso interacciones entre ellos, que se determinarán con el mismo número de ensayos que son necesarios determinar de los efectos con el mismo grado de exactitud.

En los diseños factoriales con dos factores se consideran los factores A y B con  $a$  y  $b$  ( $a, b \geq 2$ ) niveles de prueba, respectivamente. Con ellos se puede construir el arreglo o diseño factorial  $a \times b$ , el cual consiste en  $a \times b$  tratamientos. Algunos casos particulares de uso frecuente son: el factorial  $2^2$ , el factorial  $3^2$  y el factorial  $3 \times 2$ . Su modelo general es:

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + (\alpha\beta)_{ij} + \varepsilon_{ijk} \quad (6)$$

$$i = 1, 2, \dots, a; j = 1, 2, \dots, b; k = 1, 2, \dots, n$$

$$\text{Hipótesis: } H_0: \alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3 = \dots = \alpha_k$$

$$H_A: \alpha_i \neq 0 \text{ para algún } i$$

Donde  $\mu$  es la media general,  $\alpha_i$  es el efecto debido al  $i$ -ésimo nivel del factor A,  $\beta_j$  es el efecto del  $j$ -ésimo nivel del factor B,  $(\alpha\beta)_{ij}$  re-

presenta al efecto de interacción en la combinación  $ij$  y  $\varepsilon_{ijk}$  es el error aleatorio que se supone sigue una distribución normal con media cero y varianza constante  $\sigma^2$  ( $N(0, \sigma^2)$ ) y son independientes entre sí.

Por ejemplo, Valencia García *et al.* [2008] para evaluar la influencia de sustitutos del azúcar (polidextrosa, fructosa y sorbitol) en las propiedades fisicoquímicas, sensoriales y texturales del arequipe, utilizaron un DE factorial y superficies de respuesta, con cuatro tratamientos en los cuales se reemplazó aproximadamente el 50% de azúcar con polidextrosa, el otro 50% del azúcar se reemplazó con fructosa y sorbitol, las cuales se combinaron a dos concentraciones. Encontraron que los tratamientos que presentaron la mejor aceptación fueron los que contenían el 3.9% de fructosa y 8.5% de sorbitol, también el de 4.7% de fructosa y 8.5% de sorbitol. Respecto a los atributos individuales como sabor y textura el tratamiento que presentó mayor aceptación fue el que se elaboró con menor contenido de fructosa (3.9% de fructosa y 8.5% de sorbitol).

#### 2.2.4 Diseño de mezclas

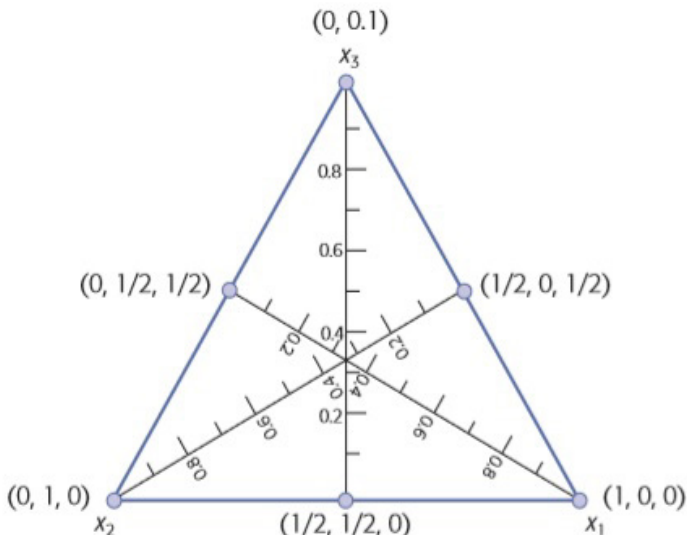
El diseño de un experimento con mezclas (DEM) consiste en aplicar una metodología de planeación y análisis que asegure obtener los conocimientos y soluciones. Existen diferentes tipos de DEM, por ejemplo, el Simplex-lattice (reticular) y Simplex-centroide. Entre los objetivos de un DEM se encuentran: 1) determinar cuáles de los ingredientes de la mezcla o interacciones entre ellos, tienen mayor influencia sobre una o varias respuestas de interés; 2) modelar las respuestas de interés en función de las proporciones de los componentes de la mezcla; 3) usar dichos modelos para determinar en qué porcentaje debe participar cada uno de los ingredientes para lograr que la fórmula tenga las propiedades deseadas. En los DEM, los factores son los componentes o ingredientes de una mezcla y los niveles de los mencionados anteriormente no son independientes. Los DEM tendrán  $q$  componentes y cada tratamiento en el experimento consiste en una combinación particular o mezcla de dichos ingredientes. En general para  $q$  componentes este modelo está dado por:

$$E(y) = \sum_{i=1}^q \beta_i x_i + \sum_{i < j} \sum_{j=2}^q \beta_{ij} x_i x_j \quad (7)$$

Donde:  $y$  : representa la respuesta esperada en la mezcla pura = 1, y al mismo tiempo es la altura de la superficie en el vértice = 1.  $\beta_i$  : representa el exceso de la respuesta del modelo cuadrático sobre el lineal, y dependiendo de su signo se habla de sinergismo o antagonismo entre los componentes correspondientes debido a la mezcla no aditiva.

El DEM simplex con centroide para tres componentes (Figura 1) se aplica con pocos componentes y consiste en  $2^{q-1}$  puntos definidos. Los vértices son las mezclas puras, los puntos medios de las aristas representan mezclas binarias o de dos componentes y los puntos interiores o centroides de las caras definidas representan mezclas ternarias.

**Figura 1.** Diseño simplex con centroide ( $q=3$ ).



Fuente: Gutiérrez Pulido y de la Vara Salazar [2012].

En la industria cobra un gran significado la validez técnica y económica de las formulaciones que se desarrollen. Para Ortega *et al.* [2015] las bondades del uso del diseño de experimento para la formulación de mezclas industriales son superiores al método tradicional del ensayo y error; sin embargo, es necesario asegurar su correcta aplicación, para ello se puede usar la estrategia del ciclo PHVA (ideado por Walter A. Shewhart y difundido por Edwards Deming) para definir el plan experimental, obtener los datos, ajustar un modelo estadísticamente significativo y con alto significado práctico.

Por ejemplo, Roca Castro [2011] empleó un DEM, compuesto por leche fresca, leche reconstituida y una proporción de 50:50 con la mezcla de ambas, para la determinación del mejor proceso de elaboración de DL a partir de la sustitución parcial o total de leche fresca por leche en polvo. Concluyó que es posible reemplazar la leche fresca por la leche en polvo en la elaboración del DL, pero solo parcialmente, es decir, se debe sustituir máximo por el 50% de leche fresca y el 50% de leche reconstituida en polvo, ya que la cantidad precisa de sólidos lácteos en el producto final será del 24 % y el porcentaje de glucosa agregado en la mezcla de azúcares será del 10%.

### **3 Ejemplos adicionales de aplicación de los DE en la investigación con DL**

Novoa y Ramírez-Navas [2012a], utilizaron un DE anidado donde seleccionaron tres muestras de tres lotes diferentes para cada marca de MB, con el objetivo de caracterizar instrumentalmente el color (CIE-L\*a\*b\*) de muestras comerciales, para establecer un rango de referencias. Esto lo realizaron mediante el empleo de un espectrocolorímetro. Encontraron un rango para los parámetros del color que se pueden emplear como referencia en la fabricación del MB.

Oliveira Ferreira *et al.* [2011], utilizaron un DE rotacional compuesto central con un porcentaje de sustitución de leche por lactosuero (LS) y adición de café. Realizaron once ensayos: cuatro factoriales (combinaciones entre niveles  $\pm 1$ ), tres centrales (tres variables en el nivel 0) y cuatro ensayos axiales (una variable en el nivel  $\pm 1,41$  y uno en

el nivel 0). Aplicaron dicho DE para encontrar la mejor formulación para la elaboración del DL con café. Hallaron que la metodología de superficie de respuesta empleada por sí sola, no fue suficiente, claro ejemplo de la importancia en la elección del DE adecuado. Sin embargo, obtuvieron muestras con diferentes proporciones de LS y café que fueron aceptadas por los consumidores; estas fueron: 10% de LS de leche con 1% de café, 30% de LS con 1% de café y 20% de LS de leche con 1,25% de café.

#### **4 Conclusiones**

Los DE son herramientas claves para el desarrollo de un estudio exitoso, estos permiten tener un control sobre la variabilidad de los resultados que se obtengan en determinada experimentación. Un DE plantea un conjunto de pruebas, de tal manera que, los datos generados puedan analizarse estadísticamente para obtener conclusiones válidas. Para cualquier investigación siempre habrá un diseño experimental que se acople mejor y no excluya características importantes que puedan influir posteriormente en los resultados del experimento



## Referencias bibliográficas

- BERGER, P., MAURER, R. Y CELLI, G.B. *Experimental design: with applications in management, engineering and the sciences*. 2nd ed. Gewerbestrasse, Cham, Switzerland: Springer International Publishing, 2018. XVIII, 639 p.
- BOX, G.E., HUNTER, W.G. Y HUNTER, J.S. *Statistics for experimenters: an introduction to design, data analysis, and model building*. New York, USA: Wiley, 1978.
- CASTAÑEDA, R., MUSET, G., CASTELLS, L., ARANIBAR, G., MURPHY, M. Y RODRÍGUEZ, G. *Dulce de leche argentino variedad tradicional. Su caracterización*. Argentina: INTI - Instituto Nacional de Tecnología Industrial, 2004. 1-3 p.
- COCHRAN, W.G. Y COX, G.M. *Experimental designs*. 2 ed. New York, USA: Wiley, 1957.
- CORTÉS JIMÉNEZ, A., ORTIZ ÁLVAREZ, J.R. Y RAMÍREZ-NAVAS, J.S. Panelitas de leche colombianas. *Tecnología Láctea Latinoamericana*, jun 2014, vol. 81, p. 52-61.
- CHACÓN-VILLALOBOS, A., PINEDA-CASTRO, M.L. Y MÉNDEZ-ROJAS, S.G. Efecto de la proporción de leche bovina y caprina en las características del dulce de leche. *Agronomía Mesoamericana*, 2013, vol. 24, no. 1, p. 149-167.
- DEAN, A., VOSS, D. Y DRAGULJIĆ, D. *Design and Analysis of Experiments*. Gewerbestrasse, Cham, Switzerland: Springer International Publishing, 2017. 852 p.
- DEMING, W.E. *Quality, productivity, and competitive position*. Massachusetts, USC: Massachusetts Institute of Technology, Center for advanced engineering study Cambridge, 1982.

FISHER, R.A. *The design of experiments*. Oliver And Boyd; Edinburgh; London, 1937.

GÓMEZ, M.M. *Introducción a la metodología de la investigación científica*. Argentina: Brujas, 2006. 190 p.

GUTIÉRREZ PULIDO, H. Y DE LA VARA SALAZAR, R. *Análisis y diseño de experimentos*. México: McGraw-Hill, 2008. 571 p.

GUTIÉRREZ PULIDO, H. Y DE LA VARA SALAZAR, R. *Análisis y diseño de experimentos*. España McGraw-Hill Interamericana de España S.L., 2012.

ICONTEC. NTC-3757 Arequipe o dulce de leche y manjar blanco. En: Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación, 2008, vol. 3757.

LAWES, J.B. Y GILBERT, J.H. Agricultural, botanical, and chemical results of experiments on the mixed herbage of permanent meadow, conducted for more than twenty years in succession on the same land. Part I. Philosophical Transactions of the Royal Society of London, 1880, vol. 171, p. 289-416.

LÓPEZ BARRERA, E.C. Y VAQUERO PERAZA, M.F. Caracterización físico química y evaluación sensorial de seis formulaciones de dulce de leche. Tesis de Ingeniero en Agroindustria Alimentaria. Zamorano, Honduras: Escuela Agrícola Panamericana, 2013. 40 p.

MONTGOMERY, D.C. *Design and analysis of experiments*. Eighth edition. ed. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, Inc., 2013. xvii, 730 p.

NEIRA BERMÚDEZ, E. Y LÓPEZ TORRES, J. *Guía técnica para la elaboración de productos lácteos*. 5 ed. Bogotá: De la Mancha Impresores, 2010. 247 p.

- NOVOA, D.F. Y RAMÍREZ-NAVAS, J.S. Caracterización colorimétrica del Manjar Blanco del Valle. *Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial*, 2012a, vol. 10, no. 2, p. 54-60.
- NOVOA, D.F. Y RAMÍREZ-NAVAS, J.S. Manjar Blanco del Valle: Un dulce de leche típico colombiano. *Tecnología Láctea Latinoamericana*, 2012b, vol. 68, p. 48-52.
- OLIVEIRA FERREIRA, L., PIMENTA, C.J., MARQUES PINHEIRO, A.C., PIMENTA PEREIRA, P.A. Y SANTOS, G. Sensory evaluation of “dulce de leche” with coffee and whey using different affective data analysis methods. *Food Science and Technology*, 2011, vol. 31, p. 998-1005.
- ORTEGA, D.C., BUSTAMANTE RÚA, M.O., GUTIÉRREZ-RÔA, D.F. Y CORREA-ESPINAL, A.A. Mixture experiments in industrial formulations. *Dyna*, 2015, vol. 82, no. 189, p. 149-156. 10.15446/dyna.v82n189.42785
- RAMÍREZ-NAVAS, J.S., CALLEJAS, G., QUICENO, C. Y VALENCIA, Y. Consumer preference and acceptance of two Colombian sweet milks: results of a consumer survey. *UGCiencia*, Enero 2016, vol. 21, p. 9-15.
- ROCA CASTRO, E.P. Determinación del mejor proceso de elaboración de dulce de leche a partir de la sustitución parcial o total de leche fresca por leche en polvo. Tesis de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción. Guayaquil, Ecuador: Escuela Politécnica del Litoral, 2011. 347 p.
- RODRÍGUEZ, A., PIAGENTINI, A., ROZYCKI, S., LEMA, P., PAULETTI, M.S. Y PANIZZOLO, L.A. Evolución del desarrollo del color en sistema modelo de composición similar al dulce de leche. Influencia del tiempo de calentamiento y del pH. *Innotec*, 2011, vol. 7, p. 38-42.

TAGUCHI, G. *Introduction to quality engineering: designing quality into products and processes*. Tokyo, Japan: Asian Productivity Organization, 1986. 191 p.

TERÁN-LLORENTE, D.M. Y POSADA-LÓPEZ, K. Efecto de la incorporación de lactosuero sobre las propiedades físicas y sensoriales de un dulce de leche repostero. Tesis de Ingeniero de Alimentos. Cali, Colombia: Universidad del Valle, 2011. 45 p.

TOLEDO CALVOPINIÑA, B.M. Evaluación de Diferentes Niveles de Harina de Quinoa en la Elaboración del Manjar de Leche. Tesis de Ingeniero en Industrias Pecuarias. Riobamba, Ecuador: Escuela Superior Politecnica de Chimborazo, 2011. 76 p.

VALENCIA GARCÍA, F.E., CARDONA, M., DE JESÚS, L. Y RAMIREZ HERRERA, N. Evaluación de los efectos en las propiedades fisicoquímicas, sensoriales y texturales de poli-dextrosa, fructosa y sorbitol como sustitutos de azúcar en la elaboración de arequipe. *Revista Lasallista de Investigación*, 2008, vol. 5, no. 2, p. 20-27.

WELHAM, S.J., GEZAN, S.A., CLARK, S.J. Y MEAD, A. *Statistical methods in biology : design and analysis of experiments and regression*. Boca Raton, FL, USA: Taylor & Francis Group, LLC, 2015. xx, 582 pages p.

YATES, F. A fresh look at the basic principles of the design and analysis of experiments. En: *Proceedings of the Fifth Berkeley Symposium on Mathematical Statistics and Probability, Volume 4: Biology and Problems of Health*. The Regents of the University of California, 1967.