

Capítulo 2

Planos Fatoriais e Ortogonalidade

Conforme discutido no Capítulo 1, não existe um único procedimento para o planejamento de experimentos que possa ser aplicado a todos os tipos de problemas. Além disso, ficou bem evidente que diversas questões devem ser compreendidas e respondidas antes que o planejamento dos experimentos propriamente dito seja iniciado. Adicionalmente, foi mostrado que o problema que está sendo investigado influencia o planejamento dos experimentos. Neste capítulo serão apresentados alguns procedimentos clássicos de planejamento de experimentos baseados no plano fatorial de experimentos. Apesar de ser possível determinar uma rotina bem clara para a utilização dos planos fatoriais, o objetivo aqui é apresentar as inúmeras hipóteses que são feitas durante a construção do plano experimental. Assim, uma vez que o usuário destes procedimentos esteja ciente das premissas sobre as quais o plano experimental foi fundamentado, evita-se que sejam criadas falsas expectativas com relação aos resultados que de fato podem ser obtidos com o planejamento de experimentos. Finalmente, nesse capítulo é também discutido o conceito de ortogonalidade, fundamental para a correta compreensão das propriedades e vantagens de planos experimentais baseados nos procedimentos fatoriais.

2.1. O Plano Fatorial

Dentre as muitas questões levantadas nos Exemplos 1.7 do capítulo anterior, a crítica mais contundente costuma dizer respeito à seleção aleatória das condições experimentais. Quando o número de experimentos é pequeno por causa do custo e demora do trabalho experimental, como normalmente ocorre nas ciências empíricas experimentais e na engenharia, a seleção aleatória das condições de experimentação resulta quase sempre em exploração ineficiente da região de experimentação. Nesse caso, como mostrado na Figura 1.8, algumas regiões experimentais acabam sendo privilegiadas pelo experimentador, enquanto outras são muito pouco exploradas. Quase sempre, isso resulta em críticas severas e desapontamento. Contudo, é importante lembrar que a escolha das condições experimentais de forma aleatória está associada aos problemas apresentados nos Exemplos 1.4 e 1.5, a saber: aumentar a probabilidade de identificar respostas experimentais concentradas em pequenas regiões do espaço experimental e identificar de forma apropriada as frequências naturais de oscilações em padrões experimentais oscilatórios. Obviamente, se esses tipos de padrões de comportamento não são esperados pelo pesquisador, essa técnica de seleção aleatória das condições de experimentação pode ser substituída por uma outra técnica determinística qualquer que permita a exploração mais uniforme do espaço experimental.

Hipótese 2.1- A resposta experimental é suave; ou seja, não está concentrada numa pequena região limitada do espaço experimental nem apresenta padrão oscilatório na região investigada.

A Hipótese 2.1, embora colocada em termos matematicamente pouco precisos, de fato descarta a possibilidade de que a resposta experimental tenha comportamento semelhante aos apresentados nos Exemplos 1.5 e 1.6. Nesse caso, admitindo como válida a Hipótese 2.1, a distribuição de condições experimentais sobre a região de experimentação poderia ser uniforme, com o objetivo de explorar uniformemente o espaço experimental investigado.

Deve ficar claro que a Hipótese 2.1 é uma hipótese bastante forte e descarta respostas experimentais como aquelas apresentadas nas Figuras 1.6 e 1.7. Por isso, investigadores envolvidos com problemas dinâmicos (como na disciplina de Controle de Processos) ou com problemas que apresentam comportamento instável (que pode resultar em mudanças pronunciadas de comportamento numa faixa estreita de condições experimentais, como numa explosão) podem achar com toda a razão que a Hipótese 2.1 não é apropriada para seus propósitos de análise. O leitor deve, portanto, perceber que a Hipótese 2.1 restringe o conjunto de sistemas experimentais que estão sendo investigados. Se a Hipótese 2.1 não for válida para o sistema específico que está sendo analisado, os procedimentos experimentais resultantes podem não ser muito efetivos para a análise do problema. Apesar disso, o fato é que padrões oscilatórios não são muito comuns, a não ser quando a variável independente investigada é o tempo. (O estudo de técnicas de planejamento experimental para aplicações em sistemas dinâmicos é usualmente denominado de **Identificação de Processos**.) Além disso, as respostas experimentais são quase sempre suaves, como descrito na Hipótese 2.1. Dessa forma, a Hipótese 2.1 é muito útil para investigação da maior parte dos sistemas experimentais analisados pela maior parte dos investigadores. Faz sentido, portanto, que ela seja utilizada como base para a construção de procedimentos de planejamento experimental.

Exemplo 2.1- A Figura 2.1 ilustra como a temperatura de fusão de uma resina à base de poli(tereftalato de etileno) (PET) varia, à medida que aumenta o teor de glicerol incorporado na resina¹. O leitor deve observar o caráter suave da resposta experimental, como preconizado pela Hipótese 2.1. Nesse exemplo, o investigador procurava compreender como a temperatura de operação da máquina de transformação deveria ser modificada como função da formulação da resina polimérica.

¹ Soares Jr., Aldo Batista, “Produção de Resinas PET Modificadas com Glicerol”, Tese de Mestrado, Programa de Engenharia Química / COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro (2010).

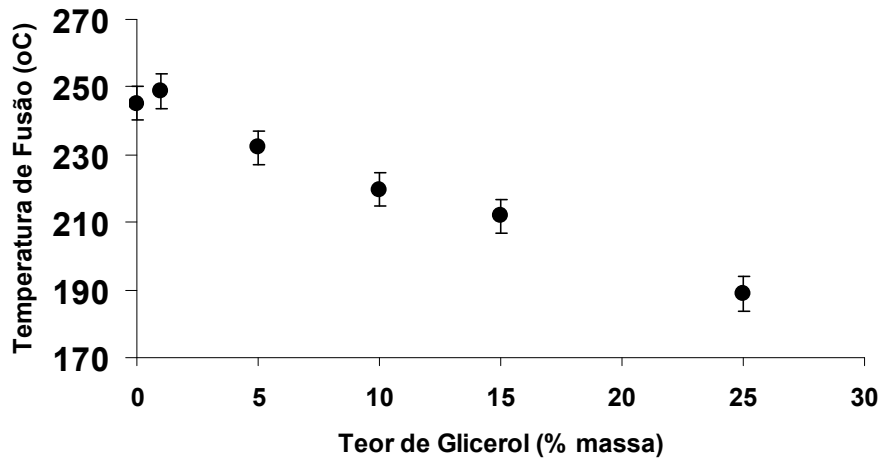


Figura 2.1 – Temperatura de fusão de uma resina à base de poli(tereftalato de etileno) como função da quantidade de glicerol incorporado.

Define-se como uma distribuição uniforme de pontos sobre o segmento $[x^{min}, x^{max}]$ ao conjunto de pontos $X = \{x_1, x_2, \dots, x_{NL}\}$ que apresentam a seguinte propriedade

$$x_i - x^{min} = x^{max} - x_{NL-i+1} \quad (2.1)$$

sendo NL o número de pontos ou condições experimentais distribuídos sobre a reta. NL é usualmente chamado de **número de níveis** da variável considerada sobre o intervalo de investigação. A Equação (2.1) define como uma distribuição uniforme de pontos àquela distribuição que é simétrica em relação ao ponto central do segmento de reta em que estão contidos os pontos. Exemplos são apresentados na Figura 2.2.

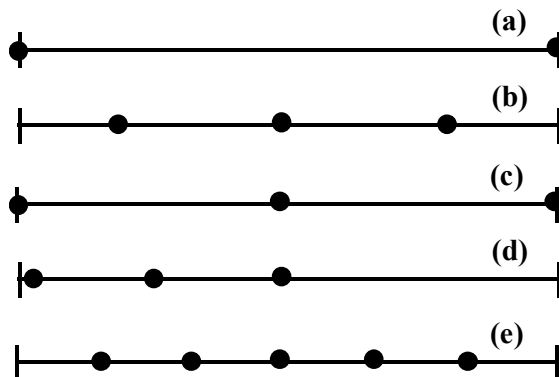


Figura 2.2- (a) Distribuição uniforme de dois pontos sobre o segmento de reta;
 (b,c) Distribuições uniformes de três pontos sobre o segmento de reta;
 (d) Distribuição não uniforme de três pontos sobre o segmento de reta;
 (e) Distribuição uniforme de cinco pontos sobre o segmento de reta.

É importante observar que a Equação (2.1) apenas introduz a noção de simetria e uniformidade de cobertura da região experimental, mas não define quem são os pontos do conjunto X . Portanto, a noção de uniformidade apresentada é muito tênue. Poderíamos introduzir uma noção de uniformidade mais forte, fazendo com que

$$x_{i+1} - x_i = \Delta x, \quad i = 1, \dots, NL - 1 \quad (2.2)$$

ou seja, obrigando os pontos a estarem regularmente espaçados sobre o segmento de reta. Nesse caso, é possível estabelecer de forma simples o seguinte algoritmo para geração de uma distribuição uniforme e simétrica de NL pontos sobre o segmento de reta:

$$x_i = (x^{min} + \delta) + (i-1) \frac{(x^{max} - \delta) - (x^{min} + \delta)}{NL - 1}, \quad i = 1, \dots, NL \quad (2.3)$$

onde x^{min} e x^{max} são as extremidades inferior e superior do intervalo considerado e δ é uma distância medida em relação às extremidades. A Figura 2.3 ilustra graficamente os conceitos e a nomenclatura utilizada.

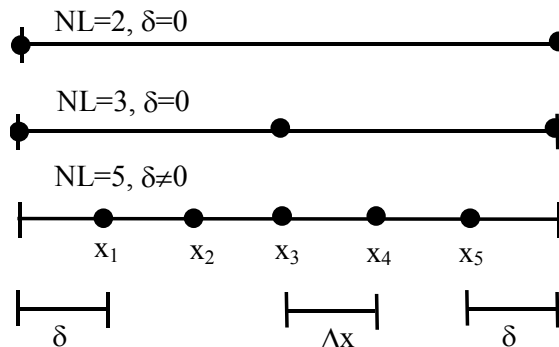


Figura 2.3- Diferentes distribuições uniformes de pontos sobre o segmento de reta.

Exemplo 2.2- No Exemplo 1.7, para $NL = 8$, as seguintes distribuições uniformes de pontos poderiam ser geradas sobre a região de interesse experimental:

$$x^{min} = 0 \quad ; \quad x^{max} = 100 \quad ; \quad \delta = 0 \quad ; \quad NL = 8 \quad ; \quad \Delta x = \frac{100}{7}$$

$$X = \{ 0.00 \ ; \ 14.29 \ ; \ 28.58 \ ; \ 42.86 \ ; \ 57.14 \ ; \ 71.42 \ ; \ 85.71 \ ; \ 100.00 \}$$

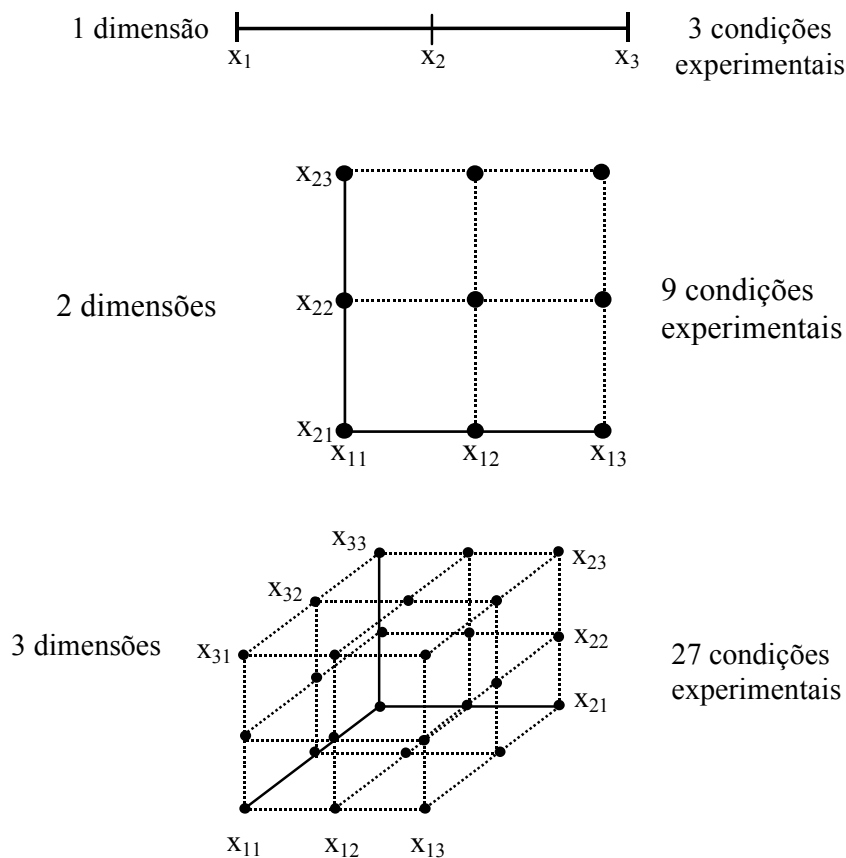
$$x^{min} = 0 \quad ; \quad x^{max} = 100 \quad ; \quad \delta = 15 \quad ; \quad NL = 8 \quad ; \quad \Delta x = \frac{70}{7} = 10$$

$$X = \{ 15 \ ; \ 25 \ ; \ 35 \ ; \ 45 \ ; \ 55 \ ; \ 65 \ ; \ 75 \ ; \ 85 \}$$

Ortogonalidade

Define-se como um **plano experimental fatorial** aquele plano experimental que apresenta distribuição uniforme de pontos sobre todos os intervalos de investigação que definem a região de experimentação. O plano experimental fatorial é, portanto, formulado de maneira a conter todas as possíveis combinações de pontos gerados uniformemente sobre cada segmento que define o intervalo de investigação de cada uma das variáveis independentes do problema. O plano experimental fatorial pode ser entendido como uma malha uniforme de condições experimentais gerada a partir do cruzamento de distribuições uniformes de pontos feitas sobre cada um dos segmentos experimentais de interesse, definidos para cada uma das variáveis do problema. O pressuposto fundamental que dá suporte às técnicas de planejamento fatorial é a Hipótese 2.1; ou seja, como a resposta experimental é suave, os pontos experimentais devem ser distribuídos uniformemente na região de experimentação. Deve ficar claro que a existência de padrões oscilatórios ou de respostas não lineares concentradas numa pequena região do plano experimental não recomenda a formulação de planos experimentais fatoriais, como já discutido.

Exemplo 2.3- São exemplos de planos experimentais fatoriais a três níveis ($NL = 3$)



Se os experimentos forem replicados um número de vezes equivalente ao número de condições experimentais, o número total de experimentos realizados será igual a $NE = 3 \times 3 = 9$, $NE = 9 \times 9 = 81$ e $NE = 27 \times 27 = 729$, respectivamente. Vê-se, portanto, que o tamanho do plano experimental cresce absurdamente com a dimensão do problema, tornando a técnica efetivamente inapropriada para lidar com número elevado de variáveis.

O procedimento ilustrado no Exemplo 2.3 pode ser automatizado, de acordo com o algoritmo apresentado a seguir.

Algoritmo 2.1- Geração Automática de Planos Fatoriais.

Comentário: Procedimentos iniciais

1. Defina o conjunto de NX variáveis independentes $\mathbf{x}^T = (x_1 \ x_2 \ \dots \ x_{NX})$;
2. Defina as faixas experimentais de investigação para cada variável $x_j^{min} \leq x_j \leq x_j^{max}$, $j = 1 \dots NX$;
3. Defina as distâncias das extremidades para cada variável δ_j , $j = 1 \dots NX$;
4. Defina o número de níveis para cada variável NL_j , $j = 1 \dots NX$;
5. Defina os intervalos de separação para cada variável $\Delta x_j = \frac{(x_j^{max} - \delta_j) - (x_j^{min} + \delta_j)}{NL_j - 1}$, $j = 1 \dots NX$;
6. Defina o número de réplicas NR que serão realizadas em cada condição experimental;
7. Faça $x_j = x_j^{min} + \delta_j$, $j = 1 \dots NX$;
8. Faça $i = 1$ e $NE = 0$;

Comentário: Guardando pontos experimentais

9. Faça $\mathbf{x}_i^T = (x_1 \ x_2 \ \dots \ x_{NX})$;
10. Para a quantidade de réplicas $k = 1 \dots NR$ faça:
 - 11.1. Faça $\mathbf{X}_n^T = \mathbf{x}_i^T$, $n = (i-1)NR + k$;
 - 11.1. Faça $NE = NE + NR$;

Comentário: Gerando nova condição experimental

11. Faça $NV = NX$
12. Faça $x_{NV} = x_{NV} + \Delta x_{NV}$
13. Se $(x_{NV} > x_{NV}^{max} - \delta_{NV})$ então

Comentário: Atingiu limite superior da variável NV

Faça $x_{NV} = x_{NV}^{min} + \delta_{NV}$

Faça $NV = NV - 1$

Se $(NV < 1)$ Então

Comentário: Foi a última variável

Vá para o item 14

Senão

Comentário: Não foi a última variável

Volte para o item 12
- Senão

Comentário: O ponto é válido

Faça $i = i + 1$

Ortogonalidade

Volte para o item 9

Comentário: Agora é só aleatorizar o conjunto de condições experimentais

14. Selecione a ordem dos experimentos $n = 1 \dots NE$ aleatoriamente na matriz de condições experimentais \mathbf{X}^T .

Não é difícil perceber que um plano fatorial resulta sempre num grande número de experimentos, devido à combinação de todas as possíveis condições experimentais, cujo valor total é dado por:

$$NE = NR \left(\prod_{j=1}^{NX} NL_j \right) \quad (2.4)$$

No caso muito particular em que o número de níveis usados é sempre o mesmo, o número total de experimentos pode ser dado por

$$NE = NR \times NL^{NX} \quad (2.5)$$

cujo valor pode ser excessivo mesmo para os problemas mais simples. Por exemplo, para um plano fatorial a três níveis para cinco variáveis, com 5 réplicas para cada condição experimental, ($NR = 5$, $NL = 3$ e $NX = 5$), o número total de experimentos resultantes é igual a $NE = 1215!!!$ Portanto, a carga experimental advinda da distribuição uniforme dos pontos sobre a região experimental parece absurda mesmo para problemas pequenos. Além disso, as bases sobre as quais foi feita a proposta do planejamento fatorial parecem arbitrárias demais. Nada garante a princípio que a cobertura uniforme das condições de experimentação possa resultar em outro ganho, além do conforto de ver a região experimental coberta uniformemente. Por isso, parece muito conveniente estudar com mais profundidade as características do plano fatorial antes de prosseguir.

2.2. Propriedades do Plano Fatorial

No contexto proposto, a única vantagem que pode ser associada a um plano experimental fatorial é a distribuição uniforme de pontos sobre a região experimental. A depender de como o experimentador vê o problema, isso pode ser inclusive considerado como uma grande desvantagem, pois a Hipótese 2.1 diz que as chances de identificar padrões complexos de comportamento são reduzidas significativamente com essa estratégia de experimentação. Além disso, o custo experimental de um plano fatorial é grande, como mostram as Equações (2.4) e (2.5). Portanto, a não ser que interpretações mais profundas e convincentes possam ser apresentadas, a estrutura fatorial não pode ser considerada ótima em qualquer sentido.

Para que uma análise mais aprofundada seja possível, é necessário perguntar primeiramente para quê se faz o trabalho de experimentação. Como discutido na Seção 1.2, um plano experimental só faz sentido se pode ser vinculado ao contexto de investigação definido pelo experimentador. Portanto, faz-se a seguir uma suposição a respeito dos objetivos perseguidos pelo pesquisador.

Hipótese 2.2- O objetivo fundamental do estudo experimental realizado é investigar a existência de vínculos entre as diversas variáveis independentes e dependentes do problema.

Repare que a Hipótese 2.2 define um objetivo bem claro, que usualmente está vinculado aos estágios iniciais de um estudo experimental. A Hipótese 2.2 admite implicitamente que não se sabe se existem vínculos entre as variáveis investigadas, não sendo possível, portanto, definir as relações funcionais que descrevem a dependência entre as diversas variáveis do problema. Como discutido na Seção 1.2, isso nem sempre é verdade. Em estágios avançados da investigação experimental é possível afirmar com certa precisão quais são as variáveis importantes de um problema e como elas estão relacionadas. Por exemplo, na reação química elementar $A \xrightarrow{K} B$, onde K é a constante de velocidade da reação, sabe-se que a velocidade com que A se transforma em B pode ser dada na forma

$$R_B = -R_A = KC_A \quad (2.6)$$

onde R_A e R_B têm unidades de moles por volume por tempo e C_A é a concentração em moles por unidade de volume. Nesse caso, sabe-se ainda que

$$K = K_0 \exp\left\{-\frac{\Delta E}{RT}\right\} \quad (2.7)$$

onde K_0 é o chamado fator de frequência, ΔE é a energia de ativação, R é a constante universal dos gases e T é a temperatura absoluta. Isso mostra que a Hipótese 2.2 não é necessariamente apropriada. No exemplo proposto o experimentador sabe *a priori* quais são as variáveis relevantes do problema (R_A , R_B , C_A , T), o modelo matemático que vincula essas variáveis e os parâmetros que devem ser estimados (K_0 e ΔE). Portanto, o contexto que se desenha nesse momento é o de um experimentador numa fase preliminar do estudo. O experimentador não sabe exatamente que variáveis afetam uma certa resposta experimental nem como as eventuais relações existentes podem ser descritas. Muito provavelmente, não há dados preliminares disponíveis e uma medida de sucesso da experimentação pode ser vinculada à definição das variáveis mais relevantes e da forma funcional que vincula essas variáveis. Se esses não são os objetivos de fato perseguidos, então o experimentador estará provavelmente interessado nas estratégias experimentais discutidas nos próximos capítulos. Nunca é demais lembrar que não é possível definir uma receita de planejamento experimental que resolva todos os problemas de investigação, como discutido na Seção 1.2. Por isso, o pesquisador deve se acostumar com a necessidade de enquadrar o problema experimental investigado em termos de objetivos bem claros.

Definido o contexto experimental de forma mais precisa, a pergunta seguinte diz respeito a como avaliar a existência ou não de relação funcional entre as diversas variáveis de um problema. A resposta para esse problema foi dada nos Volume I desta série de publicações, em particular no Capítulo 4, onde foi mostrado que é possível avaliar a dependência funcional existente entre grupos de variáveis através do procedimento de estimação de parâmetros. Estimar parâmetros consiste em fazer com que um modelo passe o mais próximo possível de um conjunto de dados experimentais, de acordo com a definição de uma métrica ou função objetivo. Na Seção 4.6 do Volume I desta série de publicações mostra-se inclusive que existe

Ortogonalidade

um vínculo claro entre a métrica ou função objetivo e os erros experimentais, que dá origem ao problema da máxima verossimilhança. Em função dos resultados obtidos, a Seção 4.7 do Volume I desta série de publicações mostra que é possível julgar a qualidade do modelo obtido em termos dos erros experimentais existentes, dos desvios observados entre modelo e dados experimentais e das incertezas paramétricas. Logo, é possível julgar se a dependência funcional proposta é boa ou não e se de fato descreve os dados experimentais de forma consistente. No caso particular em que o modelo é linear, a Figura 1.16 e a Equação (1.50) da Seção 1.6 do Volume I desta série de publicações mostram que é possível utilizar o fator de correlação como medida do grau de dependência existente entre as variáveis. Portanto, as ferramentas matemáticas necessárias para caracterizar o problema proposto são conhecidas e estão disponíveis. Contudo, duas questões fundamentais devem ser colocadas antes de que seja possível fazer qualquer avaliação dos resultados experimentais: quem são os erros experimentais e quem são os modelos matemáticos que vinculam as variáveis do problema?

Para que seja possível definir o problema de estimação de parâmetros de forma precisa e para que seja possível julgar a qualidade do ajuste e dos dados experimentais, é fundamental conhecer a função que descreve a distribuição dos erros experimentais. O problema é que, no cenário proposto, não se tem ainda essa informação, pois a Hipótese 2.2 admite implicitamente a inexistência de quantidade apreciável de dados experimentais preliminares. Por isso, é necessário fazer réplicas de todas as condições experimentais propostas, para que seja possível caracterizar os erros experimentais ao longo de toda a região de experimentação. Contudo, dois problemas adicionais são postos aqui. O primeiro problema diz respeito ao fato de que os erros experimentais só serão caracterizados *a posteriori*, depois de serem feitas as réplicas e as respectivas medidas experimentais. Portanto, os erros experimentais serão caracterizados apenas depois de se fazer o plano experimental. Logo, no contexto proposto, não se sabe qual é a distribuição dos erros experimentais na hora de se montar o plano experimental. Portanto, não é possível definir *a priori* qual é o conjunto de técnicas de estimação de parâmetros e análise de dados que deve ser utilizado para analisar o problema. (O conhecimento *a priori* do erro experimental implica necessariamente no fato de que dados preliminares já estão disponíveis. Nesse caso, o pesquisador poderá utilizar como ferramentas as técnicas de planejamento experimental apresentadas nos próximos capítulos.) O segundo problema diz respeito ao fato de que muitas réplicas, mas muitas mesmo, são necessárias para que seja possível conhecer a distribuição dos erros experimentais (veja a Seção 3.2 e os Exemplos 3.4 e 3.5 do Volume I desta série de publicações). Como mostram as equações (2.4) e (2.5), o número de réplicas tem que ser mantido sempre baixo na maior parte dos problemas práticos, para que o trabalho experimental não seja inviabilizado. Isso significa que apenas raramente o experimentador conhecerá de fato quais são as distribuições dos erros experimentais relacionados às medidas efetuadas e como essas distribuições mudam ao longo da região experimental. Posto isso, fica claro que é necessário definir um conjunto adicional de hipóteses, para que seja possível também definir um conjunto de ferramentas matemáticas apropriadas para a análise.

Hipótese 2.3- O conjunto de variáveis independentes x é controlado de forma apropriada pelo experimentador, de maneira que os erros experimentais associados às medidas experimentais de x podem ser desprezados.

Hipótese 2.4- As medidas experimentais relacionadas às respostas do experimento, ou seja, às variáveis dependentes \mathbf{y} , são independentes, de maneira que a matriz de covariâncias dos erros experimentais \mathbf{V}_y é diagonal.

Hipótese 2.5- As medidas experimentais relacionadas às respostas do experimento, ou seja, às variáveis dependentes \mathbf{y} , estão sujeitas a flutuações normais.

Hipótese 2.6- As variâncias das medidas experimentais relacionadas às respostas do experimento, ou seja, às variáveis dependentes \mathbf{y} , são iguais e constantes ao longo de toda a região de experimentação, de maneira que $\mathbf{V}_y = \sigma_y^2 \mathbf{I}$.

É muito importante perceber que o conjunto de hipóteses formuladas acima é bastante forte. As hipóteses descartam a possibilidade de que os erros experimentais tenham um outro comportamento que não o comportamento trivial. Ao mesmo tempo, dada a inexistência de informação experimental prévia, a formulação desse conjunto de hipóteses ou de outro conjunto arbitrário qualquer de hipóteses a respeito dos dados experimentais é absolutamente necessária. A Hipótese 2.3 simplifica sobremaneira a análise. Se ela não for utilizada, o experimentador será obrigado a utilizar procedimentos semelhantes aos definidos pela Equação (4.43) e ilustrados no Exemplo (4.23) da Seção 4.6 do Volume I desta série de publicações. Isso resultaria em aumento considerável da complexidade da análise em um cenário em que pouco se sabe a respeito do problema. A Hipótese 2.4 faz uma avaliação otimista sobre a qualidade dos resultados experimentais que serão obtidos. Novamente, se não há dados suficientes a disposição do experimentador, a hipótese de independência das medidas experimentais não soa de todo absurda. A principal consequência da Hipótese 2.4 é a possibilidade formal de tratar cada resposta experimental de maneira independente, já que se admite que as variações e flutuações de uma das respostas não influencia a medida das demais. A Hipótese 2.5 fixa a forma da distribuição dos erros experimentais e , portanto, do tipo de função de máxima verossimilhança que tem que ser utilizada para a análise (ver Seção 4.6 do Volume I desta série de publicações). A Hipótese 2.6 vai ainda além e supõe que a distribuição normal que descreve as flutuações experimentais é a mesma ao longo de toda a região de experimentação. Embora essa hipótese soe por demais restritiva, as únicas alternativas possíveis para a formulação dessa hipótese são a apresentação do comportamento real dos erros experimentais, que é de fato inicialmente desconhecido, ou a realização de um estudo prévio que vise à caracterização dos erros experimentais ao longo da região de experimentação. Nesse caso, o experimentador acumularia informação experimental prévia sobre o sistema, mas seria levado a formular hipóteses semelhantes àquelas feitas aqui para iniciar o seu estudo preliminar.

O conjunto de hipóteses formuladas até aqui leva o experimentador a definir a ferramenta padrão de estimação de parâmetros por mínimos quadrados como a ferramenta adequada para interpretação dos dados experimentais (ver Seção 4.5 do Volume I desta série de publicações). Nesse caso, para cada uma das respostas do problema experimental investigado, y , é possível escrever de forma independente

$$F_{Obj} = \sum_{i=1}^{NE} (y_i^e - y_i^c)^2 \quad (2.8)$$

onde y_i^e e y_i^c são respectivamente as respostas experimentais obtidas em cada condição experimental e as respostas obtidas através de um modelo matemático usado como base de comparação, para interpretação quantitativa dos dados obtidos. Nesse momento somos obrigados a responder a segunda questão que ainda está em aberto e que diz respeito à definição da estrutura matemática de comparação ou do modelo matemático usado como referência. Os investigadores desavisados e pouco interessados na interpretação matemática dos dados experimentais acham às vezes que é possível interpretar os dados e formular planos experimentais sem que haja uma estrutura matemática subjacente. Esse é um grande equívoco!!! Qualquer interpretação experimental que pretenda ir além das comparações de média e variância com os testes t de Student, χ^2 e F de Fisher, estabelecidas no Capítulo 3 do Volume I desta série de publicações, precisa de uma estrutura matemática de referência. Uma vez realizados os experimentos e obtidos os dados experimentais, a aplicação dos testes estatísticos clássicos permite avaliar se médias e variâncias mudam ao longo da região de experimentação, mas não indicam necessariamente quais são as variáveis relevantes do problema nem permitem estabelecer um ordenamento de relevância entre as variáveis investigadas. Além disso, os testes estatísticos clássicos não permitem avaliar se há não linearidades relevantes na resposta experimental, que podem estar relacionadas à existência de valores extremos (máximos ou mínimos) para a resposta experimental, frequentemente procuradas pelo experimentador. Do ponto de vista prático, a Equação (2.8) exige a formulação de um modelo matemático de referência, sem o qual a análise dos dados não é possível.

A discussão sobre o modelo de referência a ser utilizado parece bastante fluida nesse momento, dado que a Hipótese 2.2 admite que não há conhecimento prévio disponível a respeito do sistema experimental investigado. Por isso, uma vez mais é necessário formular hipóteses a respeito do comportamento do sistema e sobre o tipo de informação que se procura.

Hipótese 2.7- A estrutura matemática usada como referência tem a forma

$$y^c(\mathbf{x}; \boldsymbol{\alpha}) = \sum_{j=1}^{NP} \alpha_j f_j(x) \quad (2.9)$$

onde $\mathbf{x}^T = [x_1 \ x_2 \ \dots \ x_{NX}]$ representa o conjunto de variáveis independentes do problema, $\boldsymbol{\alpha}^T = [\alpha_1 \ \alpha_2 \ \dots \ \alpha_{NP}]$ representa o conjunto de parâmetros do modelo e $\mathbf{f}^T = [f_1(\mathbf{x}) \ f_2(\mathbf{x}) \ \dots \ f_{NP}(\mathbf{x})]$ representa as funções que descrevem os efeitos que as variáveis independentes causam sobre as variáveis dependentes.

Embora a Equação (2.9) seja proposta de forma arbitrária, ela é bastante conveniente por várias razões. Primeiramente, o modelo matemático de referência é proposto como uma soma de efeitos que se pretende investigar. Esses efeitos podem ser definidos pelo experimentador em função das características particulares do problema investigado, como será mostrado adiante. Em vários problemas alguns efeitos importantes do modelo podem ser definidos *a priori*, em função de conhecimento já acumulado pelo experimentador. Em segundo lugar, como o modelo de referência é apresentado como uma soma de efeitos, esses efeitos podem ser somados ou subtraídos do modelo de forma arbitrária, sem que se modifique

a estrutura geral do problema proposto. Finalmente, como o modelo de referência é linear nos parâmetros, as Equações 4.13-21 do Volume I desta série de publicações nos mostram que:

$$\mathbf{a} = \mathbf{M}^{-1}\mathbf{Y}_f \quad (2.10)$$

onde

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} \sum_{i=1}^{NE} f_1(\mathbf{x}_i^e) f_1(\mathbf{x}_i^e) & \sum_{i=1}^{NE} f_1(\mathbf{x}_i^e) f_2(\mathbf{x}_i^e) & \dots & \sum_{i=1}^{NE} f_1(\mathbf{x}_i^e) f_{NP}(\mathbf{x}_i^e) \\ \sum_{i=1}^{NE} f_2(\mathbf{x}_i^e) f_1(\mathbf{x}_i^e) & \sum_{i=1}^{NE} f_2(\mathbf{x}_i^e) f_2(\mathbf{x}_i^e) & \dots & \sum_{i=1}^{NE} f_2(\mathbf{x}_i^e) f_{NP}(\mathbf{x}_i^e) \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ \sum_{i=1}^{NE} f_{NP}(\mathbf{x}_i^e) f_1(\mathbf{x}_i^e) & \sum_{i=1}^{NE} f_{NP}(\mathbf{x}_i^e) f_2(\mathbf{x}_i^e) & \dots & \sum_{i=1}^{NE} f_{NP}(\mathbf{x}_i^e) f_{NP}(\mathbf{x}_i^e) \end{bmatrix} \quad (2.11)$$

$$\mathbf{Y}_f = \begin{bmatrix} \sum_{i=1}^{NE} y_i^e f_1(\mathbf{x}_i^e) \\ \sum_{i=1}^{NE} y_i^e f_2(\mathbf{x}_i^e) \\ \dots \\ \sum_{i=1}^{NE} y_i^e f_{NP}(\mathbf{x}_i^e) \end{bmatrix} \quad (2.12)$$

Além disso, as Equações (4.28-31) do Volume I desta série de publicações mostram que a matriz de incertezas paramétricas \mathbf{V}_a e as incertezas de predição do modelo $\hat{\sigma}_y^2$ podem ser dados respectivamente por

$$\mathbf{V}_a = \sigma_y^2 \mathbf{M}^{-1} \quad (2.13)$$

$$\hat{\sigma}_y^2 = \sigma_y^2 \mathbf{B}^T \mathbf{M}^{-1} \mathbf{B} \quad (2.14)$$

onde

$$\mathbf{B} = \begin{bmatrix} f_1(\mathbf{x}) \\ f_2(\mathbf{x}) \\ \dots \\ f_{NP}(\mathbf{x}) \end{bmatrix} \quad (2.15)$$

Dessa maneira, a formulação da Hipótese 2.7 permite definir *a priori* todas as características do problema experimental e torna inequívoca a forma de tratar os dados experimentais obtidos. Mais interessante ainda é observar que as incertezas paramétricas e as incertezas de predição não dependem efetivamente dos valores medidos para as respostas

Ortogonalidade

experimentais nem dos valores estimados para os parâmetros. Dessa forma, definidas as condições de experimentação, é possível saber *a priori* qual é a incerteza paramétrica e a incerteza de predição, uma vez conhecido o erro experimental, que deve ser avaliado a partir das réplicas experimentais. Essa propriedade é surpreendente, pois é possível definir a qualidade da estimação de parâmetros com a Equação (2.13) antes mesmo de realizar os experimentos.

É muito importante perceber que a obtenção das Equações (2.10-15) implica necessariamente na formulação de duas outras hipóteses muito importantes, como discutido ao longo da Seção 4.5 do Volume I desta série de publicações. Essas hipóteses são explicitadas a seguir.

Hipótese 2.8- A Hipótese do Modelo Perfeito. A realidade experimental é reproduzida exatamente pelo modelo. Assim, a resposta do modelo pode ser confundida com o valor médio da resposta experimental esperada para aquela condição particular analisada, $y(\mathbf{x}_i; \boldsymbol{\alpha}) = E\{y_i^e\}$.

Hipótese 2.9- A Hipótese do Experimento Bem Feito. Se o experimento é conduzido de forma apropriada, sem erros grosseiros, a probabilidade de encontrar as respostas experimentais obtidas deve ser máxima.

O conjunto de hipóteses formuladas até aqui não é pequeno e ainda não se definiu de forma apropriada o que é um plano experimental ótimo para o contexto experimental criado. Para que isso seja possível, é ainda necessário definir os efeitos que devem ser analisados e as características intrínsecas que os resultados obtidos devem ter. Para que isso seja possível, é necessário perceber que a matriz de covariâncias paramétricas, definida pela Equação (2.13), aponta o grau de incerteza resultante da interpretação de cada efeito particular analisado sobre a resposta experimental e o grau de interdependência existente entre a análise dos diferentes efeitos individuais. Por exemplo, se

$$\mathbf{V}_a = \begin{bmatrix} \sigma_{11}^2 & \sigma_{12}^2 = \sigma_{21}^2 \\ \sigma_{12}^2 = \sigma_{21}^2 & \sigma_{22}^2 \end{bmatrix} \quad (2.16)$$

então σ_{11}^2 mede a incerteza do parâmetro α_1 e, conseqüentemente, a incerteza sobre a importância do efeito que $f_1(\mathbf{x})$ exerce sobre a resposta experimental y . De forma similar, σ_{22}^2 mede a incerteza do parâmetro α_2 e, conseqüentemente, a incerteza sobre a importância do efeito que $f_2(\mathbf{x})$ exerce sobre a resposta experimental y . Finalmente, $\sigma_{12}^2 = \sigma_{21}^2$ mede o grau de dependência existente entre as incertezas dos parâmetros α_1 e α_2 . Conseqüentemente, $\sigma_{12}^2 = \sigma_{21}^2$ informa como as incertezas existentes sobre os efeitos que α_1 causa sobre a resposta experimental y influenciam a interpretação dos efeitos que α_2 causa sobre essa mesma resposta experimental. Portanto, se o que se deseja é identificar os efeitos e a relevância das variáveis em um certo problema experimental, como colocado na Hipótese 2.2, deseja-se de forma matemática precisa que a matriz de covariâncias dos parâmetros seja diagonal (ou seja, que todas as covariâncias sejam iguais a zero e, portanto, as incertezas a respeito de um efeito particular analisado não perturbe a análise dos demais efeitos) e que os termos da diagonal principal sejam mínimos (ou seja, que as incertezas existentes sobre os efeitos analisados após

a realização dos experimentos sejam os menores possíveis). Em outras palavras, no cenário ideal a ser perseguido, as Equações (2.13) e (2.14) podem ser escritas na forma

$$\mathbf{V}_\alpha = \begin{bmatrix} \sigma_{11}^2 & 0 & \dots & 0 \\ 0 & \sigma_{22}^2 & \dots & 0 \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ 0 & 0 & \dots & \sigma_{NP, NP}^2 \end{bmatrix} \quad (2.17)$$

$$\hat{\sigma}_y^2 = \sum_{i=1}^{NP} \sigma_{ii}^2 [f_i(\mathbf{x})]^2 \quad (2.18)$$

Para que esse ideal seja atingido, segundo a Equação (2.11) é necessário que a matriz \mathbf{M} que contém as medidas dos efeitos sobre a região de experimentação seja também diagonal. Em outras palavras, a independência da análise dos diferentes efeitos só é possível se

$$\sum_{i=1}^{NE} f_j(\mathbf{x}_i^e) f_k(\mathbf{x}_i^e) = 0, \quad \forall j \neq k \quad (2.19)$$

A Equação (2.19) induz a introdução da definição de **ortogonalidade**. Diz-se que um **plano experimental é ortogonal** se a Equação (2.19) é satisfeita para qualquer par de efeitos distintos considerados para a análise e interpretação dos dados experimentais. Consequentemente, pode-se dizer que um plano experimental ortogonal permite a avaliação independente de todos os parâmetros e efeitos do modelo descrito pela Equação (2.9), quando uma técnica padrão de mínimos quadrados é utilizada. A definição de ortogonalidade é muito útil porque permite avaliar *a priori* que conjunto de efeitos pode ser avaliado de forma independente sobre um conjunto de condições experimentais pré-definidas.

Deve ser observado que a condição de ortogonalidade depende de dois fatores fundamentais distintos: a natureza dos efeitos analisados, $f_j(\mathbf{x})$, e os pontos experimentais selecionados, \mathbf{x}_i . Portanto, para que um plano experimental seja ortogonal e, assim, permita a avaliação independente dos efeitos, é necessário escolher de forma apropriada os efeitos e as condições de experimentação. Uma observação muito importante diz respeito à forte restrição imposta pela Equação (2.19) à forma funcional dos efeitos analisados. Para que a Equação (2.19) seja satisfeita, é fundamental que os efeitos investigados possam assumir valores negativos e positivos ao longo da região de experimentação. Mais ainda, é necessário que os efeitos tenham em certas regiões experimentais o mesmo sinal e, em outras regiões, sinais trocados. A Figura 2.4 procura ilustrar o que seria necessário para que um plano experimental fatorial a dois níveis fosse ortogonal. As condições experimentais estão numeradas de forma arbitrária e a bola branca mostra o centro de simetria, em torno do qual o plano foi construído. Para que a Equação (2.19) seja satisfeita, é necessário que:

$$f_j(\mathbf{x}_1) f_k(\mathbf{x}_1) + f_j(\mathbf{x}_2) f_k(\mathbf{x}_2) + f_j(\mathbf{x}_3) f_k(\mathbf{x}_3) + f_j(\mathbf{x}_4) f_k(\mathbf{x}_4) = 0 \quad (2.20)$$

$$\begin{aligned} & f_j(x_{11}, x_{21}) f_k(x_{11}, x_{21}) + f_j(x_{11}, x_{22}) f_k(x_{11}, x_{22}) + \\ & + f_j(x_{12}, x_{21}) f_k(x_{12}, x_{21}) + f_j(x_{12}, x_{22}) f_k(x_{12}, x_{22}) = 0 \end{aligned} \quad (2.21)$$

Ortogonalidade

para um par de efeitos qualquer $f_j(\mathbf{x})$ e $f_k(\mathbf{x})$.

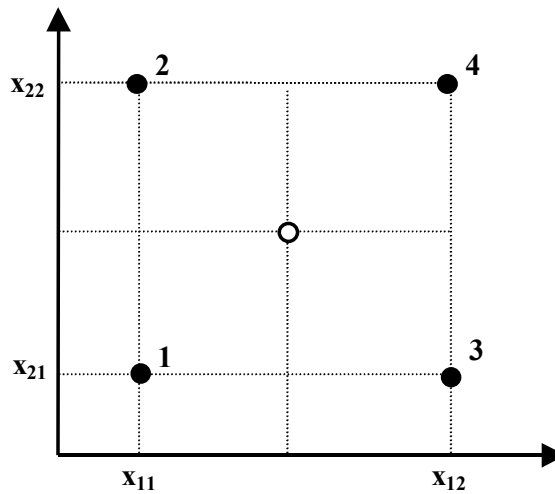


Figura 2.4- Ilustração de um plano fatorial a dois níveis.

Admitamos inicialmente que os efeitos medem efeitos isolados de uma única variável independente do problema. Por exemplo, suponha que

$$f_j(x) = f_j(x_1) \quad ; \quad f_k(x) = f_k(x_2) \quad (2.22)$$

Admitamos ainda que os efeitos apresentam relações de simetria em relação à posição central do eixo de coordenadas na forma

$$f_j(x_{11}) = -f_j(x_{12}) \quad ; \quad f_k(x_{21}) = -f_k(x_{22}) \quad (2.23)$$

ou seja, que os efeitos trocam de sinal ao longo de quaisquer dos eixos de coordenadas. Então,

$$\begin{aligned} & f_j(x_{11}, x_{21}) f_k(x_{11}, x_{21}) + f_j(x_{11}, x_{22}) f_k(x_{11}, x_{22}) + \\ & + f_j(x_{12}, x_{21}) f_k(x_{12}, x_{21}) + f_j(x_{12}, x_{22}) f_k(x_{12}, x_{22}) = \\ & f_j(x_{11}) f_k(x_{21}) + f_j(x_{11}) f_k(x_{22}) + f_j(x_{12}) f_k(x_{21}) + f_j(x_{12}) f_k(x_{22}) = \\ & f_j(x_{11}) f_k(x_{21}) - f_j(x_{11}) f_k(x_{22}) + f_j(x_{12}) f_k(x_{21}) - f_j(x_{12}) f_k(x_{22}) = 0 \end{aligned} \quad (2.24)$$

Portanto, se os efeitos são descritos como funções simples de uma única variável que apresentam simetria em relação à posição central do plano fatorial, a condição de ortogonalidade é automaticamente satisfeita. Nesse caso, todos os parâmetros da Equação (2.9), e portanto todos os efeitos analisados, podem ser estimados de forma independente. Para que a construção desses efeitos possa ser feita de forma simples, é conveniente fazer então uma transformação dos eixos de coordenadas, para fazer com que o ponto central da região de experimentação, que é o ponto de simetria natural do problema, coincida com a origem do eixo de coordenadas. Uma transformação muito simples pode ter a forma

$$z_i = \frac{x_i - \left(\frac{x_i^{máx} + x_i^{mín}}{2} \right)}{\left(\frac{x_i^{máx} - x_i^{mín}}{2} \right)} \quad (2.25)$$

Como ilustrado na Figura 2.5, a transformação dos eixos de coordenadas equivale a transformar a região de experimentação do intervalo $[x_i^{mín}, x_i^{máx}]$ na variável x_i para o intervalo $[-1,+1]$ na variável normalizada z_i . Observe que a transformação dos eixos de coordenadas em nada altera o problema original, pois

$$f_j(z_i) = f_j \left(\frac{x_i - \left(\frac{x_i^{máx} + x_i^{mín}}{2} \right)}{\left(\frac{x_i^{máx} - x_i^{mín}}{2} \right)} \right) = f_j^*(x_i) \quad (2.26)$$

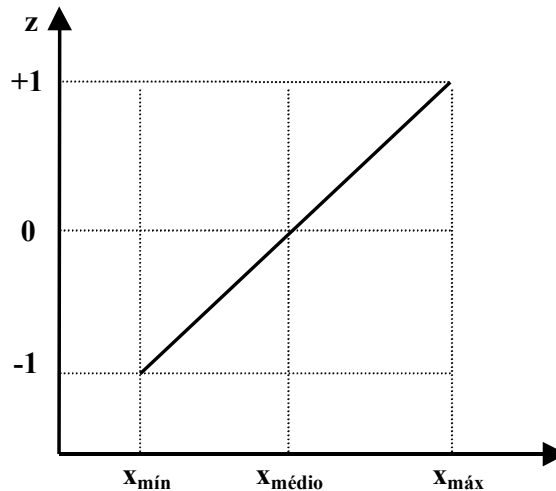


Figura 2.5- Transformação e normalização dos eixos de coordenadas.

A normalização proposta na Equação (2.25) é extremamente útil por muitas razões. Primeiramente, ela permite tratar todas as variáveis experimentais de forma similar, independentemente do sistema métrico utilizado. Portanto, a Equação (2.25) elimina a preocupação com o sistema de unidades, de maneira que todos os parâmetros do modelo matemático de referência, apresentado na Equação (2.9), têm a mesma unidade de medida da resposta experimental. Em segundo lugar, se os efeitos são também normalizados e definidos de forma que

$$f_j(1) = 1 ; f_j(-1) = -1 \quad (2.27)$$

os parâmetros do modelo de referência passam a ser uma medida direta da importância daquele efeito particular na região de experimentação analisada, já que todos os efeitos variam no mesmo intervalo $[-1,+1]$ na região de experimentação. Logo, o efeito que está multiplicado pelo maior valor na Equação (2.9) é o efeito mais importante para explicar os dados

Ortogonalidade

experimentais. Finalmente, a normalização da Equação (2.25) permite definir de forma clara os efeitos que devem ser utilizados para analisar os dados experimentais: são os efeitos que podem ser descritos por **funções ímpares**. Funções ímpares são aquelas que satisfazem a seguinte propriedade:

$$f_j(z) = -f_j(-z) \quad (2.28)$$

Exemplo 2.4- São exemplos convenientes de funções ímpares

$$\begin{aligned} f(z) &= z \\ f(z) &= \text{sen}\left(zk \frac{\pi}{2}\right); \quad k = 1, 2, \dots \\ f(z) &= \text{tgh}(z) = \frac{e^z - e^{-z}}{e^z + e^{-z}} \end{aligned}$$

As funções lineares são muito utilizadas para fins de análise de dados e modelagem, dando origem aos **modelos multi-lineares**. Funções oscilatórias senoidais dão origem a técnicas clássicas de interpretação de dados, constituindo os **modelos de frequência**. As funções hiperbólicas por sua vez são muito utilizadas para a construção de modelos não lineares chamados usualmente de **redes neuronais**.

Qualquer conjunto de efeitos que possa ser descrito por funções ímpares de uma única variável será necessariamente ortogonal sobre um plano experimental fatorial, desde que o modelo matemático de referência da Equação (2.9) seja analisado por técnicas clássicas de mínimos quadrados. Portanto, obtém-se aqui uma importante propriedade dos planos fatoriais:

Propriedade 2.1- Planos fatoriais permitem a observação independente dos efeitos associados ao modelo matemático de referência da Equação (2.9), se os efeitos são funções de uma única variável, se os efeitos podem ser descritos por funções ímpares e se as Hipóteses 2.1 a 2.9 são válidas.

A Propriedade 2.1 é uma propriedade fantástica, pois os modelos mais simples que podem ser construídos, que são os modelos multi-lineares, na forma

$$y^c(\mathbf{z}_i; \boldsymbol{\alpha}) = \sum_{j=1}^{NP} \alpha_j z_{ji} \quad (2.29)$$

satisfazem as condições impostas pela Propriedade 2.1. Logo, é possível ver de forma independente, através dos planos fatoriais, se qualquer das variáveis analisadas no problema tende a provocar aumento ou redução de uma resposta experimental qualquer. A forma da Equação (2.29), no entanto, é muito restritiva, pois não contempla o coeficiente linear independente, normalmente necessário para descrever uma reta. No entanto, admita que todos os efeitos analisados, com exceção de um deles, são funções ímpares de uma única variável. Então, considerando-se em particular esse efeito k , é possível escrever a Equação (2.24) na forma

$$\sum_{i=1}^{NE_1} f_j(\mathbf{z}_i^e) f_k(\mathbf{z}_i^e) + \sum_{i=1}^{NE_2} f_j(\mathbf{z}_i^e) f_k(\mathbf{z}_i^e) + \sum_{i=1}^{NE_3} f_j(\mathbf{z}_i^e) f_k(\mathbf{z}_i^e) = 0, \quad \forall j \neq k \quad (2.30)$$

onde NE_1 é o número de condições onde $f_j(\mathbf{z}_i)$ é positivo, NE_2 é o número de condições onde $f_j(\mathbf{z}_i)$ é identicamente nulo e NE_3 é o número de condições onde $f_j(\mathbf{z}_i)$ é negativo. Como o plano é fatorial e portanto simétrico e uniformemente distribuído sobre a região de experimentação, e como $f_j(\mathbf{z}_i)$ é uma função ímpar, é possível reescrever a Equação (2.30) como:

$$\sum_{i=1}^{NE_1} f_j(\mathbf{z}_i^e) [f_k(\mathbf{z}_i^e) - f_k(-\mathbf{z}_i^e)] = 0, \quad \forall j \neq k \quad (2.31)$$

Portanto, se o efeito adicional $f_k(\mathbf{z}_i)$ é tal que

$$f_k(\mathbf{z}_i^e) = f_k(-\mathbf{z}_i^e) \quad (2.32)$$

ou seja, pode ser descrito por uma função par, então a Equação (2.31) é automaticamente satisfeita e o plano experimental mantém a ortogonalidade. Portanto, a Propriedade 2.1 pode ser escrita na forma:

Propriedade 2.2- Planos fatoriais permitem a observação independente dos efeitos associados ao modelo matemático de referência da Equação (2.9), se os efeitos são funções de uma única variável, se todos os efeitos podem ser descritos por funções ímpares, com exceção eventual de um único efeito, descrito por uma função par, e se as Hipóteses 2.1 a 2.9 são válidas.

Exemplo 2.5- São exemplos convenientes de funções pares

$$\begin{aligned} f(z) &= 1 \\ f(z) &= z^2 \\ f(z) &= \cos\left(zk \frac{\pi}{2}\right); \quad k = 1, 2, \dots \\ f(z) &= \sinh(z) = \frac{e^z - e^{-z}}{2} \end{aligned}$$

Quaisquer dessas funções pode ser convenientemente adicionada ao conjunto de funções ímpares do modelo de referência da Equação (2.9) e ainda assim manter a ortogonalidade do plano experimental.

A Propriedade 2.2 é uma propriedade ainda mais fantástica que a Propriedade 2.1, pois permite que os modelos multi-lineares possam ser estendidos na forma

$$y^e(\mathbf{z}_i; \boldsymbol{\alpha}) = \sum_{j=1}^{NX} \alpha_j z_{ji} + \alpha_{NX+1} \quad (2.33)$$

Ortogonalidade

satisfazendo automaticamente as condições impostas pela Propriedade 2.2. Logo, é possível ver de forma independente, através dos planos fatoriais, se qualquer das variáveis analisadas no problema tende a provocar aumento ou redução de uma resposta experimental qualquer, incluindo o termo independente $\alpha_{N \times +1}$. No entanto, de certa forma as Propriedades 2.1 e 2.2 são bastante restritivas, pois impõem que os efeitos sejam descritos sempre em termos de uma única variável. Admitamos agora, induzido como antes pela Figura 2.4, que a seguinte propriedade de simetria é satisfeita

$$f_j(x_{11}, x_{21}) = -f_j(x_{12}, x_{21}) = -f_j(x_{11}, x_{22}) \quad (2.34)$$

$$f_k(x_{11}) = -f_k(x_{12}) \quad (2.35)$$

ou seja, que o efeito j apresenta simetria em relação a todos os dois eixos de coordenadas que definem o efeito particular avaliado, enquanto o efeito k apresenta simetria em relação a somente um dos eixos ao longo do qual está definido. Nesse caso,

$$\begin{aligned} & f_j(x_{11}, x_{21})f_k(x_{11}, x_{21}) + f_j(x_{11}, x_{22})f_k(x_{11}, x_{22}) + \\ & + f_j(x_{12}, x_{21})f_k(x_{12}, x_{21}) + f_j(x_{12}, x_{22})f_k(x_{12}, x_{22}) = \\ & f_j(x_{11}, x_{21})f_k(x_{11}) - f_j(x_{11}, x_{21})f_k(x_{11}) + \\ & + f_j(x_{11}, x_{21})f_k(x_{11}) - f_j(x_{11}, x_{21})f_k(x_{11}) = 0 \end{aligned} \quad (2.36)$$

satisfazendo automaticamente a condição de ortogonalidade. Portanto, várias variáveis podem ser utilizadas simultaneamente para definir os efeitos analisados, desde que a função resultante possua a propriedade de ser ímpar em relação a cada um dos eixos de coordenadas que a definem.

Propriedade 2.3- Planos fatoriais permitem a observação independente dos efeitos associados ao modelo matemático de referência da Equação (2.9), se os efeitos são funções ímpares de cada uma das variáveis usadas para descrever a forma funcional com exceção eventual de um único efeito, descrito por uma função par, e se as Hipóteses 2.1 a 2.9 são válidas.

Exemplo 2.6- São exemplos convenientes de funções ímpares de várias variáveis

$$\begin{aligned} f(z_1, z_2) &= z_1 z_2 \\ f(z_1, z_2, z_3) &= z_1 z_2 z_3 \\ f(z_1, z_2) &= \text{sen}\left(z_1 k_1 \frac{\pi}{2}\right) \text{sen}\left(z_2 k_2 \frac{\pi}{2}\right) ; \quad k_1, k_2 = 1, 2, \dots \end{aligned}$$

Quaisquer dessas funções pode ser convenientemente adicionada ao conjunto de funções ímpares do modelo de referência da Equação (2.9) e ainda assim manter a ortogonalidade do plano experimental. Como pode ser verificado, funções ímpares de várias variáveis podem ser construídas a partir da multiplicação de funções ímpares de uma única variável.

A Propriedade 2.3 é uma propriedade ainda mais fantástica que a Propriedade 2.2, pois permite que os modelos multi-lineares possam ser estendidos na forma

$$y^c(\mathbf{z}_i; \boldsymbol{\alpha}) = \sum_{j=1}^{NX} \alpha_j z_{ji} + \alpha_{NX+1} + \sum_{j=1}^{NX-1} \sum_{k=j+1}^{NX} \beta_{jk} z_{ji} z_{ki} + \dots \quad (2.37)$$

satisfazendo automaticamente as condições impostas pela Propriedade 2.3. Logo, é possível ver de forma independente, através dos planos fatoriais, se qualquer das variáveis analisadas no problema tende a provocar aumento ou redução de uma resposta experimental qualquer, incluindo o termo independente e componentes não lineares, formadas pelo produto das variáveis normalizadas. Os termos lineares da Equação (2.37) são normalmente chamados de **efeitos principais**, enquanto os efeitos não lineares formados pelo produto de N das variáveis independentes são chamados de **interações de ordem N**. As interações indicam a existência de componentes não lineares no problema experimental investigado, já que a resposta não pode ser descrita como uma simples soma de contribuições individuais, como na Equação (2.33).

Exemplo 2.7- Mostra-se a seguir que a Equação (2.19) é sempre satisfeita em um plano fatorial para efeitos com a forma genérica

$$f_j(\mathbf{z}) = \prod_{m=1}^{NX} z_m^{(0,1)} \quad , \quad f_k(\mathbf{z}) = \prod_{m=1}^{NX} z_m^{(0,1)}$$

onde o termo (0,1) indica que a variável está elevada à potência 0 ou à potência 1. Se todas as variáveis estão elevadas à potência 0, o efeito calculado é o efeito constante $f_j(\mathbf{z}) = 1$. Se todas as variáveis estão elevadas à potência 1, então o efeito analisado é a interação máxima de ordem NX do problema, onde NX é o número total de variáveis independentes analisadas. Como já observado, todos os efeitos analisados, com exceção do efeito constante, são ímpares em relação a quaisquer das variáveis do problema.

A Equação (2.19) diz que

$$\sum_{i=1}^{NE} f_j(\mathbf{z}_i^e) f_k(\mathbf{z}_i^e) = 0$$

Por causa da forma particular com que se constrói o plano fatorial, a Equação (2.19) pode ser escrita na forma

$$\sum_{i_1=1}^{NL_1} \dots \sum_{i_{NX}=1}^{NL_{NX}} f_j(z_{1,i_1} \dots z_{NX,i_{NX}}) f_k(z_{1,i_1} \dots z_{NX,i_{NX}}) = 0$$

onde todas as combinações de níveis são consideradas para cada uma das variáveis independentes. Substituindo os efeitos considerados na soma acima

Ortogonalidade

$$\sum_{i_1=1}^{NL_1} \dots \sum_{i_{NX}=1}^{NL_{NX}} \prod_{m=1}^{NX} z_{m,i_m}^{(0,1,2)} = 0$$

onde ao menos uma das variáveis está elevada à potência 1. Admitindo que todas as variáveis estivessem elevadas à potência 0, então os efeitos considerados nos dois casos j e k teriam que ser o efeito unitário e os efeitos não seriam distintos. Da mesma forma, se todas as variáveis estivessem elevadas à potência 2, então os efeitos considerados nos dois casos j e k teriam que ser a mesma interação e os efeitos não seriam distintos. Portanto, admitamos sem perda de generalidade que a variável NX está elevada à potência 1. Nesse caso,

$$\sum_{i_1=1}^{NL_1} \dots \sum_{i_{NX-1}=1}^{NL_{NX-1}} \prod_{m=1}^{NX-1} z_{m,i_m}^{(0,1,2)} \left(\sum_{i_{NX}=1}^{NL_{NX}} z_{NX,i_{NX}} \right) = 0$$

já que cada uma das combinações das $NX-1$ variáveis deve aparecer multiplicada por cada nível da variável NX . Mas como a distribuição dos níveis é simétrica, o termo entre parênteses é necessariamente igual a zero, resultando na satisfação automática da igualdade. Portanto, qualquer modelo construído como uma soma de interações de ordem igual ou inferior a NX pode ter cada um de seus efeitos determinado de forma independente através de um plano fatorial, respeitadas as Hipóteses 2.1 a 2.9.

Exemplo 2.8- Um plano experimental é proposto para investigar o efeito da concentração e da temperatura sobre uma taxa de reação. A faixa de temperaturas analisada é de 50 a 150 °C, enquanto a faixa de concentrações analisadas é de 0.2 a 1 mol/l. São escolhidos 3 níveis de temperatura e 5 níveis de concentração distintos. A distância mínima que os pontos experimentais devem manter das extremidades deve ser igual a zero. 3 réplicas devem ser feitas para cada condição experimental. O seguinte modelo deve ser utilizado para interpretar os dados experimentais:

$$R = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 z_2 + \alpha_4 z_1 z_2$$

Baseado nessas informações, o plano experimental é formulado como apresentado na Tabela 2.1. Na Tabela 2.1 são também apresentados os resultados experimentais obtidos. Os dados experimentais apresentados foram obtidos através da expressão

$$R = 1000 \exp\left(-\frac{2500}{T + 273.15}\right) C + \varepsilon$$

onde ε é um sinal aleatório, com distribuição normal, média igual a zero e desvio padrão igual a 0.1. As variáveis normalizadas são definidas como

$$z_1 = \frac{T - 100}{50}$$

$$z_2 = \frac{C - 0.6}{0.4}$$

A ordem experimental é definida de forma aleatória.

Inicialmente, faz-se uma análise qualitativa dos resultados. O ordenamento aleatório é ilustrado na Figura 2.5. Vê-se que não parece haver qualquer padrão de formação na seqüência dos dados experimentais, como desejado. Contudo, houve clara concentração de experimentos no nível de concentração igual a 0.8 na parte final da seqüência experimental.

Tabela 2.1- Dados experimentais do Exemplo 2.8.

T (°C)	C (mol/l)	z ₁	z ₂	ordem	ε (mol/l.h)	R ^c =y ^c (mol/l.h)	R ^{exp} =y ^{exp} (mol/l.h)
50	0.20	-1.0	-1.0	9	-0.140	0.087	-0.053
50	0.40	-1.0	-0.5	15	0.154	0.175	0.329
50	0.60	-1.0	0.0	31	-0.115	0.262	0.147
50	0.80	-1.0	0.5	22	-0.095	0.349	0.254
50	1.00	-1.0	1.0	29	-0.130	0.437	0.307
100	0.20	0.0	-1.0	3	0.192	0.246	0.438
100	0.40	0.0	-0.5	36	-0.048	0.493	0.445
100	0.60	0.0	0.0	7	-0.161	0.739	0.578
100	0.80	0.0	0.5	39	-0.374	0.985	0.611
100	1.00	0.0	1.0	1	0.079	1.231	1.310
150	0.20	1.0	-1.0	43	0.074	0.543	0.617
150	0.40	1.0	-0.5	25	0.040	1.087	1.127
150	0.60	1.0	0.0	16	-0.019	1.630	1.611
150	0.80	1.0	0.5	44	0.012	2.174	2.186
150	1.00	1.0	1.0	13	-0.071	2.717	2.646
50	0.20	-1.0	-1.0	30	-0.024	0.087	0.063
50	0.40	-1.0	-0.5	35	-0.014	0.175	0.161
50	0.60	-1.0	0.0	2	-0.024	0.262	0.238
50	0.80	-1.0	0.5	26	0.044	0.349	0.393
50	1.00	-1.0	1.0	20	0.079	0.437	0.516
100	0.20	0.0	-1.0	14	-0.082	0.246	0.164
100	0.40	0.0	-0.5	40	0.055	0.493	0.548
100	0.60	0.0	0.0	12	-0.091	0.739	0.648
100	0.80	0.0	0.5	32	-0.010	0.985	0.975
100	1.00	0.0	1.0	8	-0.134	1.231	1.097
150	0.20	1.0	-1.0	21	0.032	0.543	0.575
150	0.40	1.0	-0.5	5	0.083	1.087	1.170
150	0.60	1.0	0.0	42	-0.062	1.630	1.568
150	0.80	1.0	0.5	33	-0.016	2.174	2.158
150	1.00	1.0	1.0	11	-0.113	2.717	2.604
50	0.20	-1.0	-1.0	27	-0.101	0.087	-0.014
50	0.40	-1.0	-0.5	41	-0.109	0.175	0.066
50	0.60	-1.0	0.0	24	-0.039	0.262	0.223
50	0.80	-1.0	0.5	37	0.046	0.349	0.395
50	1.00	-1.0	1.0	4	-0.167	0.437	0.270

Ortogonalidade

100	0.20	0.0	-1.0	45	0.047	0.246	0.293
100	0.40	0.0	-0.5	17	0.031	0.493	0.524
100	0.60	0.0	0.0	18	0.019	0.739	0.758
100	0.80	0.0	0.5	23	-0.102	0.985	0.883
100	1.00	0.0	1.0	34	0.02	1.231	1.251
150	0.20	1.0	-1.0	10	-0.047	0.543	0.496
150	0.40	1.0	-0.5	28	-0.035	1.087	1.052
150	0.60	1.0	0.0	6	0.053	1.630	1.683
150	0.80	1.0	0.5	38	-0.161	2.174	2.013
150	1.00	1.0	1.0	19	-0.191	2.717	2.526

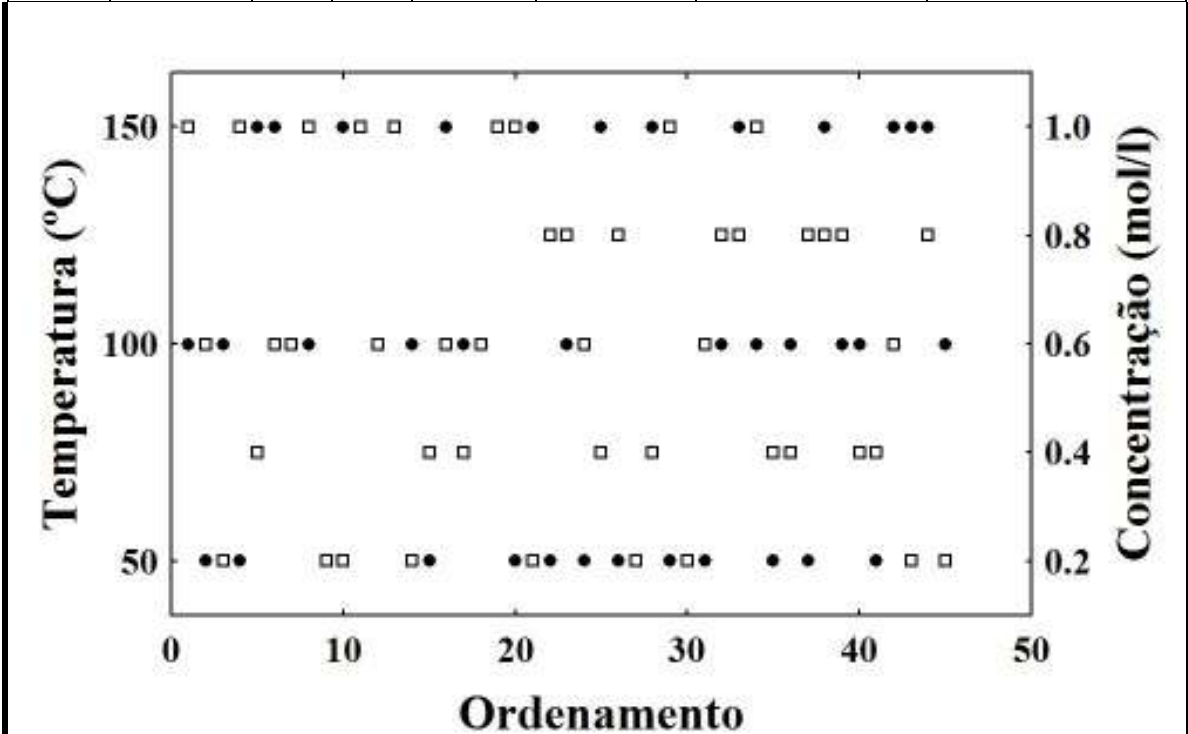


Figura 2.6- Ordenamento experimental no Exemplo 2.6 (temperatura: (●); concentração: (□)).

Para cada nível de temperatura e de concentração calculam-se as médias e variâncias experimentais. Esses resultados são apresentados nas Tabelas 2.2 e 2.3. Observa-se que em ambos os casos tanto as médias quanto as variâncias mudam de nível para nível, considerado o limite de confiança de 95% (conforme discutido no Capítulo 3 do Volume I desta série de publicações). Essa é uma indicação bastante clara de que ambas as variáveis influenciam a resposta experimental e que as fontes de variação mudam de nível para nível, o que pode ocorrer em função da variação dos erros experimentais ou da complexa interação entre as variáveis do problema.

Tabela 2.2- Análise dos dados experimentais do Exemplo 2.8, como função do nível de temperatura.

T	N	ν	\bar{y}	s_y^2	s_y
50	15	14	0.220 ± 0.089	$0.014 < s_y^2 = 0.026 < 0.062$	0.160
100	15	14	0.701 ± 0.188	$0.062 < s_y^2 = 0.115 < 0.287$	0.339

150	15	14	1.602 ± 0.412	$0.296 < s_y^2 = 0.553 < 1.375$	0.743
-----	----	----	-------------------	---------------------------------	-------

Tabela 2.3- Análise dos dados experimentais do Exemplo 2.8, como função do nível de concentração.

C	N	ν	\bar{y}	s_y^2	s_y
0.2	9	8	0.287 ± 0.198	$0.030 < s_y^2 = 0.066 < 0.243$	0.257
0.4	9	8	0.602 ± 0.321	$0.079 < s_y^2 = 0.174 < 0.638$	0.417
0.6	9	8	0.828 ± 0.484	$0.181 < s_y^2 = 0.396 < 1.455$	0.630
0.8	9	8	1.097 ± 0.616	$0.293 < s_y^2 = 0.634 < 2.360$	0.802
1.0	9	8	1.392 ± 0.752	$0.436 < s_y^2 = 0.956 < 3.509$	0.978

Em seguida, para se avaliar o comportamento do erro experimental ao longo das condições experimentais, para cada uma das 15 distintas condições experimentais, foi calculada a variância experimental com as réplicas. Os resultados são apresentados na Tabela 2.4

Tabela 2.4- Flutuações experimentais observadas em cada uma das condições de experimentação.

i	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
N	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
ν	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
T	50	50	50	50	50	100	100	100	100	100	150	150	150	150	150
C	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
$s_y^2 \times 10^3$	3.48	17.7	2.38	6.53	17.6	18.8	2.90	8.23	35.8	12.1	3.77	3.57	3.38	8.62	3.71

Para a comparação das variâncias em cada uma das condições, o teste F para 2 graus de liberdade no numerador e no denominador indica que

$$0.026 < F < 39.0$$

com 95% de confiança. Se a maior variância ($s^2 = 0.0358$ na condição 9) e a menor variância ($s^2 = 0.00238$ na condição 3) da Tabela 2.4 são consideradas, obtém-se o valor de $F = 15.0$, donde se conclui que as flutuações experimentais observadas em cada condição não podem ser consideradas distintas e que a hipótese de que o erro experimental seja uniforme em toda a região de experimentação não pode ser descartada. Assim, os erros experimentais são agrupados em um único valor na forma

$$s_y^2 = \frac{\sum_{i=1}^{15} \nu_i s_i^2}{\sum_{i=1}^{15} \nu_i} = 0.00991$$

com 30 graus de liberdade.

Ortogonalidade

Para comprovar através de um teste estatístico a variância para cada nível de temperatura e de concentração não é apenas resultado do erro experimental, devem ser comparadas as variâncias em cada nível da variável com a variância experimental. Considerando inicialmente as variâncias para cada nível de temperatura, o valor do intervalo de 95 % de confiança da variável F, com 14 graus de liberdade no numerador e 30 graus de liberdade no denominador é definido como:

$$0.367 < F < 2.33$$

Se a maior variância ($s^2=0.553$ na condição $T=150$ °C) da Tabela 2.2 é comparada a variância experimental ($s^2=0.00991$), obtém-se o valor de $F=55.8$, donde se conclui que as flutuações experimentais observadas em cada diferente temperatura não podem ser explicadas somente pelo erro experimental, indicando que as variações induzidas por flutuações de concentração devem ser muito relevantes. De forma similar, o teste é realizado para os níveis de concentração. Considerando 8 graus de liberdade no numerador e 30 graus de liberdade no denominador, o teste F diz que

$$0.257 < F < 2.65$$

com 95% de confiança. Se a maior variância ($s^2=0.957$ na condição $C=1.0$ mol/l) da Tabela 2.3 é comparada a variância experimental ($s^2=0.00991$), obtém-se o valor de $F=96.6$, donde se conclui que as flutuações experimentais observadas em cada diferente nível de concentração não podem ser explicadas somente pelo erro experimental, indicando que as variações induzidas por flutuações de temperatura devem ser muito relevantes.

As Equações (2.10-12) são então usadas para estimar os parâmetros do modelo proposto. Obtém-se os seguintes valores:

$$\mathbf{a}^T = [0.841 \quad 0.691 \quad 0.541 \quad 0.417]$$

O valor final obtido para a função objetivo é

$$F_{Obj} = 0.957$$

Como o número de graus de liberdade do problema de estimação de parâmetros é igual a $NE-NP = 41$, uma medida das flutuações observadas entre modelo e experimento (conforme discutido na Seção 4.5 do Volume I desta série de publicações) pode ser dada por:

$$\hat{\sigma}_y^2 = \frac{F_{Obj}}{\nu} = \frac{0.957}{41} = 0.0233$$

Para 30 graus de liberdade no numerador e 41 graus de liberdade no denominador, o teste F diz que

$$0.499 < F < 1.93$$

com 95% de confiança. Se a variância experimental ($s_y^2=0.00991$) é comparada à variância de predição resultante do problema de estimação de parâmetros ($\hat{\sigma}_y^2=0.0233$), obtém-se o valor de $F = 2.35$, donde se conclui que os erros de predição do modelo não são semelhantes aos erros experimentais e que o modelo não pode ser considerado perfeito, na precisão experimental disponível. Por outro lado, a correlação existente entre os valores calculados e medidos para a resposta experimental é de 0.98, que pode ser considerada forte e indica que o modelo consegue identificar com boa qualidade os efeitos experimentais relacionados ao problema, apesar de não poder ser considerado um modelo perfeito.

Os erros paramétricos, de acordo com a Equação (2.13) podem ser descritos como

$$\mathbf{V}_a = \begin{bmatrix} 5.19 \times 10^{-4} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 7.78 \times 10^{-4} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 10.37 \times 10^{-4} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 15.56 \times 10^{-4} \end{bmatrix}$$

de maneira que os respectivos desvios padrões são iguais a

$$\boldsymbol{\sigma}_a^T = [2.28 \times 10^{-2} \quad 2.79 \times 10^{-2} \quad 3.22 \times 10^{-2} \quad 3.94 \times 10^{-2}]$$

Assim, com limite de confiança de 95%, os parâmetros podem ser apresentados como

$$\mathbf{a}^T = \begin{bmatrix} 0.841 \pm 0.046 \\ 0.691 \pm 0.056 \\ 0.541 \pm 0.065 \\ 0.417 \pm 0.080 \end{bmatrix}$$

de maneira que o modelo fica na forma

$$y = (0.841 \pm 0.046) + (0.691 \pm 0.056)z_1 + (0.541 \pm 0.065)z_2 + (0.417 \pm 0.080)z_1z_2$$

Assim, vê-se claramente que todos os efeitos são significativos e, portanto, devem ser mantidos no modelo. O efeito mais importante é aquele associado à temperatura, que pode ser considerada a variável mais importante do problema. Em segundo lugar, vem o efeito principal causado pela concentração, enquanto a não linearidade resultante da interação de segunda ordem entre temperatura e concentração aparece como o terceiro efeito mais relevante. No entanto, o efeito não linear é bastante forte e comparável aos demais, de maneira que ele não deve ser negligenciado de nenhuma forma.

A Equação (2.14) pode ser usada para calcular os erros de predição do modelo, como função das condições de experimentação, resultando em:

$$\hat{\sigma}_y^2 = 10^{-4} \times (5.19 + 7.78z_1^2 + 10.37z_2^2 + 15.56z_1^2z_2^2)$$

Na Figura 2.7 são apresentados os dados experimentais, as barras de erros horizontais, correspondentes ao erros de predição, e as barras de erros verticais, correspondentes ao erro experimental. As barras de erros correspondem ao intervalo de 95% de confiança. Com o auxílio das barras de erros, pode ser observado na Figura 2.7 que a maioria dos pontos experimentais é bem representada pelo modelo, já que as barras de erros cruzam a linha diagonal. Entretanto, alguns pontos não são bem representados, e o experimentador poderia ficar tentado a eliminar os pontos que não são bem representados pelo modelo, alegando que são *outliers*. Entretanto, este procedimento deve ser feito com cuidado, já que a retirada de pontos experimentais pelo fato de estes não serem bem representados pelo modelo, pode levar a definição de um modelo como sendo bom, quando na verdade ele não o é. Além disso, considerando um intervalo de 95% de confiança, pode ser esperado que do total de 45 pontos experimentais, alguns fiquem fora do intervalo de 95 % de confiança.

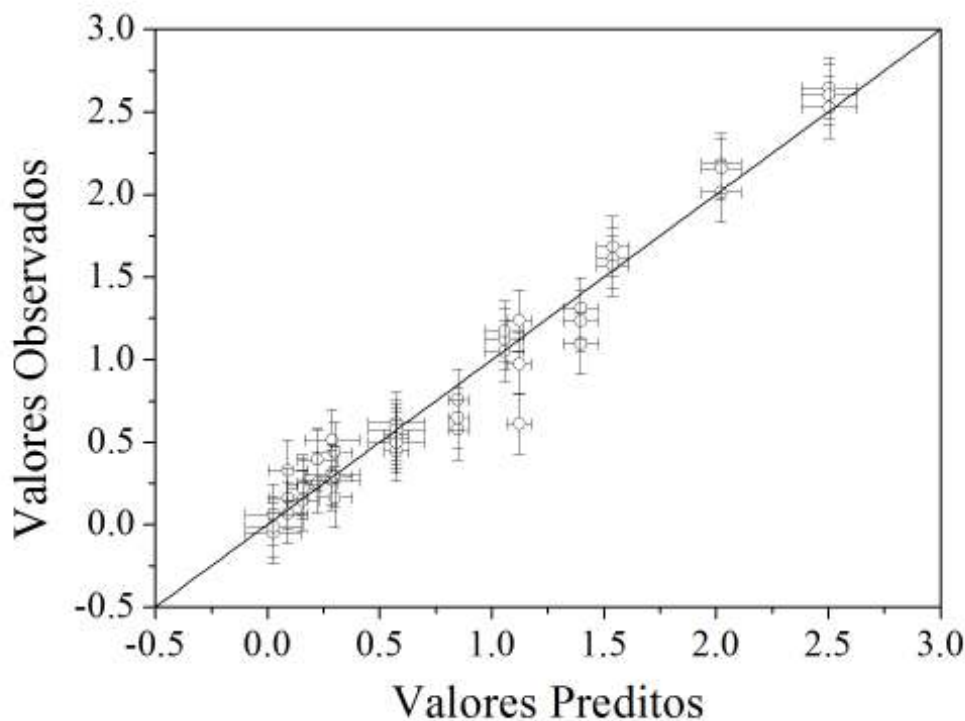


Figura 2.7- Desempenho do modelo proposto para explicação dos dados experimentais da Tabela 2.1.

Os resíduos, diferenças entre os resultados calculados e obtidos experimentalmente, são então comparados à curva normal com a mesma média e variância dos resíduos. Os resultados são apresentados na Figura 2.8. Vê-se que a hipótese de normalidade da distribuição dos resíduos não pode ser descartada. No entanto, um dos pontos observados é forte candidato a *outlier*. Esse ponto é o nono ponto da Tabela 2.1, e deveria ser replicado ou descartado, especialmente porque os outros dois experimentos realizados em condições experimentais semelhantes resultaram em valores muito próximos daqueles previstos pelo modelo.

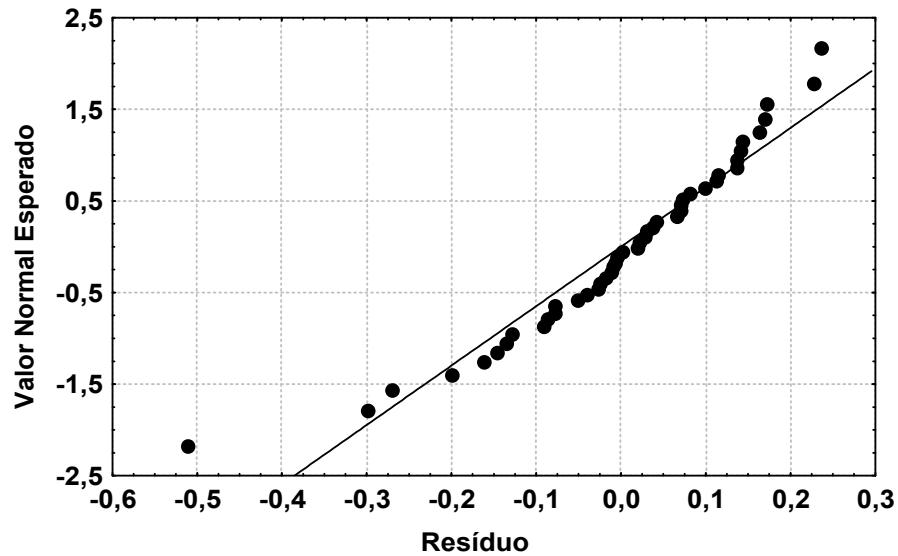


Figura 2.8- Análise da distribuição dos resíduos.

Finalmente, essa análise só pode ser realizada de forma tão direta e clara por causa da ortogonalidade do plano experimental. De acordo com os pontos experimentais planejados, a matriz \mathbf{M} característica das condições de experimentação é

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} 45 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 30 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 22.5 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 15 \end{bmatrix}$$

Exemplo 2.9- Suponha que um plano fatorial é formulado para uma única variável z_1 e que o seguinte modelo deve ser considerado

$$y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 z_1^2$$

Sendo a variável z_1 definida de forma que seus níveis são simétricos, a matriz \mathbf{M} característica das condições de experimentação é

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} NR \sum_{i=1}^{NL} 1 & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i}^2 \\ NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i}^2 & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i}^3 \\ NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i}^2 & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i}^3 & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i}^4 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} NE & 0 & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i}^2 \\ 0 & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i}^2 & 0 \\ NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i}^2 & 0 & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i}^4 \end{bmatrix}$$

que não pode ser diagonalizada, já que a soma de potências pares resulta necessariamente em um número positivo. Isso ilustra por que não se deve introduzir mais de uma função par no

Ortogonalidade

modelo, se os efeitos devem ser identificados de forma independente. Conclui-se que não é possível identificar efeitos quadráticos de forma independente em planos fatoriais. Essa é uma conclusão muito importante e serve de guia para uma série de procedimentos experimentais descritos ao longo das próximas seções.

2.3. A Importância da Ortogonalidade

A ortogonalidade dos planos fatoriais, admitindo-se como válidas as Hipóteses 2.1 a 2.9, é uma propriedade de fundamental importância, pois permite a identificação independente de efeitos experimentais e a realização de uma análise simples e direta dos resultados obtidos. Por isso mesmo, algumas observações importantes devem ser feitas a respeito da ortogonalidade de planos experimentais.

A primeira observação diz respeito ao procedimento de normalização das variáveis experimentais. Deve ficar claro que a normalização proposta pela Equação (2.25) não garante por si só a ortogonalidade. Para isso é necessário que as condições experimentais sejam uniformemente distribuídas sobre a região de experimentação, como proposto pela filosofia de planejamento fatorial.

Exemplo 2.10- Suponha que um plano fatorial é formulado para uma única variável e que o seguinte modelo deve ser considerado

$$y = \alpha_0 + \alpha_1 z_1$$

Nesse caso, a matriz **M** característica das condições de experimentação é

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} NR \sum_{i=1}^{NL} 1 & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} \\ NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i}^2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} NE & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} \\ NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i}^2 \end{bmatrix}$$

Suponha que os níveis de experimentação são definidos na forma

T (°C)	50	70	100	150
z_1	-1	-0.6	0.0	1

onde

$$\boldsymbol{\alpha}^T = \begin{bmatrix} 0.974 \pm 0.326 \\ 0.632 \pm 0.326 \\ 0.638 \pm 0.326 \end{bmatrix}$$

Logo

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} NE & -0.6 NR \\ -0.6 NR & 2.36 NR \end{bmatrix}$$

que não tem a forma diagonal porque os pontos experimentais não estão distribuídos de forma uniforme na região experimental.

A segunda observação diz respeito ao número de réplicas. Deve-se tomar muito cuidado com o número de réplicas planejadas para cada condição de experimentação, pois se o número de réplicas não for uniforme, a condição de ortogonalidade não pode ser garantida.

Exemplo 2.11- Suponha que um plano fatorial é formulado para uma única variável e que o seguinte modelo deve ser considerado

$$y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1$$

Sendo o número de réplicas para cada nível definido como NR_i , onde $i = 1 \dots NL$, a matriz **M** característica das condições de experimentação é

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} \sum_{i=1}^{NL} NR_i & \sum_{i=1}^{NL} NR_i z_{1i} \\ \sum_{i=1}^{NL} NR_i z_{1i} & \sum_{i=1}^{NL} NR_i z_{1i}^2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} NE & \sum_{i=1}^{NL} NR_i z_{1i} \\ \sum_{i=1}^{NL} NR_i z_{1i} & \sum_{i=1}^{NL} NR_i z_{1i}^2 \end{bmatrix}$$

Suponha que os níveis de experimentação e respectivos números de réplicas são definidos na forma

T (°C)	50	70	100	130	150
z_1	-1	-0.6	0.0	0.6	1
NR_i	5	3	3	5	3

onde

$$z_1 = \frac{T - \left(\frac{150 + 50}{2}\right)}{\left(\frac{150 - 50}{2}\right)} = \frac{T - 100}{50}$$

Logo

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} 19 & -0.8 \\ -0.8 & 10.88 \end{bmatrix}$$

que não tem a forma diagonal porque os pontos experimentais não foram replicados de acordo com um padrão simétrico. Se os dados experimentais fossem distribuídos na forma

T (°C)	50	70	100	130	150
z_1	-1	-0.6	0.0	0.6	1
NR_i	5	3	3	3	5

então

Ortogonalidade

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} 19 & 0 \\ 0 & 12.16 \end{bmatrix}$$

Vê-se, portanto, que o padrão de replicação pode ser de fundamental importância para adequada caracterização da ortogonalidade.

É muito importante também perceber que, respeitadas as Hipóteses 2.1 a 2.9, todo projeto fatorial de experimentos é ortogonal. Contudo, a afirmação inversa não é verdadeira; ou seja, nem todo planejamento experimental que apresenta a propriedade de ortogonalidade é necessariamente fatorial. Em particular, é importante observar que a ortogonalidade de um projeto fatorial está diretamente ligada com o modelo matemático usado para a análise. Por exemplo, um plano fatorial será ortogonal quando forem usados modelos na forma das Equações (2.9), (2.33) ou (2.37). Quando são usadas outras formas de modelos matemáticos um plano fatorial não será necessariamente um plano ortogonal.

Exemplo 2.12- Seja o seguinte plano experimental formulado para duas variáveis distintas, a primeira em três níveis e a segunda em quatro níveis, em que cada condição é replicada um mesmo número NR de vezes, para formulação do modelo

$$y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 z_2$$

z_1	0	$-\frac{\sqrt{6}}{2}$	0	$\frac{\sqrt{6}}{2}$
z_2	0	$-\frac{\sqrt{2}}{2}$	$\sqrt{2}$	$-\frac{\sqrt{2}}{2}$

Seja também o seguinte plano experimental formulado para duas variáveis distintas, a primeira em cinco níveis e a segunda em três níveis, em que cada condição é replicada um mesmo número NR de vezes, para identificação do mesmo modelo apresentado anteriormente.

z_1	1	$1/2$	$-1/2$	-1	$-1/2$	$1/2$	0
z_2	0	$\sqrt{3}/2$	$\sqrt{3}/2$	0	$-\sqrt{3}/2$	$-\sqrt{3}/2$	0

Os dois planos experimentais são representados geometricamente na Figura 2.9.

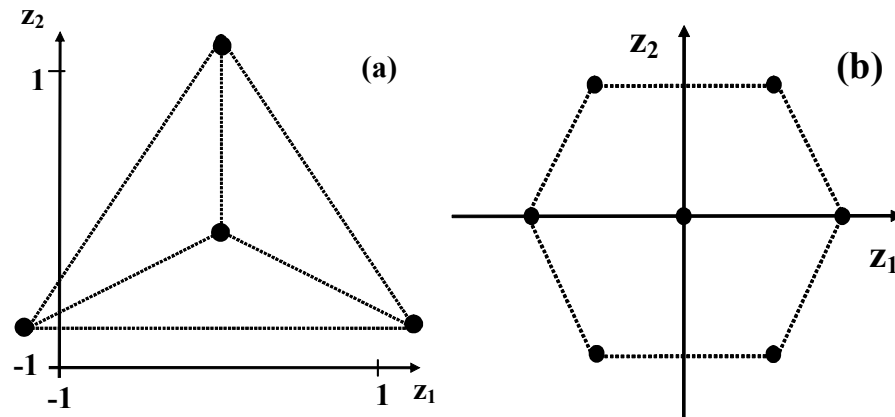


Figura 2.8- Ilustração de planos ortogonais não fatoriais, na forma de um (a) triângulo e de um (b) hexágono.

No primeiro caso, a matriz **M** característica das condições de experimentação tem a forma

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} NR \sum_{i=1}^{NL} 1 & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{2i} \\ NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i}^2 & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} z_{2i} \\ NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} z_{2i} & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{2i}^2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 4 NR & 0 & 0 \\ 0 & 3 NR & 0 \\ 0 & 0 & 3 NR \end{bmatrix}$$

enquanto no segundo caso

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} NR \sum_{i=1}^{NL} 1 & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{2i} \\ NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i}^2 & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} z_{2i} \\ NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{1i} z_{2i} & NR \sum_{i=1}^{NL} z_{2i}^2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 7 NR & 0 & 0 \\ 0 & 3 NR & 0 \\ 0 & 0 & 3 NR \end{bmatrix}$$

Vê-se, portanto, que distribuições simétricas não fatoriais de pontos sobre a região de experimentação podem também resultar em planos experimentais ortogonais.

Finalmente, é muito importante reconhecer que o conceito de ortogonalidade aqui proposto só faz sentido se o contexto em que as Hipóteses 2.1 a 2.9 foram feitas é satisfeito. Portanto, o conceito de ortogonalidade aqui apresentado está intimamente relacionado à idéia de que o modelo é perfeito, de que o experimento é bem feito, de que as variáveis independentes não contêm erro, de que as flutuações experimentais são normais, de que os erros são uniformes na região de experimentação, de que todas as medidas realizadas são

Ortogonalidade

independentes e de que há um modelo descrito por funções ímpares, que será analisado por técnicas convencionais de mínimos quadrados. Nesse contexto, a condição de ortogonalidade dos planos fatoriais garante que os efeitos podem ser avaliados de forma independente pelo experimentador, desde que as réplicas sejam feitas de maneira uniforme. Atendidas essas condições, o plano fatorial pode ser considerado ótimo, pois permite desvendar cada um dos efeitos experimentais de forma independente dos demais. Desobedecida quaisquer dessas condições, nada mais pode ser garantido a respeito da pertinência da análise proposta.

Dentre todas as condições exigidas, aquela que muitas vezes parece ser a mais crítica para o experimentador é a fixação da estrutura matemática usada como referência. O leitor deve perceber que não é possível definir ortogonalidade (e, portanto, a otimalidade dos planos experimentais fatoriais) sem um modelo de referência e sem a definição do conjunto de dados experimentais (veja Exemplo 2.9). Se o modelo é esquecido pelo experimentador, não faz a princípio qualquer sentido usar um plano fatorial nem distingui-lo de um outro plano experimental qualquer. Sem o modelo de referência, o plano fatorial é uma mera distribuição de pontos sobre uma região, sem qualquer propriedade especial que o distinga das demais. Apesar disso, o experimentador não deve se sentir obrigado a utilizar eternamente o modelo definido pela Equação (2.37) apenas porque está executando um plano experimental fatorial. O objetivo principal perseguido pelo experimentador, segundo a Hipótese 2.2, é identificar os efeitos e vínculos entre as variáveis experimentais. Cumprida essa tarefa, como no Exemplo 2.8, o experimentador está livre para formular hipóteses, propor novos modelos e estruturas teóricas, etc. No Exemplo 2.8, por exemplo, foi verificado que a temperatura e a composição influenciam a resposta experimental investigada e que há uma interação não linear relevante entre a temperatura e a concentração. Dessa forma, quando a temperatura e a concentração sobem simultaneamente, a taxa de reação sobe muito mais que a simples soma dos efeitos individuais de cada variável. Identificados os efeitos e vínculos, o experimentador deve estar pronto para ir mais longe, sem se sentir amarrado à Equação (2.37). O céu é o limite!

2.4. A Escolha do Número de Níveis em um Plano Fatorial

Toda a discussão apresentada até aqui justifica o uso dos planos fatoriais como ferramentas para a preparação de planos ortogonais, que permitem a identificação independente de efeitos experimentais. No entanto, não foi possível definir até agora no Algoritmo 2.1 como o pesquisador pode escolher o número apropriado de níveis para cada variável (NL_j), como o pesquisador pode escolher as condições experimentais, uma vez definido o número de níveis, nem quantas réplicas devem ser feitas de cada ponto experimental. Para definir essas questões, é necessário fazer hipóteses adicionais sobre a estrutura do modelo matemático de referência.

Hipótese 2.7a- A estrutura matemática usada como referência tem a forma multilinear

$$y^c(\mathbf{z}; \boldsymbol{\alpha}) = \sum_{j=1}^{NX} \alpha_j z_j + \alpha_{NX+1} \quad (2.38)$$

onde $\mathbf{z}^T = [z_1 \ z_2 \ \dots \ z_{NX}]$ representa o conjunto de variáveis independentes do problema na forma normalizada da Equação (2.25) e $\boldsymbol{\alpha}^T = [\alpha_1 \ \alpha_2 \ \dots \ \alpha_{NX+1}]$ representa o conjunto de parâmetros do modelo.

Embora a Hipótese 2.7a particularize ainda mais a Hipótese 2.7, de maneira que a Equação (2.38) é uma forma muito específica da Equação (2.9), o fato é que quando nada se sabe sobre um problema, em consonância com a Hipótese 2.2, a forma linear não parece uma proposição inicial absurda para interpretação dos dados experimentais do problema. Muito pelo contrário! A Equação (2.38) admite implicitamente que todas as variáveis do problema influenciam a resposta experimental investigada e que a resposta experimental pode ser obtida como uma soma dos efeitos experimentais investigados. Além disso, a Equação (2.38) permite que o investigador responda questões fundamentais para o início de uma investigação experimental. Por exemplo, admita que o parâmetro α_j seja significativo, como no Exemplo 2.11. Então é certo que a variável z_j (e, conseqüentemente, x_j) influencia a resposta experimental. Caso contrário, não se pode dizer que a variável z_j (e, conseqüentemente, x_j) influencie a resposta experimental, sendo bastante razoável começar a pensar se a variável considerada é realmente relevante para o problema experimental investigado. Admita ainda que o parâmetro α_j seja significativo e positivo, como no Exemplo 2.11. Pode-se concluir então que a variável z_j (e, conseqüentemente, x_j) influencia a resposta experimental de forma direta; ou seja, quanto maior o valor de z_j (e, conseqüentemente, de x_j), maior o valor da variável investigada. A conclusão inversa pode ser tirada se o parâmetro α_j é significativo e negativo.

Admita agora que o modelo proposto pela Equação (2.38) não seja capaz de reproduzir satisfatoriamente os dados experimentais. Pode-se concluir que a análise proposta foi equivocada e/ou que o plano experimental não deu certo? É claro que não!!! A falta de compreensão do problema estatístico de planejamento de experimentos e análise de dados é a principal fonte de frustração para aqueles que usam essas ferramentas. O leitor atento já percebeu a essa altura que **o problema de planejamento experimental consiste em fazer hipóteses a priori sobre o comportamento real do sistema investigado, em propor técnicas que permitam a análise das hipóteses formuladas e em validar a posteriori as hipóteses formuladas, com base nos dados experimentais obtidos**. O fato de sermos obrigados a formular hipóteses sobre o comportamento real do sistema e de vermos essas hipóteses negadas pelos experimentos não significam que o plano deu errado. Significam, isso sim, que tínhamos uma visão equivocada sobre o comportamento do sistema e que, portanto, avançamos na compreensão da realidade experimental. **O plano experimental sempre dá certo!!!** Voltando à questão apresentada, se o modelo multilinear é incapaz de descrever a realidade experimental, conclui-se que o sistema responde de forma não linear (ou que o erro experimental é excessivamente grande, como mostrado nos exemplos seguintes). Para quem não sabia nada sobre o problema, essa é uma conclusão de fato muito importante!!! Portanto, a Equação (2.38) pode ser entendida como a mais simples tentativa possível de interpretar a realidade experimental, usada como chute inicial de interpretação. Se o modelo de matemática de referência é incapaz de explicar os dados obtidos, nada impede a formulação de modelos alternativos, que permitam aprofundar a análise experimental. Nesse caso, o ponto de partida não será mais a condição admitida pela Hipótese 2.2, e estratégias de planejamento mais avançadas poderão ser utilizadas para as etapas seguintes. **Enfatiza-se uma vez mais que as técnicas de planejamento experimental são iterativas** e que a incapacidade de compreender esse fato constitui um fator adicional de frustração.

Voltando à questão inicialmente formulada, se o modelo multilinear é tomado como referência inicial do estudo, qual é o **número mínimo** de níveis que deve ser considerado para a análise dos dados experimentais? Tornando a questão ainda mais fácil de ser respondida,

Ortogonalidade

quantos pontos são necessários para construir uma reta? A resposta para ambas as questões é $NL = 2$. Repare que, se o objetivo é minimizar o esforço experimental e utilizar a Equação (2.38) como referência para análise, não parece haver nenhuma razão para que se usem mais do que 2 níveis por variável. Embora essa resposta possa ser questionada por muitos experimentadores mais afeitos ao uso de técnicas heurísticas de planejamento, o fato é que a hipótese de linearidade nos leva naturalmente a obter a resposta $NL = 2$ em bases matemáticas firmes.

É fundamental observar nesse momento que a pergunta formulada no início do parágrafo anterior subverte completamente o ideal estatístico formulado na Seção 1.3. A lógica de pensar no número mínimo de condições necessárias para investigar certos efeitos experimentais contradiz completamente o ideal estatístico de se utilizarem infinitas condições e medidas experimentais para estudar o sistema de interesse. A questão, na forma apresentada, induz o pesquisador a caminhar no sentido contrário do ideal estatístico, no sentido do **custo mínimo da experimentação**. Como sempre na vida real, algo deve ser perdido quando se caminha na direção de minimização do esforço experimental. Nesse caso, uma perda óbvia diz respeito à menor precisão dos parâmetros do modelo, em função do menor número de experimentos. Uma segunda perda, como será mostrado, diz respeito à capacidade de analisar não linearidades. Essa perda já poderia ser esperada, dado que se admitiu explicitamente na Equação (2.38) que o modelo responde de forma linear. Do ponto de vista prático, no entanto, por que seria necessário começar um estudo já admitindo uma relação complexa entre as variáveis, se a Hipótese 2.2 admite que nem mesmo se sabe quem são as variáveis relevantes? Pensar nessas questões e no contexto experimental é fundamental para que o planejamento faça sentido.

Dizer que o número de níveis deve ser igual a 2, no entanto, ainda não é suficiente. É preciso definir os valores ótimos para os níveis. Essa resposta só pode ser respondida se um objetivo claro é estipulado. Esse objetivo é formulado na Hipótese 2.10.

Hipótese 2.10- A seleção dos níveis de experimentação deve permitir a estimação independente dos efeitos experimentais, com máxima precisão.

Embora a Hipótese 2.10 possa parecer óbvia, ela precisa ser explicitada para que seja possível definir de forma inequívoca os procedimentos de experimentação. Admitindo que o conjunto de Hipóteses 2.1 a 2.10 é válido, sendo que o modelo de referência tem a forma particular da Equação (2.38), então é possível escrever a Equação (2.11) na forma

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} \sum_{i=1}^{NE} z_{1i} z_{1i} & \sum_{i=1}^{NE} z_{1i} z_{2i} & \cdots & \sum_{i=1}^{NE} z_{1i} z_{NXi} & \sum_{i=1}^{NE} z_{1i} \\ \sum_{i=1}^{NE} z_{1i} z_{2i} & \sum_{i=1}^{NE} z_{2i} z_{2i} & \cdots & \sum_{i=1}^{NE} z_{2i} z_{NXi} & \sum_{i=1}^{NE} z_{2i} \\ \cdots & \cdots & \cdots & \cdots & \cdots \\ \sum_{i=1}^{NE} z_{NXi} z_{1i} & \sum_{i=1}^{NE} z_{NXi} z_{2i} & \cdots & \sum_{i=1}^{NE} z_{NXi} z_{NXi} & \sum_{i=1}^{NE} z_{NXi} \\ \sum_{i=1}^{NE} z_{1i} & \sum_{i=1}^{NE} z_{2i} & \cdots & \sum_{i=1}^{NE} z_{2i} & \sum_{i=1}^{NE} 1 \end{bmatrix} \quad (2.39)$$

Como o plano é fatorial, em função das propriedades discutidas nas seções anteriores é possível escrever

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} \sum_{i=1}^{NE} z_{1i}^2 & 0 & \dots & 0 & 0 \\ 0 & \sum_{i=1}^{NE} z_{2i}^2 & \dots & 0 & 0 \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ 0 & 0 & \dots & \sum_{i=1}^{NE} z_{Ni}^2 & 0 \\ 0 & 0 & \dots & 0 & NE \end{bmatrix} \quad (2.40)$$

de forma que os efeitos são automaticamente obtidos de forma independente. Para que as incertezas sejam mínimas, segundo a Equação (2.13) os elementos da matriz \mathbf{M} característica do plano experimental devem ser máximos. Como as variáveis normalizadas estão sempre contidas no intervalo $[-1,+1]$, os termos quadráticos da Equação (2.40) são máximos nas extremidades. Logo, se o número mínimo de níveis $NL = 2$ é utilizado para avaliar os efeitos experimentais na forma da Equação (2.38), então os níveis escolhidos devem ser -1 e +1, admitindo-se como válidas as Hipóteses 2.1 a 2.10. O leitor deve perceber que essa escolha tem embasamento matemático profundo e não tem nada de arbitrário. A escolha dos níveis -1 e +1 permite analisar de forma independente e com máxima precisão os efeitos experimentais da Equação (2.38), admitindo-se que o custo experimental deve ser mínimo. Portanto, o leitor deve perceber também que essa escolha pode ser considerada resultante da utilização do bom senso do experimentador.

A escolha dos níveis -1 e +1 é justificada geometricamente na Figura 2.10. Na Figura 2.10 são mostrados dois planos fatoriais a dois níveis para uma única variável. Supõe-se que a resposta é linear e que o modelo é perfeito. Admitindo-se que o conteúdo de incerteza é constante, a Figura 2.10 mostra esquematicamente o conteúdo de incerteza existente em retas construídas a partir de pontos próximos (a) e afastados (b) da região central. Quanto maior a distância do ponto central, pode ser observado que são menores as incertezas existentes a respeito da reta que melhor descreve os pontos experimentais. Não há dúvida de que, na faixa experimental de interesse, as melhores condições de experimentação são as condições extremas.

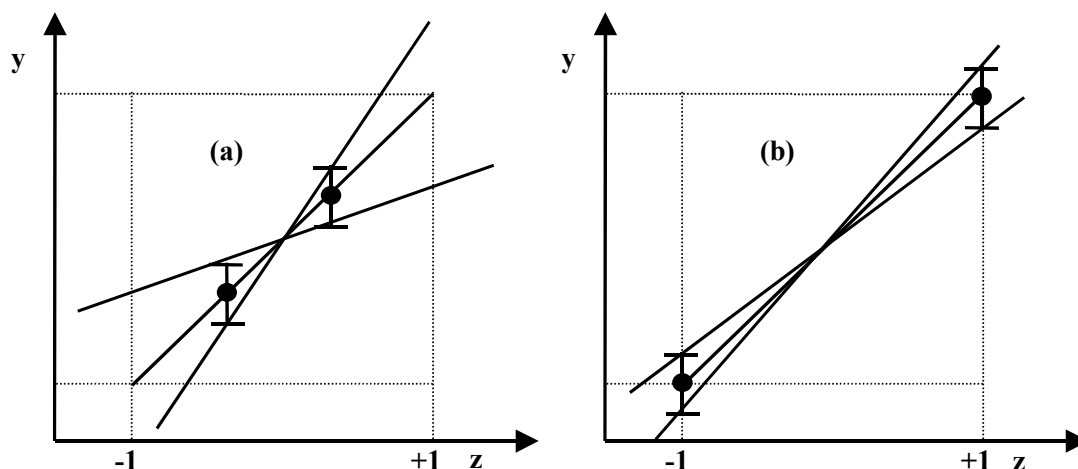


Figura 2.10- Ilustração geométrica para a escolha dos níveis -1 e +1.

Admitamos que, a despeito de toda a discussão apresentada, o experimentador ainda insista em utilizar mais do que dois níveis para a experimentação. Nesse caso, considere os dados apresentados nas Tabelas 2.5 e 2.6. É espantoso observar que, quando uma única variável é considerada, a Tabela 2.5 mostra que o uso de três níveis não resulta em qualquer ganho de precisão no cômputo do efeito da variável independente sobre a resposta experimental. Quando a carga experimental é dobrada para quatro níveis, o ganho percentual obtido é de apenas 11%. Para que a precisão em relação ao cômputo do efeito experimental seja dobrada, é necessário usar 10 níveis; ou seja, quintuplicar o esforço experimental! A Tabela 2.6 mostra, por sua vez, que o uso de três níveis resulta em 50% de ganho na precisão do cômputo dos efeitos das variáveis independentes sobre a resposta experimental. Quando a carga experimental é dobrada para quatro níveis, o ganho percentual obtido é de 122%.

Tabela 2.5- Precisão paramétrica como função do número de níveis para uma única variável.

NL	Níveis	NE	$\sum_{i=1}^{NE} z_{1i}^2$	Ganho Percentual	ϕ
2	-1,1	2 NR	2 NR	0	1
3	-1,0,1	3 NR	2 NR	0	0.66
4	-1,-1/3,1/3,1	4 NR	20/9 NR	11%	0.55
5	-1,-1/2,0,1/2,1	5 NR	5/2 NR	25%	0.50
6	-1,-3/5,-1/5,1/5,3/5,1	6 NR	14/5 NR	40%	0.47
7	-1,-2/3,-1/3,0,1/3,2/3,1	7 NR	28/9 NR	55%	0.44
8	-1,-5/7,-3/7,-1/7,1/7,3/7,5/7,1	8 NR	24/7 NR	71%	0.43
9	-1,-3/4,-2/4,-1/4,0,1/4,2/4,3/4,1	9 NR	15/4 NR	88%	0.42
10	-1,-7/9,-5/9,-3/9,-1/9,1/9,3/9,5/9,7/9,1	10 NR	110/27 NR	104%	0.41

Tabela 2.6- Precisão paramétrica como função do número de níveis para duas variáveis.

NL	Níveis	NE	$\sum_{i=1}^{NE} z_{1i}^2$	Ganho Percentual	ϕ
2	-1,1	4 NR	4 NR	0	1
3	-1,0,1	9 NR	6 NR	50%	0.66

Capítulo 2: Planos Fatoriais e Ortogonalidade

63

4	-1,-1/3,1/3,1	16 NR	80/9 NR	122%	0.55
5	-1,-1/2,0,1/2,1	25 NR	25/2 NR	213%	0.50
6	-1,-3/5,-1/5,1/5,3/5,1	36 NR	84/5 NR	320%	0.47
7	-1,-2/3,-1/3,0,1/3,2/3,1	49 NR	196/9 NR	444%	0.44
8	-1,-5/7,-3/7,-1/7,1/7,3/7,5/7,1	64 NR	192/7 NR	586%	0.43
9	-1,-3/4,-2/4,-1/4,0,1/4,2/4,3/4,1	81 NR	135/4 NR	744%	0.42
10	-1,-7/9,-5/9,-3/9,-1/9,1/9,3/9,5/9,7/9,1	100 NR	1100/27 NR	919%	0.41

Uma leitura apressada das Tabelas 2.5 e 2.6 pode levar à conclusão de que o aumento do número de níveis pode ser recomendado no caso de mais de uma variável independente estar sendo analisada. No entanto, essa leitura é enganosa. Se a eficiência média das condições experimentais usadas para cômputo do efeito linear for definida como

$$\phi_j = \frac{\sum_{i=1}^{NE} z_{ji}^2}{NE} \quad (2.41)$$

conclui-se que nos dois casos as eficiências experimentais são idênticas e caem regularmente com o aumento do número de níveis. Portanto, de forma sistemática, à medida que o número de níveis aumenta, menos informação é agregada à análise dos dados experimentais. No caso da Tabela 2.6, o aumento de 122% da precisão do cômputo dos efeitos é conseguido às custas de um aumento de 300% do custo experimental. Observa-se, portanto, que não há razão aparente que justifique o uso de mais do que dois níveis para o início de um trabalho experimental. Nesse caso muito particular, a Equação (2.5) fica na forma

$$NE = NR 2^{NX} \quad (2.42)$$

enquanto a matriz **M** característica do plano experimental (obtida de acordo com Equação (2.40), considerando somente dois níveis iguais a -1 e +1) fica descrita como

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} NE & 0 & \dots & 0 & 0 \\ 0 & NE & \dots & 0 & 0 \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ 0 & 0 & \dots & NE & 0 \\ 0 & 0 & \dots & 0 & NE \end{bmatrix} \quad (2.43)$$

de maneira que, de acordo com a Equação (2.13), todos os erros paramétricos são iguais e constantes a

$$\sigma_{\alpha_j}^2 = \frac{\sigma_y^2}{NE} = \frac{\sigma_y^2}{NR} 2^{-NX} \quad (2.44)$$

As Tabelas 2.5 e 2.6 e a Equação (2.44) mostram, portanto, que a execução de réplicas experimentais pode ser muito mais relevante para o cômputo preciso dos efeitos lineares da Equação (2.38) do que o aumento do número de níveis. Essa conclusão, que não é nada óbvia,

Ortogonalidade

parece demonstrar uma vez mais a relevância da realização de réplicas nos planos experimentais.

A Equação (2.44) justifica a definição de **planos experimentais balanceados**. Diz-se que um plano experimental é balanceado quando todos os efeitos são obtidos com a mesma precisão. Planos experimentais fatoriais realizados com números de níveis similares para todas as variáveis e com o mesmo número de réplicas para todas as condições de experimentação são balanceados.

E se as não linearidades forem relevantes para o problema experimental, ao contrário do admitido? Nesse caso, como já descrito, o modelo multilinear vai se mostrar inadequado para representar os dados experimentais e as não linearidades deverão ser identificadas. Para que a natureza das não linearidades que podem ser identificadas seja bem caracterizada, é conveniente observar primeiro que, ao longo da região experimental, o valor médio dos efeitos principais pode ser calculado como

$$\bar{z}_j = \frac{\sum_{i=1}^{NE} z_{ji}}{NE} = 0 \quad (2.45)$$

e é identicamente nulo ao longo de um plano fatorial, já que as condições de experimentação são simétricas ao longo de cada uma das direções. Portanto, a covariância entre as medidas experimentais pode ser calculada como

$$\sigma_{z_j, z_k}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{NE} (z_{ji} - \bar{z}_j)(z_{ki} - \bar{z}_k)}{NE - 1} = \frac{\sum_{i=1}^{NE} z_{ji} z_{ki}}{NE - 1} = 0 \quad (2.46)$$

e é identicamente nulo ao longo de um plano fatorial, por causa das condições de ortogonalidade discutidas nas seções anteriores. Isso mostra que as condições de experimentação definidas para cada uma das variáveis são independentes e não podem ser escritas como combinações das condições de experimentação definidas para as demais variáveis. Portanto, os efeitos experimentais são de fato independentes. Exercício semelhante pode ser feito para cada uma das interações não lineares, definidas no Exemplo 2.5 como

$$f_j(\mathbf{z}) = \prod_{m=1}^{NX} z_m^{(0,1)} \quad (2.47)$$

de maneira que cada uma das diferentes interações construídas através da Equação (2.47) mede um efeito experimental independente dos demais. Portanto, **todos os efeitos experimentais construídos na forma das interações de ordem genérica, segundo a Equação (2.47), denotam efeitos experimentais independentes e podem ser incluídos no modelo matemático multilinear da Equação (2.38). Mais ainda, cada um desses efeitos pode ser computado de forma independente a partir de um plano experimental fatorial.** Essa é uma propriedade fantástica, pois permite a óbvia extensão do modelo multilinear da Equação (2.38) para permitir a identificação de interações não lineares entre as variáveis do problema. Por exemplo, resultados obtidos a partir de um plano experimental a dois níveis podem ser interpretados no contexto do modelo de referência

$$y^c(\mathbf{z}; \boldsymbol{\alpha}) = \sum_{j=1}^{NP} \alpha_j \prod_{m=1}^{NX} z_{mi}^{(0,1)} \quad (2.48)$$

Logo, apesar do plano fatorial a dois níveis ter sido concebido para lidar com modelos multilíneares, a quantidade de informação que pode ser extraída desses planos é de fato muito superior ao inicialmente imaginado.

A questão adicional que fica pendente é se todos os efeitos podem ser avaliados simultaneamente a partir de um único plano experimental fatorial a dois níveis. Para que esta questão seja avaliada, é necessário primeiramente avaliar a quantidade de condições experimentais distintas incluídas no plano experimental. Como descrito na Equação (2.42), o número de condições experimentais é dado por 2^{NX} , de maneira que esse também é o número máximo de efeitos que podem ser inseridos na Equação (2.48). O número de efeitos distintos de ordem n , N_n , pode ser dado pelo número de combinações de n variáveis que podem ser feitas a partir de um conjunto de NX variáveis, dado por

$$N_n = \binom{NX}{n} = \frac{NX!}{n!(NX-n)!} \quad (2.49)$$

Portanto, o número total de efeitos que podem ser escritos com a forma da Equação (2.48) pode ser dado por

$$N_T = \sum_{n=0}^{NX} N_n \quad (2.50)$$

A soma da Equação (2.50) pode ser obtida a partir de um princípio muito simples. A regra de expansão binomial de Newton diz que

$$(a+b)^{NX} = \sum_{n=0}^{NX} N_n a^n b^{NX-n} \quad (2.51)$$

Igualando-se a e b ao número 1, conclui-se que

$$(1+1)^{NX} = 2^{NX} = \sum_{n=0}^{NX} N_n \quad (2.52)$$

Há, portanto, 2^{NX} efeitos distintos na forma da Equação (2.47), que é idêntico ao número de condições experimentais distintas de um plano fatorial a 2 níveis. Logo, **todos os efeitos descritos pela Equação (2.48) podem ser identificados simultaneamente e independentemente a partir de um plano fatorial**, mesmo que este possua apenas 2 níveis. Portanto, o plano fatorial a 2 níveis, a despeito de sua simplicidade, permite análise bastante profunda dos dados experimentais.

Exemplo 2.13- Alguns exemplos típicos de modelos que podem ser enquadrados no contexto da Equação (2.48)

Ortogonalidade

$$NX = 1 \Rightarrow y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1$$

$$NX = 2 \Rightarrow y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 z_2 + \alpha_4 z_1 z_2$$

$$NX = 3 \Rightarrow y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 z_2 + \alpha_4 z_3 + \alpha_5 z_1 z_2 + \alpha_6 z_1 z_3 + \alpha_7 z_2 z_3 + \alpha_8 z_1 z_2 z_3$$

$$NX = 4 \Rightarrow y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 z_2 + \alpha_4 z_3 + \alpha_5 z_4 + \alpha_6 z_1 z_2 + \alpha_7 z_1 z_3 + \alpha_8 z_1 z_4 + \alpha_9 z_2 z_3 + \alpha_{10} z_2 z_4 + \alpha_{11} z_3 z_4 + \alpha_{12} z_1 z_2 z_3 + \alpha_{13} z_1 z_2 z_4 + \alpha_{14} z_1 z_3 z_4 + \alpha_{15} z_2 z_3 z_4 + \alpha_{16} z_1 z_2 z_3 z_4$$

Exemplo 2.14- O Exemplo 2.8 é reavaliado aqui, partindo-se de um plano experimental fatorial a dois níveis para investigar o efeito da concentração e da temperatura sobre uma taxa de reação. Como antes, a faixa de temperaturas analisada é de 50 a 150 °C, enquanto a faixa de concentrações analisadas é de 0.2 a 1 mol/l. Devem ser feitas 3 réplicas para cada condição experimental. O seguinte modelo deve ser utilizado inicialmente para interpretar os dados experimentais:

$$R = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 z_2$$

Baseado nessas informações, o plano experimental é formulado como apresentado na Tabela 2.7. Na Tabela 2.7 são também apresentados os resultados experimentais obtidos. Os dados experimentais apresentados foram obtidos através da expressão

$$R = 1000 \exp\left(-\frac{2500}{T + 273.15}\right) C + \varepsilon$$

onde ε é um sinal aleatório, com distribuição normal, média igual a zero e desvio padrão igual a 0.1. As variáveis normalizadas são definidas como

$$z_1 = \frac{T - 100}{50}$$

$$z_2 = \frac{C - 0.6}{0.4}$$

A ordem experimental é definida de forma aleatória.

Tabela 2.7- Dados experimentais do Exemplo 2.14.

T (° C)	C (mol/l)	z ₁	z ₂	ordem	ε (mol/l.h)	R ^c =y ^c (mol/l.h)	R ^{exp} =y ^{exp} (mol/l.h)
50	0.20	-1.0	-1.0	7	-0.039	0.087	0.048
50	1.00	-1.0	1.0	10	0.022	0.437	0.459
150	0.20	1.0	-1.0	2	0.139	0.543	0.682

150	1.00	-1.0	1.0	8	0.051	2.717	2.768
50	0.20	-1.0	-1.0	1	0.112	0.087	0.199
50	1.00	-1.0	1.0	12	0.164	0.437	0.601
150	0.20	1.0	-1.0	5	-0.173	0.543	0.370
150	1.00	-1.0	1.0	9	-0.109	2.717	2.608
50	0.20	-1.0	-1.0	6	0.048	0.087	0.135
50	1.00	-1.0	1.0	3	0.175	0.437	0.612
150	0.20	1.0	-1.0	11	0.035	0.543	0.578
150	1.00	-1.0	1.0	4	-0.090	2.717	2.627

Inicialmente, faz-se uma análise qualitativa dos resultados. Para cada nível de temperatura e de concentração calculam-se as médias e variâncias experimentais. Esses resultados são apresentados nas Tabelas 2.8 e 2.9. Observa-se em ambos os casos que as médias não podem mais ser consideradas distintas a partir do teste t, admitindo-se o limite de confiança de 95%. Esse é um resultado muito importante, quando comparado àquele obtido no Exemplo 2.8. Vê-se que a redução da carga experimental reduziu consideravelmente a capacidade de discriminação dos dados obtidos a partir dos testes estatísticos clássicos, ilustrando a perda de informação resultante da redução do número de níveis no plano experimental. Apesar disso, as variâncias mudam de nível para nível, segundo comparação feita com as faixas de confiança obtidas a partir do teste χ^2 , considerado o limite de confiança de 95%. Essa é uma indicação de que as variáveis provavelmente influenciam a resposta experimental e que as fontes de variação mudam de nível para nível, o que pode ocorrer em função da variação dos erros experimentais ou da complexa interação entre as variáveis do problema. As variações são tão pronunciadas que não é necessário nem mesmo fazer o teste F para perceber as mudanças das variâncias em cada nível. Conclui-se, portanto, que, embora a conclusão não possa ser tomada de forma tão incisiva como no Exemplo 2.8, os testes clássicos indicam que as variáveis experimentais consideradas provavelmente exercem influência sobre a resposta analisada.

Tabela 2.8- Análise dos dados experimentais do Exemplo 2.14, como função do nível de temperatura.

T	N	v	\bar{y}	s_y^2	s_y
50	6	5	0.342 ± 0.258	$0.024 < s_y^2 = 0.060 < 0.364$	0.246
150	6	5	1.606 ± 1.227	$0.533 < s_y^2 = 1.367 < 8.222$	1.169

Tabela 2.9- Análise dos dados experimentais do Exemplo 2.14, como função do nível de concentração.

C	N	v	\bar{y}	s_y^2	s_y
0.2	6	5	0.336 ± 0.266	$0.025 < s_y^2 = 0.064 < 0.387$	0.254
1.0	6	5	1.612 ± 1.216	$0.523 < s_y^2 = 1.342 < 8.078$	1.159

Tabela 2.10- Flutuações experimentais observadas em cada uma das condições de experimentação do Exemplo 2.14.

Ortogonalidade

i	1	2	3	4
N	3	3	3	3
v	2	2	2	2
T	50	50	150	150
C	0.2	1.0	0.2	1.0
$s_y^2 \times 10^3$	5.74	7.28	25.24	7.64

Para cada uma das 4 distintas condições experimentais, foi calculado o erro experimental com as réplicas. Os resultados são apresentados na Tabela 2.10. Para 2 graus de liberdade no numerador e no denominador, o teste F diz que

$$0.026 < F < 39.0$$

com 95% de confiança. Se a maior variância ($s^2=0.02524$ na condição 3) e a menor variância ($s^2=0.00574$ na condição 1) da Tabela 2.10 são consideradas, obtém-se o valor de $F=4.39$, donde se conclui que as flutuações experimentais observadas em cada condição não podem ser consideradas distintas e que a hipótese de que o erro experimental seja uniforme em toda a região de experimentação não pode ser descartada. Assim, os erros experimentais são agrupados em um único valor na forma

$$s_y^2 = \frac{\sum_{i=1}^4 v_i s_i^2}{\sum_{i=1}^4 v_i} = 0.01148$$

com 8 graus de liberdade. Para 5 graus de liberdade no numerador e 8 graus de liberdade no denominador, o teste F diz que

$$0.148 < F < 4.817$$

com 95% de confiança. Se a maior variância ($s^2=1.453$ na condição $T=150$ °C) da Tabela 2.8 é comparada a variância experimental ($s^2=0.01148$), obtém-se o valor de $F=126.6$, donde se conclui que as flutuações experimentais observadas em cada diferente temperatura não podem ser explicadas somente pelo erro experimental, indicando que as variações induzidas por flutuações de concentração devem ser muito relevantes. De forma similar, se a maior variância ($s^2=1.429$ na condição $C=1.0$ mol/l) da Tabela 2.9 é comparada a variância experimental ($s^2=0.01177$), obtém-se o valor de $F=124.5$, donde se conclui que as flutuações experimentais observadas em cada diferente nível de concentração não podem ser explicadas somente pelo erro experimental, indicando que as variações induzidas por flutuações de temperatura devem ser muito relevantes.

As Equações (2.10-13) são então usadas para estimar os parâmetros do modelo proposto. Obtém-se os seguintes valores:

$$\alpha^T = [0.974 \quad 0.632 \quad 0.638]$$

com erros paramétricos descritos como

$$\mathbf{V}_\alpha = \begin{bmatrix} 2.08 \times 10^{-2} & 0 & 0 \\ 0 & 2.08 \times 10^{-2} & 0 \\ 0 & 0 & 2.08 \times 10^{-2} \end{bmatrix}$$

de maneira que os respectivos desvios padrões são iguais a

$$\sigma_\alpha^T = [0.144 \quad 0.144 \quad 0.144]$$

Assim, com limite de confiança de 95%, os parâmetros podem ser apresentados como

$$\alpha^T = \begin{bmatrix} 0.974 \pm 0.326 \\ 0.632 \pm 0.326 \\ 0.638 \pm 0.326 \end{bmatrix}$$

Observa-se, portanto, que os efeitos de ambas as variáveis são significativos e que ambos provocam aumento das respostas experimentais, como de fato descrito na equação que descreve a taxa. No entanto, o ajuste do modelo linear parece muito ruim. Observe que o valor final obtido para a função objetivo é

$$F_{Obj} = 2.246$$

Como o número de graus de liberdade do problema de estimação de parâmetros é igual a $NE-NP = 9$, uma medida das flutuações observadas entre modelo e experimento pode ser dada por

$$\hat{\sigma}_y^2 = \frac{F_{Obj}}{\nu} = \frac{2.246}{9} = 0.250$$

Para 8 graus de liberdade no numerador e 9 graus de liberdade no denominador, o teste F diz que

$$0.230 < F < 4.102$$

com 95% de confiança. Se a variância de predição resultante do problema de estimação de parâmetros ($\hat{\sigma}_y^2=0.250$) é comparada à variância experimental ($s_y^2=0.01148$), obtém-se o valor de $F=21.7$, donde se conclui que os erros de predição do modelo são muito diferentes dos erros experimentais e que o modelo não pode ser considerado perfeito, na precisão experimental disponível. O desempenho do modelo é de fato ruim, como ilustrado na Figura 2.11. Além disso, as barras de erros horizontais correspondem ao erro de predição, calculado com a Equação (2.14), indicam uma baixa precisão do modelo, já que o intervalo de 95% de confiança é muito grande. Por outro lado, a correlação existente entre os valores calculados e medidos para a resposta experimental é de 0.90, que pode ser considerada forte, indicando que o modelo consegue identificar bem os principais efeitos experimentais relacionados ao problema, a despeito do mal desempenho global do ajuste.

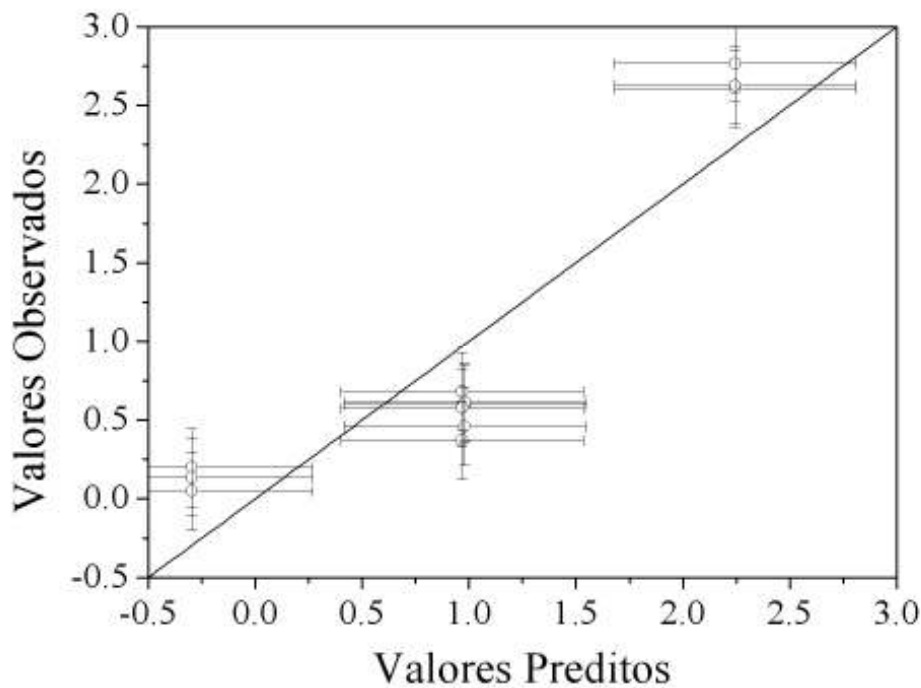


Figura 2.11- Desempenho do modelo linear proposto para explicação dos dados experimentais da Tabela 2.7.

Em função dos resultados obtidos, o modelo de referência é modificado, visando a identificação de possíveis interações existentes entre as variáveis. Nesse caso,

$$R = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 z_2 + \alpha_4 z_1 z_2$$

Os dados experimentais são então analisados à luz do novo modelo de referência. Os resultados obtidos são:

$$\boldsymbol{\alpha}^T = [0.974 \quad 0.631 \quad 0.638 \quad 0.424]$$

$$\mathbf{V}_\alpha = \begin{bmatrix} 9.56 \times 10^{-4} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 9.56 \times 10^{-4} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 9.56 \times 10^{-4} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 9.56 \times 10^{-4} \end{bmatrix}$$

$$\boldsymbol{\sigma}_\alpha^T = [3.1 \times 10^{-2} \quad 3.1 \times 10^{-2} \quad 3.1 \times 10^{-2} \quad 3.1 \times 10^{-2}]$$

$$\mathbf{a}^T = \begin{bmatrix} 0.974 \pm 0.071 \\ 0.631 \pm 0.071 \\ 0.638 \pm 0.071 \\ 0.424 \pm 0.071 \end{bmatrix}$$

Observa-se, portanto, que todos os efeitos considerados são significativos e que todos provocam aumento das respostas experimentais. Como ilustrado na Figura 2.12, a inclusão do efeito de interação, que descreve um efeito não linear entre as duas variáveis do problema, melhora bastante o desempenho do modelo. Comparando com a Figura 2.11, pode ser observada uma grande melhora na precisão do modelo, já que as barras de erro horizontais na Figura 2.12 são bem menores que as apresentadas na Figura 2.11. Portanto, parece que não é possível descartar a existência de interações não lineares entre as variáveis do problema. Observe que, por causa da ortogonalidade do plano experimental, a inclusão do novo efeito no modelo não provoca alteração dos valores anteriormente estimados. Isso decorre da independência dos efeitos experimentais, como discutido ao longo das últimas seções.

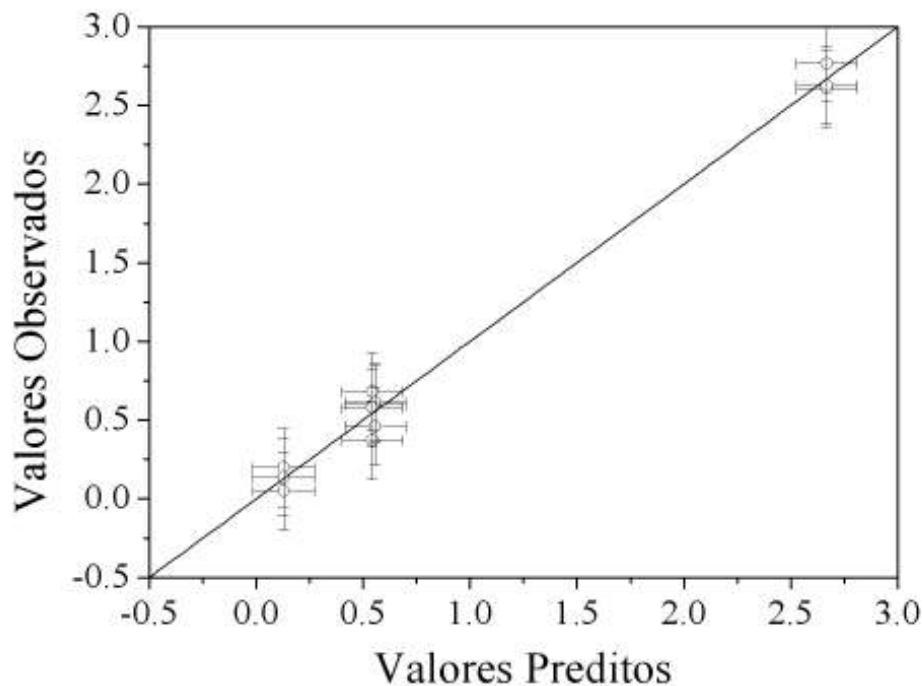


Figura 2.12- Desempenho do modelo não linear proposto para explicação dos dados experimentais da Tabela 2.7.

Nesse caso, o valor final obtido para a função objetivo é

$$F_{Obj} = 0.0918$$

Ortogonalidade

Como o número de graus de liberdade do problema de estimação de parâmetros é igual a $NE-NP = 8$, uma medida das flutuações observadas entre modelo e experimento pode ser dada por

$$\hat{\sigma}_y^2 = \frac{F_{Obj}}{\nu} = \frac{0.0918}{8} = 0.01148$$

Para 8 graus de liberdade no numerador e 8 graus de liberdade no denominador, o teste F diz que

$$0.226 < F < 4.433$$

com 95% de confiança. Se a variância de predição resultante do problema de estimação de parâmetros ($\hat{\sigma}_y^2=0.0148$) é comparada à variância experimental ($s_y^2=0.01147$), obtém-se o valor de $F=1.00$, donde se conclui que os erros de predição do modelo são equivalentes aos erros experimentais e que o modelo pode ser considerado perfeito, na precisão experimental disponível. A correlação existente entre os valores calculados e medidos para a resposta experimental é de 0.996, que pode ser considerada muito forte, indicando que o modelo consegue de fato identificar muito bem os principais efeitos experimentais relacionados ao problema. Assim, vê-se claramente que todos os efeitos são significativos e devem ser mantidos no modelo. É curioso observar que todos os efeitos observados têm aproximadamente o mesmo grau de importância.

Os resíduos, diferenças entre os resultados calculados e obtidos experimentalmente, são então comparados à curva normal com a mesma média e variância dos resíduos. Os resultados são apresentados na Figura 2.13. Vê-se que a hipótese de normalidade da distribuição dos resíduos não pode ser descartada e que não parece haver candidatos a *outliers*.

Finalmente, essa análise só pode ser realizada de forma tão direta e clara por causa da ortogonalidade do plano experimental. De acordo com os pontos experimentais planejados, a matriz **M** característica das condições de experimentação é

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} 12 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 12 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 12 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 12 \end{bmatrix}$$

O leitor deve perceber que o plano fatorial a dois níveis, embora projetado para permitir a identificação e análise de estruturas lineares, resulta de fato em um conjunto de condições experimentais muito mais rico. Nesse exemplo, foram identificados os efeitos lineares e, após análise crítica dos resultados obtidos, observado que a existência de não linearidades não poderia ser descartada. A inclusão do efeito não linear no modelo permite concluir que as variáveis interagem de forma positiva, aumentando ainda mais o efeito de cada uma sobre a resposta experimental. O experimentador agora pode considerar as informações obtidas para tentar construir um modelo teórico para o sistema analisado ou para explorar a região de experimentação, como discutido nos próximos capítulos.

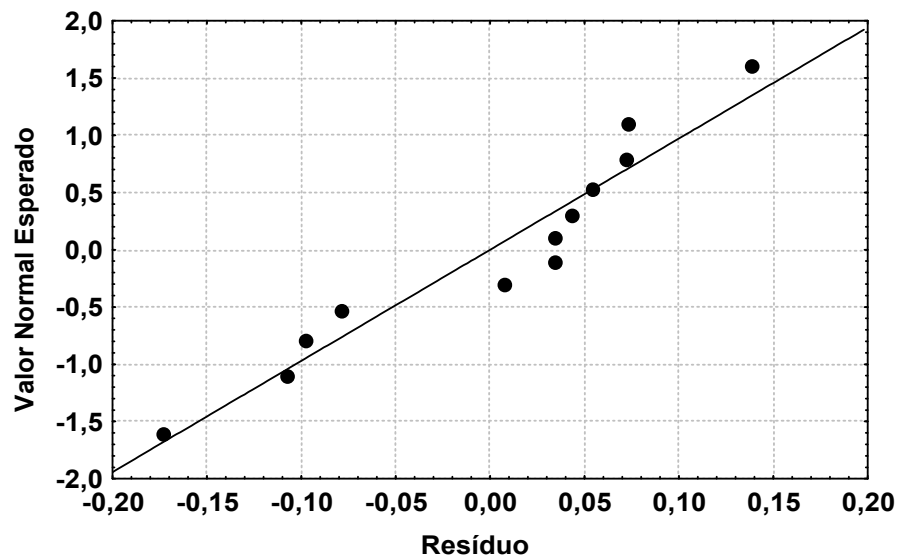


Figura 2.13- Análise da distribuição dos resíduos para o modelo não linear.

O modelo de referência da Equação (2.48) pode ser muito útil para fazer inferências sobre o comportamento do sistema, como ilustrado no Exemplo 2.14, mas é também bastante limitado para alguns fins práticos. Por exemplo, como será discutido no Capítulo 3, muitas vezes temos interesse em identificar a existência de extremos (pontos de máximo e/ou mínimo) na região de experimentação. Para isso, o modelo pode ser usado como ferramenta bastante útil. Contudo, o modelo da Equação (2.48) não apresenta pontos de máximo e/ou mínimo na região de experimentação, independentemente da combinação particular de parâmetros considerada. Segundo a Equação (2.48), o ponto de máximo e/ou mínimo está sempre situado em uma das extremidades da região de experimentação. Portanto, a Equação (2.48) é incapaz de representar a contento sistemas experimentais que apresentam pontos extremos.

Exemplo 2.15- Seja o modelo não linear do Exemplo 2.8.

$$y = 0.841 + 0.691z_1 + 0.541z_2 + 0.417z_1z_2$$

Apesar da simplicidade da equação acima, o seu comportamento não é tão simples, conforme pode ser observado na Figura 2.14. A superfície tem a forma de uma sela, apresentando um ponto (chamado de ponto de sela) onde a função apresenta um máximo e um mínimo, dependendo da direção que se observa.

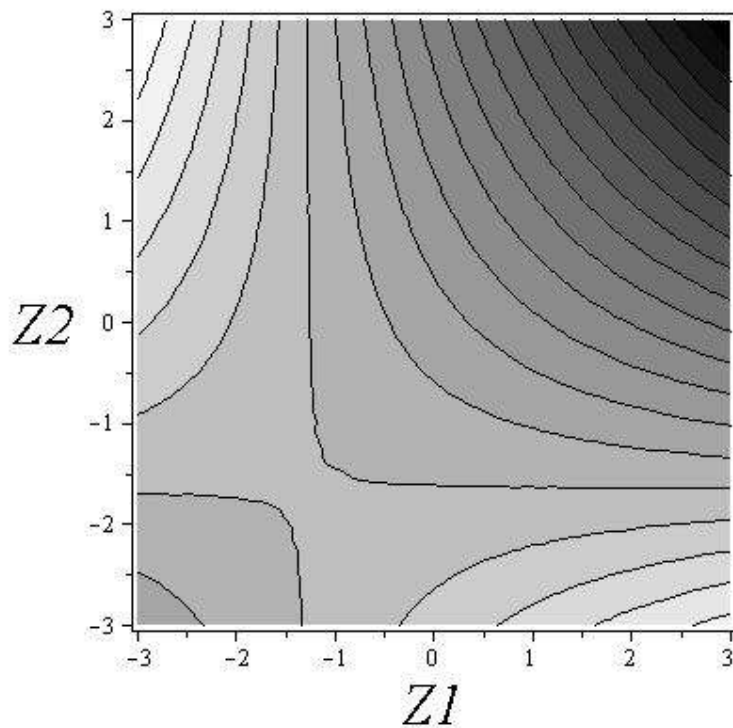


Figura 2.14- Curvas de nível do modelo não linear resultante do Exemplo 2.15.
As regiões escuras indicam o aumento em y .

Para identificar formalmente o comportamento do modelo, as derivadas da resposta y em relação a cada uma das variáveis são calculadas abaixo como

$$\frac{\partial R}{\partial z_1} = 0.691 + 0.417z_2$$

$$\frac{\partial R}{\partial z_2} = 0.541 + 0.417z_1$$

Repare que os pontos onde as derivadas em relação a cada uma das variáveis são iguais a zero indicam que a curva apresenta um ponto extremo, neste caso, um ponto de sela. Assim, os valores de z_1 e z_2 onde as derivadas são nulas são:

$$z_2 = -\frac{0.691}{0.417} = -1.657$$

$$z_1 = -\frac{0.541}{0.417} = -1.297$$

Logo, pode ser definidos quatro quadrantes distintos:

- $z_1 < -1.297$; $z_2 < -1.657$ - a função aumenta indefinidamente com a redução de z_1 e com a redução de z_2 ;
- $z_1 < -1.297$; $z_2 > -1.657$ - a função diminui indefinidamente com a redução de z_1 e com o aumento de z_2 ;

- c) $z_1 > -1.297$; $z_2 < -1.657$ - a função diminui indefinidamente com o aumento de z_1 e com a redução de z_2 ;
- d) $z_1 > -1.297$; $z_2 > -1.657$ - a função aumenta indefinidamente com o aumento de z_1 e com o aumento de z_2 .

Se nos restringirmos à região de experimentação, o máximo da função analisada está situado no extremo $[+1, +1]$, enquanto o mínimo está situado no extremo $[-1, -1]$.

A forma mais simples e intuitiva de permitir que o modelo de referência possa identificar a existência de pontos de máximo e mínimo no sistema experimental é introduzir efeitos quadráticos na estrutura do modelo. Por exemplo, para uma única variável o modelo poderia ter a forma

$$y = \alpha_0 + \alpha_1 z_1 + \alpha_2 z_1^2 \tag{2.53}$$

enquanto para duas variáveis o modelo poderia ter a forma

$$y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 z_2 + \alpha_4 z_1 z_2 + \alpha_5 z_1^2 + \alpha_6 z_2^2 + \alpha_7 z_1^2 z_2 + \alpha_8 z_1 z_2^2 + \alpha_9 z_1^2 z_2^2 \tag{2.54}$$

Contudo, dois fatos importantes precisam ser caracterizados. Em primeiro lugar, em um plano fatorial a dois níveis a inclusão de efeitos quadráticos só é possível com a exclusão de interações ou efeitos lineares, uma vez que a Equação (2.52) mostra que o número de interações de um problema com NX variáveis é igual ao número de condições experimentais geradas com um plano fatorial a dois níveis. Logo, só é possível incluir um efeito adicional no modelo às custas da exclusão de outros. No entanto, é ainda mais importante perceber os resultados apresentados nas Tabelas 2.11 e 2.12.

Tabela 2.11- Efeitos experimentais em um plano fatorial a dois níveis para uma única variável.

Condição	1	z_1	z_1^2
1	+1	-1	+1
2	+1	+1	+1

Tabela 2.12- Efeitos experimentais em um plano fatorial a dois níveis para duas variáveis.

Condição	1	z_1	z_2	$z_1 z_2$	z_1^2	z_2^2	$z_1^2 z_2$	$z_1 z_2^2$	$z_1^2 z_2^2$
1	+1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	-1	+1
2	+1	-1	+1	-1	+1	+1	+1	-1	+1
3	+1	+1	-1	-1	+1	+1	-1	+1	+1
4	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1

A Tabela 2.11 mostra que o efeito quadrático e o efeito constante são linearmente dependentes na região de experimentação, em um plano fatorial a dois níveis para uma única variável. Portanto, esses efeitos não podem ser incluídos simultaneamente no modelo, pois não

Ortogonalidade

há como distingui-los na região de experimentação. Diz-se que esses dois efeitos estão **confundidos** ou que há **confusão dos dois efeitos experimentais**. De forma semelhante, a Tabela 2.12 mostra que os seguintes conjuntos de efeitos estão confundidos: 1, z_1^2 , z_2^2 e $z_1^2 z_2^2$; z_1 e $z_1 z_2^2$; e z_2 e $z_1^2 z_2$. Ou seja, **em um plano fatorial a dois níveis, os efeitos quadráticos estão sempre confundidos com as interações** definidas no modelo da Equação (2.48). Isso é muito fácil de entender, pois o termo quadrático sempre resulta no valor unitário, quando aplicado nas extremidades do plano experimental. Logo, o efeito quadrático de forma genérica $z_1^2 z_2^2 \dots z_n^2 z_{n+1} \dots z_{NX}$ sempre estará confundido com o efeito resultante da eliminação das potências quadradas na forma $z_{n+1} \dots z_{NX}$. Portanto, **os efeitos quadráticos não podem ser identificados a partir de planos experimentais fatoriais a dois níveis**, a não ser que fortíssimas restrições sejam impostas à forma do modelo. Assim, planos experimentais fatoriais a dois níveis não se prestam à identificação de pontos de máximo e/ou mínimo de respostas experimentais. Quando esse é o objetivo, é necessário aumentar o número de níveis do plano experimental. Nesse caso, o número mínimo de níveis necessário para permitir a identificação de concavidades, e consequentemente de pontos de máximo e/ou de mínimo na região de experimentação, é $NL = 3$. As Tabelas 2.13 e 2.14 ilustram esse ponto. Observe que não é mais possível descrever os efeitos quadráticos como combinações lineares dos demais e que a confusão de efeitos é eliminada com a introdução do novo nível de experimentação.

Tabela 2.13- Efeitos experimentais em um plano fatorial a três níveis para uma única variável.

Condição	1	z_1	z_1^2
1	+1	-1	+1
2	+1	0	0
3	+1	+1	+1

Tabela 2.14- Efeitos experimentais em um plano fatorial a três níveis para duas variáveis.

Condição	1	z_1	z_2	$z_1 z_2$	z_1^2	z_2^2	$z_1^2 z_2$	$z_1 z_2^2$	$z_1^2 z_2^2$
1	+1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	-1	+1
2	+1	-1	0	0	+1	0	0	0	0
3	+1	-1	+1	-1	+1	+1	+1	-1	+1
4	+1	0	-1	0	0	+1	0	0	0
5	+1	0	0	0	0	0	0	0	0
6	+1	0	+1	0	0	+1	0	0	0
7	+1	+1	-1	-1	+1	+1	-1	+1	+1
8	+1	+1	0	0	+1	0	0	0	0
9	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1

Os resultados anteriores induzem a proposição do seguinte modelo de referência

$$y^c(\mathbf{z}; \boldsymbol{\alpha}) = \sum_{j=1}^{NP} \alpha_j \prod_{m=1}^{NX} z_{mi}^{(0,1,2)} \quad (2.55)$$

onde o termo entre parênteses indica que a variável pode estar elevada à potência 0, 1 ou 2. Para que seja possível caracterizar se o modelo genérico descrito pela Equação (2.53) pode ser identificado a partir de um plano experimental fatorial a três níveis, é necessário saber quantos são os termos incluídos no modelo e quantas são as condições distintas de experimentação. Para um plano fatorial a três níveis, a Equação (2.5) ganha a forma

$$NE = NR 3^{NX} \quad (2.56)$$

de maneira que o número de condições distintas de experimentação é igual a 3^{NX} . Para calcular o número de termos distintos da Equação (2.53) é necessário fazer todas as combinações possíveis de potências 2, 1 e 0. Se n_2 é o número de potências iguais a 2 e n_1 é o número de potências iguais a 1, então o número de termos distintos N_{n_2, n_1} que contêm n_2 variáveis elevadas ao quadrado e n_1 variáveis lineares é igual a

$$N_{n_2, n_1} = \binom{NX}{n_2} \binom{NX - n_2}{n_1} = \frac{NX!}{n_2! n_1! (NX - n_1)!} \quad (2.57)$$

A Equação (2.57) é obtida fazendo-se primeiramente a combinação de variáveis que estão elevadas ao quadrado (n_2 das NX possíveis) e depois fazendo-se a combinação das variáveis que estão elevadas à potência 1, dentre as $NX - n_2$ variáveis restantes. Portanto, o número total de efeitos que podem ser escritos com a forma da Equação (2.57) pode ser dado por

$$N_T = \sum_{n_2=0}^{NX} \sum_{n_1=0}^{NX-n_2} N_{n_2, n_1} \quad (2.58)$$

A soma da Equação (2.58) pode ser obtida uma vez mais a partir da regra de expansão binomial de Newton, na forma

$$\begin{aligned} (a+b+c)^{NX} &= \sum_{n_2=0}^{NX} \binom{NX}{n_2} a^{n_2} (b+c)^{NX-n_2} = \\ & \sum_{n_2=0}^{NX} \binom{NX}{n_2} a^{n_2} \sum_{n_1=0}^{NX-n_2} \binom{NX-n_2}{n_1} b^{n_1} c^{NX-n_2-n_1} \end{aligned} \quad (2.59)$$

Igualando-se a , b e c ao número 1, conclui-se que

$$(1+1+1)^{NX} = 3^{NX} = \sum_{n_2=0}^{NX} \sum_{n_1=0}^{NX-n_2} N_{n_2, n_1} \quad (2.60)$$

Há, portanto, 3^{NX} efeitos distintos na forma da Equação (2.53), número esse que é idêntico ao número de condições experimentais distintas de um plano fatorial a 3 níveis. Logo, todos os efeitos descritos pela Equação (2.53) podem a princípio ser identificados simultaneamente e a partir de um plano fatorial a 3 níveis, desde que esses efeitos sejam independentes.

Ortogonalidade

Exemplo 2.16- Seja um plano experimental fatorial a três níveis para uma única variável, sendo os níveis iguais a -1, 0 e +1. O modelo é definido como:

$$y = \alpha_0 + \alpha_1 z_1 + \alpha_2 z_1^2$$

Nesse caso, a Tabela 2.13 indica que a matriz \mathbf{M} característica do plano experimental pode ser dada por:

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} NR \sum_{i=1}^3 1^2 & NR \sum_{i=1}^3 z_{1i} & NR \sum_{i=1}^3 z_{1i}^2 \\ NR \sum_{i=1}^3 z_{1i} & NR \sum_{i=1}^3 z_{1i}^2 & NR \sum_{i=1}^3 z_{1i}^3 \\ NR \sum_{i=1}^3 z_{1i}^2 & NR \sum_{i=1}^3 z_{1i}^3 & NR \sum_{i=1}^3 z_{1i}^4 \end{bmatrix} = NR \begin{bmatrix} 3 & 0 & 2 \\ 0 & 2 & 0 \\ 2 & 0 & 2 \end{bmatrix}$$

Desta maneira, a matriz de covariâncias dos parâmetros pode ser escrita como

$$\mathbf{V}_a = \sigma_y^2 \mathbf{M}^{-1} = \frac{\sigma_y^2}{NR} \begin{bmatrix} 1 & 0 & -1 \\ 0 & 0.5 & 0 \\ -1 & 0 & 1.5 \end{bmatrix}$$

Vê-se que o plano experimental não é mais balanceado, pois cada parâmetro é estimado com diferentes níveis de precisão, nem ortogonal, pois a matriz \mathbf{M} não é mais diagonal. As duas propriedades foram perdidas pela inclusão do termo quadrático. Particularmente, a correlação observada entre os parâmetros associados ao termo quadrático e ao termo independente é igual a

$$\rho_{13} = \frac{\sigma_{13}^2}{\sigma_{11} \sigma_{33}} = -\frac{1}{1 \sqrt{\frac{3}{2}}} = -\frac{\sqrt{6}}{3} = -0.82$$

que pode ser considerada de moderada a forte. Portanto, toda vez que ocorrerem flutuações no valor do termo independente, serão observadas flutuações fortes e em sentido contrário do termo quadrático, já que os parâmetros não são independentes.

Para evitar esse problema, causado pelo fato da função quadrática não ser ímpar, como discutido na Seção 2.2, uma solução engenhosa pode ser proposta. Suponha que o efeito quadrático deva ser inserido na forma

$$f_3(z_1) = (z_1^2 - \lambda)$$

onde λ é uma constante qualquer. Suponha agora que a constante λ seja determinada de forma a fazer com que

$$\sum_{i=1}^3 f_3(z_{1i}) = \sum_{i=1}^3 (z_{1i}^2 - \lambda) = \left(\sum_{i=1}^3 z_{1i}^2 \right) - 3\lambda = 2 - 3\lambda = 0$$

Então, $\lambda = 2/3$. Logo, se o modelo quadrático é escrito na forma

$$y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 \left(z_1^2 - \frac{2}{3} \right)$$

a matriz **M** característica do plano experimental ganha a forma

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} NR \sum_{i=1}^3 1^2 & NR \sum_{i=1}^3 z_{1i} & NR \sum_{i=1}^3 \left(z_{1i}^2 - \frac{2}{3} \right) \\ NR \sum_{i=1}^3 z_{1i} & NR \sum_{i=1}^3 z_{1i}^2 & NR \sum_{i=1}^3 \left(z_{1i}^2 - \frac{2}{3} \right) z_{1i} \\ NR \sum_{i=1}^3 \left(z_{1i}^2 - \frac{2}{3} \right) & NR \sum_{i=1}^3 \left(z_{1i}^2 - \frac{2}{3} \right) z_{1i} & NR \sum_{i=1}^3 \left(z_{1i}^2 - \frac{2}{3} \right)^2 \end{bmatrix} = NR \begin{bmatrix} 3 & 0 & 0 \\ 0 & 2 & 0 \\ 0 & 0 & 2/3 \end{bmatrix}$$

$$\mathbf{V}_\alpha = \sigma_y^2 \mathbf{M}^{-1} = \frac{\sigma_y^2}{NR} \begin{bmatrix} 1/3 & 0 & 0 \\ 0 & 0.5 & 0 \\ 0 & 0 & 1.5 \end{bmatrix}$$

Observe que a identificação independente dos parâmetros é possível, embora não balanceada. Observe ainda que o erro cometido na determinação do parâmetro independente diminui bastante, quando se elimina a correlação. Assim, vê-se que a melhor forma de introduzir o efeito quadrático no modelo é através da expressão $f_3(z_1) = (z_1^2 - 2/3)$.

Fica claro com este exemplo que a ortogonalidade de um plano fatorial está intimamente ligada com o modelo matemático que é usado para a interpretação dos efeitos. Além disso, a forma com que o modelo matemático é escrito também influencia a ortogonalidade de um plano, já que a inserção da constante λ não altera a qualidade das predições do modelo; ou seja, é o mesmo modelo apenas reescrito em uma forma **reparametrizada**.

Exemplo 2.17- O Exemplo 2.16 é refeito para um plano fatorial a três níveis para duas variáveis, sendo os níveis iguais a -1, 0 e +1 para as duas variáveis. Para isso, o modelo é escrito na forma:

$$y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 z_2 + \alpha_4 z_1 z_2 + \alpha_5 \left(z_1^2 - \frac{2}{3} \right) + \alpha_6 \left(z_2^2 - \frac{2}{3} \right) + \alpha_7 \left(z_1^2 - \frac{2}{3} \right) z_2 + \alpha_8 z_1 \left(z_2^2 - \frac{2}{3} \right) + \alpha_9 \left(z_1^2 - \frac{2}{3} \right) \left(z_2^2 - \frac{2}{3} \right)$$

Nesse caso, a matriz **M** característica do sistema fica na forma

$$\mathbf{M} = NR \begin{bmatrix} 9 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 4 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{4}{3} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{4}{3} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{4}{9} \end{bmatrix}$$

permitindo a identificação independente de todos os parâmetros do modelo, embora de forma não balanceada. Observe que, à medida que aumenta o número de variáveis relacionadas a um efeito particular e aumenta o grau do efeito, piora a precisão com que pode ser calculado o efeito considerado. Isso ocorre por causa do aumento do número de termos nulos presentes na soma e por causa dos menores valores associados à transformação $f(z_j) = (z_j^2 - 2/3)$.

Se o modelo for escrito na forma tradicional

$$y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 z_2 + \alpha_4 z_1 z_2 + \alpha_5 z_1^2 + \alpha_6 z_2^2 + \alpha_7 z_1^2 z_2 + \alpha_8 z_1 z_2^2 + \alpha_9 z_1^2 z_2^2$$

então a matriz \mathbf{M} característica do sistema fica na forma

$$\mathbf{M} = NR \begin{bmatrix} 9 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 4 & 0 \\ 0 & 0 & 6 & 0 & 0 & 0 & 4 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 4 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 6 & 0 & 0 & 0 & 4 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 6 & 0 & 0 & 4 \\ 0 & 0 & 4 & 0 & 0 & 0 & 4 & 0 & 0 \\ 0 & 4 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 4 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 4 & 4 & 0 & 0 & 4 \end{bmatrix}$$

não permitindo avaliação independente de vários efeitos. Assim, parece bastante claro que a forma sugerida pelo Exemplo 2.16 é a melhor maneira de introduzir o efeito quadrático no modelo.

Na forma proposta pelo Exemplo 2.16, é muito fácil mostrar que todos os efeitos são de fato independentes. Primeiramente é preciso lembrar que os efeitos são multiplicativos em cada variável. Dessa forma, é possível escrever para um plano fatorial a três níveis

$$\sum_{i=1}^{NE} f(z_{1i}) g(z_{2i}, z_{3i}, \dots, z_{NXi}) = \sum_{i_1=1}^3 \sum_{i_2=1}^3 \dots \sum_{i_{NX}=1}^3 f(z_{1i_1}) g(z_{2i_2}, z_{3i_3}, \dots, z_{NXi_{NX}}) =$$

$$\sum_{i_1=1}^3 f(z_{1i_1}) \sum_{i_2=1}^3 \dots \sum_{i_{NX}=1}^3 g(z_{2i_2}, z_{3i_3}, \dots, z_{NXi_{NX}}) = 0 \quad (2.61)$$

onde z_1 é uma variável genérica que se analisa e que está presente no efeito. Em segundo lugar, é preciso perceber da Equação (2.11) que a função $f(z_1)$ aparecerá na matriz \mathbf{M} na forma de produtos de efeitos onde z_1 está elevado às potências 1 e 0 respectivamente

$$f(z_1) = z_1 \Rightarrow \sum_{i=1}^3 z_{1i} = -1 + 0 + 1 = 0 \quad (2.62a)$$

na forma de produtos de efeitos onde z_1 está elevado às potências 1 e 1 respectivamente

$$f(z_1) = z_1^2 \Rightarrow \sum_{i=1}^3 z_{1i}^2 = +1 + 0 + 1 = 2 \quad (2.62b)$$

na forma de produtos de efeitos onde z_1 está elevado às potências 2 e 0 respectivamente

$$f(z_1) = \left(z_1^2 - \frac{2}{3}\right) \Rightarrow \sum_{i=1}^3 \left(z_{1i}^2 - \frac{2}{3}\right) = +\frac{1}{3} - \frac{2}{3} + \frac{1}{3} = 0 \quad (2.62c)$$

na forma de produtos de efeitos onde z_1 está elevado às potências 2 e 1 respectivamente

$$f(z_1) = \left(z_1^2 - \frac{2}{3}\right) z_1 \Rightarrow \sum_{i=1}^3 \left(z_{1i}^2 - \frac{2}{3}\right) z_{1i} = -\frac{1}{3} + 0 + \frac{1}{3} = 0 \quad (2.62d)$$

ou na forma de produtos de efeitos onde z_1 está elevado às potências 2 e 2 respectivamente

$$f(z_1) = \left(z_1^2 - \frac{2}{3}\right)^2 \Rightarrow \sum_{i=1}^3 \left(z_{1i}^2 - \frac{2}{3}\right)^2 = +\frac{1}{9} + \frac{4}{9} + \frac{1}{9} = \frac{6}{9} \quad (2.62e)$$

Para garantir a ortogonalidade da matriz \mathbf{M} é necessário analisar as Equações (2.62b) e (2.62e). Repare que a variável z_1 escolhida como base para a análise é qualquer uma das variáveis do problema. Portanto, a menos que todas as variáveis satisfaçam as Equações (2.62b) ou (2.62e), algumas das outras variáveis satisfazem uma das demais condições (2.62a), (2.62c) ou (2.62d). Se todas as variáveis satisfazem simultaneamente as Equações (2.62b) ou (2.62e), é porque os efeitos são os mesmos e estão na diagonal principal. Logo, não deveriam mesmo ser iguais a zero. Portanto, se o efeito quadrático é introduzido na forma

$$f(z) = \left(z^2 - \frac{2}{3}\right) \quad (2.63)$$

Ortogonalidade

então o plano experimental fatorial a três níveis é ortogonal e permite a identificação simultânea e independente de todos os efeitos quadráticos da Equação

$$y^c(\mathbf{z}; \boldsymbol{\alpha}) = \sum_{j=1}^{NP} \alpha_j \prod_{m=1}^{NX} f_m(z_m), \quad f_m(z_m) = \begin{cases} 1 \\ z_m \\ (z_m^2 - 2/3) \end{cases} \quad (2.64)$$

Nos exemplos apresentados acima, tem sido implicitamente admitido que os níveis adequados são os níveis -1, 0 e +1. Para mostrar que esses são de fato os níveis mais adequados para a experimentação, é preciso reconhecer inicialmente que, por conta da filosofia fatorial de experimentação, o 0 tem que fazer parte do conjunto; caso contrário, não é possível distribuir os demais pontos de forma simétrica. Pela mesma razão, os dois pontos adicionais têm que ser simétricos em relação ao zero. Fazendo uso da Hipótese 2.10 e procurando maximizar os termos da matriz \mathbf{M} característica do sistema, encontra-se que o melhor conjunto adicional de pontos é constituído pelas extremidades da região de experimentação.

Resumindo então as principais conclusões obtidas ao longo dessa seção:

- a) Em problemas em que se busca a identificação dos efeitos principais causados por certas variáveis independentes sobre uma resposta, não há qualquer razão que justifique o uso de mais do que dois níveis de experimentação, dado que a eficiência experimental cai muito com o acréscimo do número de níveis. Nesse caso, usando as variáveis normalizadas, os níveis devem ser constituídos pelo par -1 e +1. O plano fatorial permite então a identificação independente de todos os efeitos principais e todas as interações existentes entre as variáveis independentes analisadas, com a maior precisão paramétrica possível para o conjunto de experimentos realizados;
- b) Em problemas em que se busca a identificação simultânea dos efeitos quadráticos, para fins de identificação de pontos de máximo e/ou de mínimo no interior da região experimental, o uso de apenas dois níveis de experimentação é insuficiente. Nesse caso, devem ser usados três níveis distintos, sendo que os valores ótimos para identificação simultânea e independente de todos os efeitos quadráticos são os níveis -1, 0 e +1. O efeito quadrático deve ser introduzido na forma da Equação (2.64), para que se garanta a ortogonalidade do plano experimental. Dessa forma, garante-se também que os erros paramétricos são mínimos para o conjunto de experimentos realizados.

Exemplo 2.18- No Exemplo 2.16 analisa-se um plano experimental fatorial a três níveis para uma única variável. Admite-se aqui que os três níveis são desconhecidos e iguais a $-\lambda$, 0 e λ e que o modelo usado para representar os dados é o definido como:

$$y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 \left(z_1^2 - \frac{2}{3} \right)$$

A matriz \mathbf{M} característica do plano experimental pode então ser dada por:

$$\mathbf{M} = NR \begin{bmatrix} 3 & 0 & 0 \\ 0 & 2\lambda^2 & 0 \\ 0 & 0 & 2(\lambda^2 - 2/3)^2 + 4/9 \end{bmatrix} = NR \begin{bmatrix} 3 & 0 & 0 \\ 0 & M_{22} & 0 \\ 0 & 0 & M_{33} \end{bmatrix}$$

É conveniente e ilustrativo ver como os termos da diagonal principal de **M** dependem dos valores escolhidos para o nível. Vê-se na Figura 2.15 que o valor de M_{33} inicialmente diminui com o aumento de λ , indicando que a precisão do cálculo do efeito quadrático diminui à medida que λ aumenta. Existe um ponto de mínimo exatamente no valor $\lambda^2 = 2/3$, havendo depois aumento continuado de M_{33} e da precisão do termo quadrático. Embora uma análise precipitada do problema pareça sugerir que o ponto de ótimo deve ser um nível tão próximo quanto possível do centro, a Figura 2.15 mostra também que a precisão dos termos lineares cai continuamente, à medida que se aproxima do centro e M_{22} se aproxima do zero. Portanto, os efeitos quadrático e linear parecem indicar a utilização de níveis distintos de experimentação.

A Figura 2.16 mostra como variam o produto $M_{22} \cdot M_{33}$ e a soma $M_{22} + M_{33}$. Observe que ambos os valores são máximos nas extremidades da região de experimentação. Como será discutido no Capítulo 4, o produto $M_{22} \cdot M_{33}$ tem relação com o volume da região de confiança. Quanto maior esse valor, menores as dimensões da região de incertezas dos parâmetros. A soma $M_{22} + M_{33}$ tem relação com os comprimentos dos eixos da região de incerteza. Quanto maior esse valor, menores os eixos da região de incerteza onde se encontram os parâmetros. Portanto, não há dúvida de que os níveis -1, 0 e +1 constituem a melhor solução de compromisso para estimação simultânea de todos os efeitos da Equação (2.64).

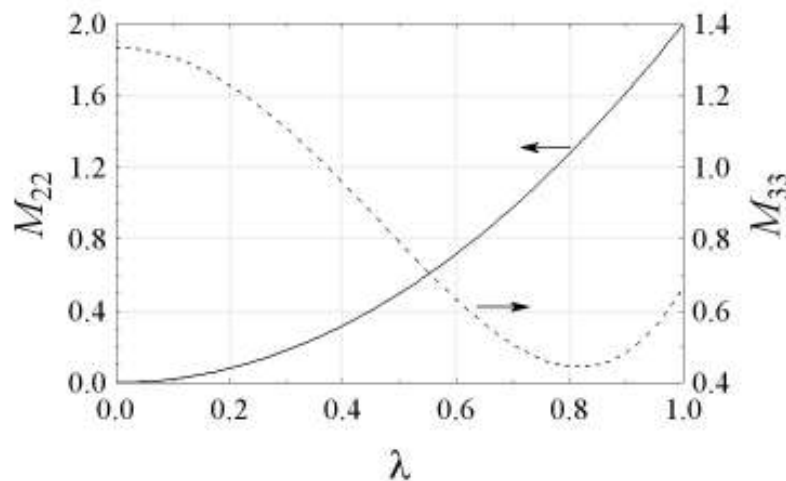


Figura 2.15- Efeito do nível escolhido sobre os valores de **M**.

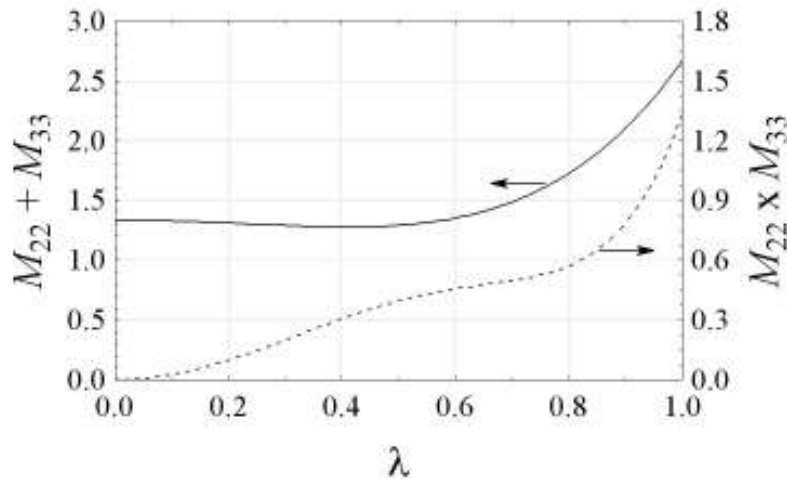


Figura 2.16- Efeito do nível escolhido sobre propriedades de M.

Exemplo 2.19- Um plano experimental a três níveis é formulado para identificar pontos de máxima atividade enzimática em um problema de interesse biotecnológico. O experimento consiste em medir a quantidade de material (substrato) transformado em produto em um certo intervalo de tempo padrão, utilizando para isso quantidades padrões de substrato e enzima. As medidas são feitas a diferentes temperaturas (na faixa de 35 a 45 °C) e a diferentes pHs (na faixa de 6 a 8). As respostas são expressas como gramas de produto produzido por um miligrama de enzima em uma hora (g / mg h).

As variáveis normalizadas são definidas como

$$z_1 = \frac{T - 40}{5} \quad ; \quad z_2 = \frac{pH - 7}{1}$$

O plano experimental e os resultados obtidos são apresentados na Tabela 2.15. Os experimentos são ordenados de forma aleatória.

Tabela 2.15- Dados experimentais do Exemplo 2.19.

T (° C)	pH	z_1	z_2	ordem	Atividade (g / mg h)
35	6	-1.0	-1.0	16	0.116
35	7	-1.0	0.0	6	0.003
35	8	-1.0	1.0	15	0.233
40	6	0.0	-1.0	8	2.387
40	7	0.0	0.0	13	2.579
40	8	0.0	1.0	26	2.515
45	6	1.0	-1.0	3	-0.255
45	7	1.0	0.0	19	-0.071
45	8	1.0	1.0	24	0.201
35	6	-1.0	-1.0	1	0.137
35	7	-1.0	0.0	18	-0.100

35	8	-1.0	1.0	7	0.572
40	6	0.0	-1.0	21	2.478
40	7	0.0	0.0	10	2.747
40	8	0.0	1.0	25	2.654
45	6	1.0	-1.0	4	0.017
45	7	1.0	0.0	12	-0.075
45	8	1.0	1.0	22	-0.042
35	6	-1.0	-1.0	14	-0.169
35	7	-1.0	0.0	27	-0.003
35	8	-1.0	1.0	2	0.264
40	6	0.0	-1.0	17	2.233
40	7	0.0	0.0	9	2.884
40	8	0.0	1.0	23	2.797
45	6	1.0	-1.0	5	-0.121
45	7	1.0	0.0	20	0.059
45	8	1.0	1.0	11	-0.011

Inicialmente, faz-se uma análise qualitativa dos resultados. Para cada nível de temperatura e de pH calculam-se as médias e variâncias experimentais. Esses resultados são apresentados nas Tabelas 2.16 e 2.17. Observa-se na Tabela 2.16 que as médias parecem mudar significativamente com o nível de temperatura, mas também que as variâncias são pequenas e aparentemente uniformes, admitindo-se o limite de confiança de 95%. Na Tabela 2.17 observa-se que nem as médias nem as variâncias podem ser consideradas distintas nos diferentes níveis de pH, admitindo-se o limite de confiança de 95%. Esses resultados parecem indicar que a temperatura é a principal variável do problema e que o pH exerce influência pouco significativa sobre a atividade enzimática. É particularmente relevante notar que as variâncias induzidas pelas flutuações de temperatura nos diferentes níveis de pH são muito maiores e significativamente diferentes das variâncias induzidas pela flutuação do pH nos diferentes níveis de temperatura.

Tabela 2.16- Análise dos dados experimentais do Exemplo 2.19, como função do nível de temperatura.

T	N	v	\bar{y}	s_y^2	s_y
35	9	8	0.117 ± 0.172	$0.023 < s_y^2 = 0.0498 < 0.183$	0.223
40	9	8	2.586 ± 0.160	$0.020 < s_y^2 = 0.0431 < 0.158$	0.208
45	9	8	-0.033 ± 0.097	$0.007 < s_y^2 = 0.0158 < 0.058$	0.126

Tabela 2.17- Análise dos dados experimentais do Exemplo 2.19, como função do nível de pH.

pH	N	v	\bar{y}	s_y^2	s_y
6	9	8	0.758 ± 0.933	$0.673 < s_y^2 = 1.474 < 5.410$	1.214
7	9	8	0.892 ± 1.066	$0.878 < s_y^2 = 1.924 < 7.059$	1.387
8	9	8	1.020 ± 0.954	$0.702 < s_y^2 = 1.539 < 5.650$	1.241

Tabela 2.18- Flutuações experimentais observadas em cada uma das condições de experimentação do Exemplo 2.19.

i	1	2	3	4	5	6	7	8	9
N	3	3	3	3	3	3	3	3	3
v	2	2	2	2	2	2	2	2	2
T	35	35	35	40	40	40	45	45	45
pH	6	7	8	6	7	8	6	7	8
$s_y^2 \times 10^3$	29.2	3.34	35.1	15.3	23.3	19.9	18.5	5.81	17.5

Para cada uma das 9 distintas condições experimentais, foi calculado o erro experimental com as réplicas. Os resultados são apresentados na Tabela 2.18. Para 2 graus de liberdade no numerador e no denominador, o teste F diz que

$$0.026 < F < 39.0$$

com 95% de confiança. Se a maior variância ($s^2=0.0351$ na condição 3) e a menor variância ($s^2=0.00334$ na condição 2) da Tabela 2.18 são consideradas, obtém-se o valor de $F=10.5$, donde se conclui que as flutuações experimentais observadas em cada condição não podem ser consideradas distintas e que a hipótese de que o erro experimental seja uniforme em toda a região de experimentação não pode ser descartada. Assim, os erros experimentais calculados em cada condição (Tabela 2.18) são agrupados em um único valor na forma

$$s_y^2 = \frac{\sum_{i=1}^9 v_i s_i^2}{\sum_{i=1}^9 v_i} = 0.0187$$

com 18 graus de liberdade. Para 8 graus de liberdade no numerador e 18 graus de liberdade no denominador, o teste F diz que

$$0.245 < F < 3.005$$

com 95% de confiança. Se a maior variância ($s^2=0.0498$ na condição $T=35^\circ\text{C}$) da Tabela 2.16 é comparada a variância experimental ($s^2=0.0187$), obtém-se o valor de $F=2.66$, donde se conclui que as flutuações experimentais observadas em cada diferente temperatura podem ser explicadas somente pelo erro experimental, indicando que as variações induzidas por flutuações de pH realmente não são importantes. De forma similar, se a maior variância ($s^2=1.924$ na condição $\text{pH}=7$) da Tabela 2.17 é comparada à variância experimental ($s^2=0.0187$), obtém-se o valor de $F=102.9$, donde se conclui que as flutuações experimentais observadas em cada diferente nível de pH não podem ser explicadas somente pelo erro experimental, indicando que as variações induzidas por flutuações de temperatura devem ser muito relevantes. Tudo parece indicar que o pH possa ser descartado como variável independente relevante do problema.

As Equações (2.10-13) são então usadas para estimar os parâmetros do modelo linear

$$y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 z_2$$

obtendo-se os seguintes valores:

$$\boldsymbol{\alpha}^T = [0.890 \quad -0.075 \quad 0.131]$$

com erros paramétricos descritos como

$$\mathbf{V}_\alpha = \begin{bmatrix} 6.08 \times 10^{-2} & 0 & 0 \\ 0 & 9.12 \times 10^{-2} & 0 \\ 0 & 0 & 9.12 \times 10^{-2} \end{bmatrix}$$

de maneira que os respectivos desvios padrões são iguais a

$$\boldsymbol{\sigma}_\alpha^T = [0.274 \quad 0.302 \quad 0.302]$$

Assim, com limite de confiança de 95%, os parâmetros podem ser apresentados como

$$\boldsymbol{\alpha}^T = \begin{bmatrix} 0.890 \pm 0.566 \\ -0.075 \pm 0.623 \\ 0.131 \pm 0.623 \end{bmatrix}$$

Observa-se que, somente o parâmetro α_1 é significativo. Consequentemente, não é possível afirmar nada sobre os efeitos da temperatura e do pH. Além disso, o ajuste do modelo linear parece muito ruim, como pode ser observado na Figura 2.17. Observe que o valor final obtido para a função objetivo é

$$F_{Obj} = 39.39$$

Como o número de graus de liberdade do problema de estimação de parâmetros é igual a $NE-NP = 24$, uma medida das flutuações observadas entre modelo e experimento pode ser dada por

$$\hat{\sigma}_y^2 = \frac{F_{Obj}}{\nu} = \frac{39.39}{24} = 1.641$$

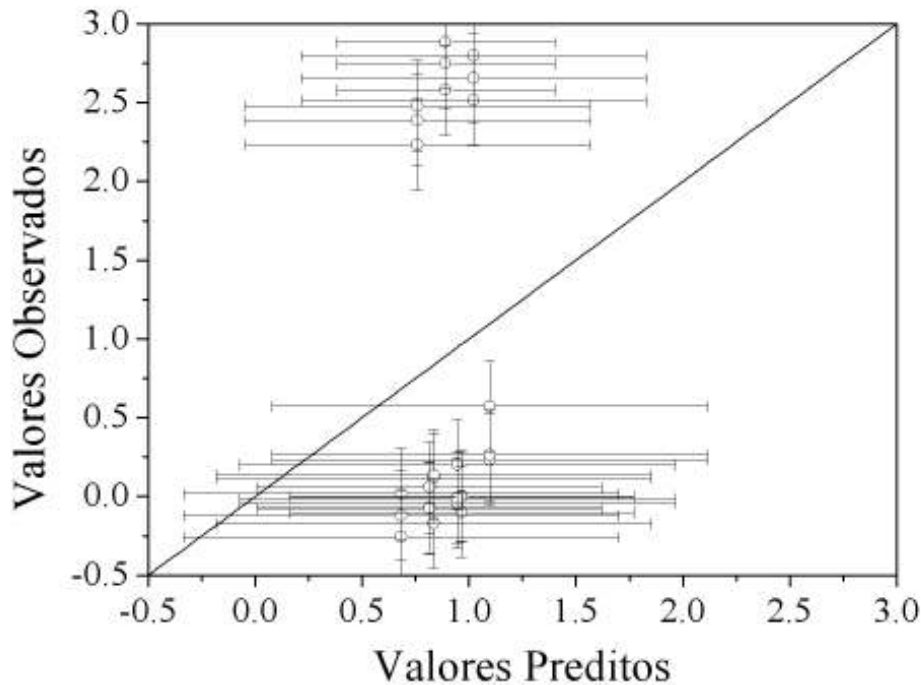


Figura 2.17- Desempenho do modelo linear proposto para explicação dos dados experimentais da Tabela 2.15.

Para 18 graus de liberdade no numerador e 24 graus de liberdade no denominador, o teste F diz que

$$0.400 < F < 2.365$$

com 95% de confiança. Se a variância de predição resultante do problema de estimação de parâmetros ($\hat{\sigma}_y^2 = 1.641$) é comparada à variância experimental ($s_y^2 = 0.0187$), obtém-se o valor de $F = 87.8$, donde se conclui que os erros de predição do modelo são muito diferentes dos erros experimentais e que o modelo não pode ser considerado perfeito, na precisão experimental disponível. O desempenho do modelo é de fato ruim, como ilustrado na Figura 2.17. A correlação existente entre os valores calculados e medidos para a resposta experimental é de 0.10, que pode ser considerada muito fraca, indicando que o modelo não consegue identificar os principais efeitos experimentais relacionados ao problema.

Em função dos resultados obtidos, o modelo de referência é modificado. Como o plano experimental foi feito a três níveis, o novo modelo visa a identificação de possíveis interações existentes entre as variáveis e os principais efeitos quadráticos. Nesse caso, o modelo é escrito na forma

$$y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 z_2 + \alpha_4 z_1 z_2 + \alpha_5 \left(z_1^2 - \frac{2}{3} \right) + \alpha_6 \left(z_2^2 - \frac{2}{3} \right)$$

Os dados experimentais são então analisados à luz do novo modelo de referência. Os resultados obtidos são:

$$\mathbf{a}^T = [0.890 \quad -0.075 \quad 0.131 \quad -0.0398 \quad -2.544 \quad -0.0022]$$

$$\mathbf{V}_a = \begin{bmatrix} 9.55 \times 10^{-4} & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 14.3 \times 10^{-4} & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 14.3 \times 10^{-4} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 18.3 \times 10^{-4} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 43.0 \times 10^{-4} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 43.0 \times 10^{-4} \end{bmatrix}$$

$$\sigma_a^T = [3.1 \times 10^{-2} \quad 3.8 \times 10^{-2} \quad 3.8 \times 10^{-2} \quad 4.6 \times 10^{-2} \quad 6.6 \times 10^{-2} \quad 6.6 \times 10^{-2}]$$

$$\mathbf{a}^T = \begin{bmatrix} 0.890 \pm 0.064 \\ -0.075 \pm 0.078 \\ 0.131 \pm 0.078 \\ -0.0398 \pm 0.096 \\ -2.544 \pm 0.136 \\ -0.0022 \pm 0.136 \end{bmatrix}$$

Observa-se, portanto, que apenas o efeito linear do pH e o efeito quadrático da temperatura são significativos. Destes, o efeito quadrático da temperatura é certamente o efeito mais importante do problema. Observe que o efeito linear da temperatura quase poderia ser considerado significativo, já que o valor do parâmetro é muito próximo do limite de confiança. Como o parâmetro associado ao efeito quadrático é negativo, deve existir uma certa temperatura para a qual a atividade enzimática é máxima. Em função dos resultados obtidos, descartando-se os efeitos não significativos, o modelo de referência ganha a forma

$$y = (0.890 \pm 0.064) + (0.131 \pm 0.078)z_2 + (-2.544 \pm 0.136)\left(z_1^2 - \frac{2}{3}\right)$$

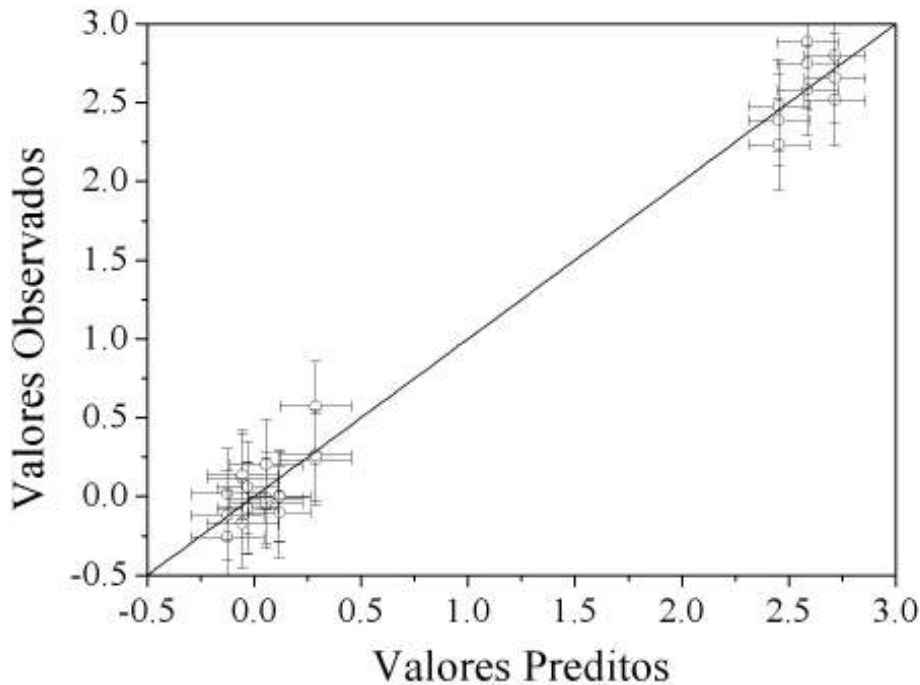


Figura 2.18- Desempenho do modelo não linear proposto para explicação dos dados experimentais da Tabela 2.15.

Nesse caso, o valor final obtido para a função objetivo é

$$F_{Obj} = 0.561$$

Como o número de graus de liberdade do problema de estimação de parâmetros é igual a $NE-NP = 23$, uma medida das flutuações observadas entre modelo e experimento pode ser dada por

$$\hat{\sigma}_y^2 = \frac{F_{Obj}}{\nu} = \frac{0.561}{23} = 0.0244$$

Para 18 graus de liberdade no numerador e 23 graus de liberdade no denominador, o teste F diz que

$$0.398 < F < 2.394$$

com 95% de confiança. Se a variância experimental ($s_y^2=0.0220$) é comparada à variância de predição resultante do problema de estimação de parâmetros ($\hat{\sigma}_y^2=0.0244$), obtém-se o valor de $F=0.902$, donde se conclui que os erros de predição do modelo são equivalentes aos erros experimentais e que o modelo pode ser considerado perfeito, na precisão experimental disponível. A correlação existente entre os valores calculados e medidos para a resposta experimental é de 0.993, que pode ser considerada muito forte, indicando que o modelo

consegue de fato identificar muito bem os principais efeitos experimentais relacionados ao problema. Por isso, a inclusão de efeitos quadráticos adicionais no modelo não se faz necessária e o modelo deve ser mantido nessa forma mais simples. (Na verdade, mesmo os termos lineares poderiam ser eliminados sem prejuízo significativo da análise, pois os erros de previsão seriam ainda equivalentes aos erros experimentais.) A Equação (2.14) pode ainda ser usada para calcular os erros de previsão do modelo, como função das condições de experimentação. Os limites de 95% de confiança da previsão do modelo são também mostrados na Figura 2.18.

Os resíduos, diferenças entre os resultados calculados e obtidos experimentalmente, são então comparados à curva normal com a mesma média e variância dos resíduos. Os resultados são apresentados na Figura 2.19. Vê-se que a hipótese de normalidade da distribuição dos resíduos não pode ser descartada e que não parece haver candidatos a *outliers*.

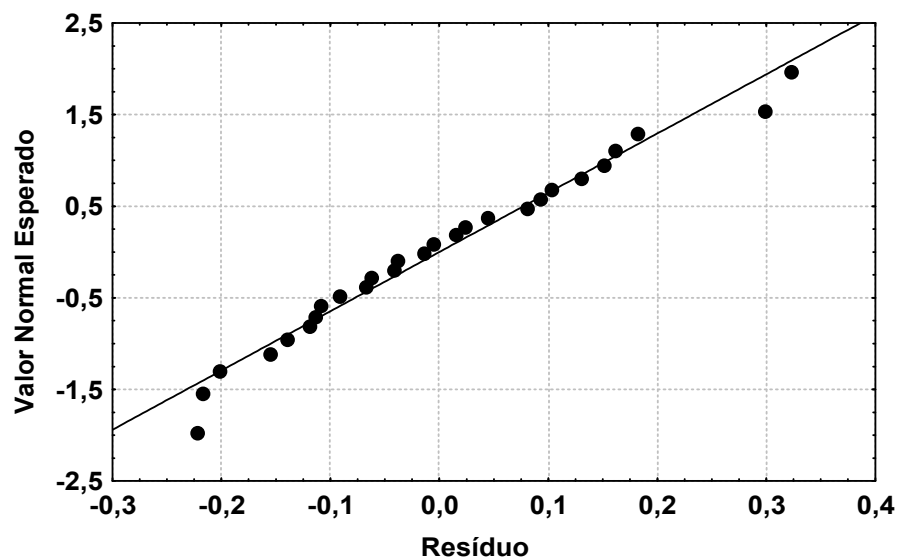


Figura 2.19- Análise da distribuição dos resíduos para o modelo não linear.

O modelo pode ser agora utilizado para identificar o ponto de máxima atividade enzimática, como pretendido originalmente. A partir do modelo, é possível escrever:

$$\frac{\partial y}{\partial z_1} = -0.075 - 5.088 z_1 = 0 \Rightarrow z_1 = -\frac{0.075}{5.088} = -0.0147 \Rightarrow T \approx 40 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$\frac{\partial y}{\partial z_2} = 0.131$$

indicando que a atividade enzimática cresce continuamente com o aumento do pH na faixa estudada. Assim, quanto maior o pH, maior a atividade enzimática na região investigada. Dessa forma, o ponto máxima atividade enzimática é o ponto $[z_1, z_2] \approx [0, 1]$, equivalente ao ponto $[T, pH] \approx [40, 8]$.

2.5. A Escolha do Número de Réplicas em um Plano Fatorial

A discussão apresentada na seção anterior permite definir como os níveis do plano fatorial podem ser escolhidos de forma ótima. No entanto, as Equações (2.42) e (2.56) mostram que, mesmo quando o número mínimo de níveis é utilizado para a identificação de efeitos lineares ($NL = 2$) e quadráticos ($NL = 3$), o número de experimentos da malha experimental pode ser absurdamente grande e incompatível com o orçamento e o cronograma disponíveis para a condução do programa experimental. Por exemplo, suponha que 5 variáveis estejam sendo investigadas ($NX = 5$) e que 5 réplicas de cada condição experimental sejam utilizadas para identificação dos erros experimentais. Nesse caso, segundo as Equações (2.42) e (2.56), o número total de experimentos que deve ser realizado é igual a

$$NE = NR 2^{NX} = 5 (2^5) = 5 (32) = 160$$

quando o número de níveis é igual a 2 e

$$NE = NR 3^{NX} = 5 (3^5) = 5 (243) = 1215$$

quando o número de níveis é igual a 3. Obviamente esses números são incompatíveis com a realidade da maior parte dos problemas reais de experimentação. Dificilmente um pesquisador teria tempo e dinheiro para desenvolver um estudo que envolvesse a realização de 1215 experimentos, com a finalidade de investigar os efeitos de apenas 5 variáveis sobre uma resposta. Portanto, na forma analisada nas seções anteriores, o plano fatorial só pode ser de fato aplicado a problemas experimentais de pequena dimensão, envolvendo poucas variáveis.

No cômputo da carga experimental apresentado acima, deve-se observar que as réplicas experimentais são responsáveis por aumento considerável do número de experimentos da malha experimental final. Por exemplo, quando 2 níveis são considerados, embora 32 condições experimentais distintas sejam definidas pela filosofia fatorial de planejamento experimental, um total de 160 experimentos é incluído no conjunto final de experimentos a serem realizados. De forma semelhante, quando 3 níveis são considerados, 243 condições experimentais distintas são definidas, embora o conjunto final de experimentos contenha 1215 experimentos. É imperioso perguntar, portanto, por que as réplicas são feitas e qual deve ser o número mínimo de réplicas necessárias para realizar a análise experimental.

As réplicas experimentais são feitas com o objetivo básico de permitir a identificação de como os erros experimentais variam na região de experimentação e, assim, permitir a definição do algoritmo de máxima verossimilhança adequado para tratamento dos dados experimentais do problema (ver Seção 4.6 do Volume 1 desta série de publicações). Se os erros experimentais não são constantes na região de experimentação e/ou não são normalmente distribuídos, não há como justificar o uso de rotinas de mínimos quadrados para identificação dos efeitos experimentais, como feito ao longo de toda as seções anteriores. Portanto, a realização das réplicas experimentais tem papel importantíssimo no conjunto da análise, pois permite validar e escolher de forma apropriada as rotinas de estimação de parâmetros usadas para inferência dos efeitos experimentais.

Com relação à Hipótese 2.5, que supõe o comportamento normal das flutuações experimentais, dificilmente há condições na prática de avaliar criticamente a importância dessa hipótese para a análise. O Exemplo 3.4 do Volume I desta série de publicações mostra que o número de pontos experimentais necessários para avaliar de forma precisa a distribuição que descreve o comportamento das flutuações de variáveis aleatórias pode ser muito grande, normalmente da ordem de 100 dados. A realização de número tão grande de réplicas experimentais, salvo problemas muito específicos em que os experimentos podem ser realizados muito rapidamente e a baixo custo, é desconsiderada *a priori* na formulação dos planos experimentais aqui discutidos. Por isso, a hipótese da normalidade dificilmente pode ser validada e/ou contestada em base estatística sólida, a partir de planos experimentais semelhantes aos discutidos aqui. Dessa maneira, admite-se simplesmente que os erros experimentais flutuam como descrito pela curva normal, que é uma distribuição de probabilidades extremamente conveniente para o trato de problemas de experimentação (ver Seção 2.6 e Seção 4.6 do Volume I desta série de publicações).

A curva normal de densidade de probabilidades é uma curva bi-paramétrica, que pode ser descrita de forma inequívoca se o valor médio e a variância das flutuações estão disponíveis (ver Seção 2.6 do Volume I desta série de publicações). Como discutido no Capítulo 3 do Volume I desta série de publicações, a identificação dos valores reais da média e da variância a partir de dados amostrais pode ser um problema não trivial, que também requer número expressivo de medidas experimentais. O Exemplo 3.15 do Volume I desta série de publicações mostra que as incertezas relacionadas à medida experimental da variância são muito grandes, mesmo quando número expressivo de dados experimentais está disponível. Já a Tabela 3.8 do Volume I desta série de publicações mostra que, quando 100 réplicas são realizadas, as incertezas a respeito da variância real da medida são da ordem de 50% do valor obtido para a variância amostral, considerando um nível de confiança igual a 99%. Quando 30 réplicas são realizadas, as incertezas são da ordem de 100% do valor amostral. A incerteza sobe para cerca de 1000% (uma ordem de grandeza superior) quando o número de réplicas é igual a 5. Logo, não é possível estimar a variância real com precisão aceitável se o número de réplicas é baixo. Como as incertezas relacionadas à estimação da variância real das flutuações experimentais caem muito lentamente, à medida que o número de réplicas aumenta, conclui-se no Exemplo 3.15 do Volume I desta série de publicações que não há razão aparente que justifique na prática a realização de número de réplicas maior do que 5.

Deve-se perceber que, se o custo da experimentação é muito grande, a realização de 5 réplicas experimentais na prática pode ainda ser excessiva. Nesse caso, é importante observar que o número mínimo de réplicas necessárias para que seja possível julgar a reprodutibilidade de um certo dado experimental é igual a 3. Se apenas 2 réplicas são disponíveis, não é possível fazer qualquer inferência sobre o grau de uniformidade das medidas. Além disso, a Tabela 3.8 do Volume I desta série de publicações mostra que as incertezas sobre a variância real da medida nesse caso são de ao menos 3 ordens de grandeza, em relação à medida amostral (ou seja, mede-se 1 mas não se pode descartar o valor 1000!). Se o número de réplicas é igual a 3, as incertezas são de cerca de 2 ordens de grandeza em relação ao valor medido e, o mais importante, é possível avaliar a uniformidade das medidas. Por exemplo, se três medidas são realizadas e os valores obtidos são 1.1, 1.2 e 5, há o sentimento de que a medida 5 pode estar errada e deve ser repetida. Ou seja, nesse caso é possível formular procedimentos de identificação de *outliers* e de medidas suspeitas, como discutido na Seção 3.5.4 do Volume I desta série de publicações.

Ortogonalidade

Pelas razões apresentadas nos parágrafos anteriores, pode-se recomendar que o número de réplicas utilizado seja igual a $NR = 3$ (número mínimo de réplicas experimentais para avaliação da uniformidade dos dados) ou $NR = 5$ (para avaliação um pouco mais precisa dos erros de experimentação). Deve ficar claro que essa recomendação inverte uma vez mais os preceitos propostos na Seção 1.3 para o ideal estatístico de experimentação, trocando a sugestão de que se realize tantas réplicas quanto possível pelo pragmatismo da realização do menor número de réplicas possível. Deve também ficar claro que essa recomendação prejudica a análise dos dados em pelo menos dois pontos fundamentais: a identificação de mudanças nos erros experimentais na região de experimentação (porque as variâncias amostrais apresentam grande conteúdo de incerteza) e a precisão do cálculo dos efeitos experimentais (por causa da redução do número total de experimentos do plano, como mostrado em todos os Exemplos das seções anteriores).

Exemplo 2.20- Suponha que $NR = 3$. Nesse caso, de acordo com o teste F, os limites de confiança para a comparação de duas medidas amostrais de variância são:

$$0.0256 < F = \frac{s_1^2}{s_2^2} < 39.00, \text{ com } 95\% \text{ de confiança}$$

$$0.0101 < F = \frac{s_1^2}{s_2^2} < 99.00, \text{ com } 98\% \text{ de confiança}$$

$$0.0050 < F = \frac{s_1^2}{s_2^2} < 199.00, \text{ com } 99\% \text{ de confiança}$$

Se $NR = 5$

$$0.1041 < F = \frac{s_1^2}{s_2^2} < 9.605, \text{ com } 95\% \text{ de confiança}$$

$$0.0626 < F = \frac{s_1^2}{s_2^2} < 15.98, \text{ com } 98\% \text{ de confiança}$$

$$0.0432 < F = \frac{s_1^2}{s_2^2} < 23.15, \text{ com } 99\% \text{ de confiança}$$

Vê-se que apenas diferenças muito apreciáveis entre as variâncias amostrais podem ser identificadas, quando o número de réplicas é pequeno.

Exemplo 2.21- A idéia de que os erros experimentais possam variar de ponto para ponto da região de experimentação soa artificial para muitos pesquisadores. Esse preconceito está baseado na idéia de que os equipamentos usados para medida têm desempenho uniforme na região de experimentação e de que o erro de medida é a principal fonte de flutuação do problema. Ambas as idéias são equivocadas.

Como divulgado pela maior parte dos fabricantes de equipamentos, a precisão das medidas flutua na região de experimentação e aumenta exponencialmente, à medida que se

afasta da *região recomendada* de utilização do equipamento. Aliás, o próprio reconhecimento de que existe uma *região recomendada* para a utilização da técnica admite implicitamente que os erros podem ser muito grandes fora dessa região e que, portanto, variam com a condição de experimentação.

A hipótese de que os erros de medição são as principais fontes de flutuação de um problema admite implicitamente que todos os fatores experimentais são conhecidos e controlados a contento. Essa pode ser uma hipótese bastante otimista, se não presunçosa, da realidade experimental. Para ilustrar esse fato, suponha que um processo possa ser descrito pela Equação

$$\frac{dy}{dt} = -R(y) \quad ; \quad y(0) = y_0$$

onde y é uma propriedade do sistema (por exemplo, a concentração de um certo componente químico em um sistema reacional), t é o tempo e $R(y)$ é uma função que descreve a velocidade com que a propriedade é modificada. y_0 é o valor inicial da propriedade. Nesse caso, a função que descreve como a propriedade y varia no tempo pode ser dada por

$$\int_{y_0}^y \frac{1}{R(\xi)} d\xi = -t \quad \Rightarrow \quad y = y(t, y_0)$$

No caso simples em que o processo de transformação pode ser escrito por uma função de primeira ordem

$$R(y) = Ky \quad \Rightarrow \quad \int_{y_0}^y \frac{1}{K\xi} d\xi = -t \quad \Rightarrow \quad y = y_0 e^{-Kt}$$

onde K é a chamada constante de velocidade do problema. Quando a transformação pode ser descrita por uma potência da propriedade analisada

$$R(y) = Ky^m \quad \Rightarrow \quad \int_{y_0}^y \frac{1}{K\xi^m} d\xi = -t$$
$$y = \left[(y_0)^{1-m} - (1-m)Kt \right]^{1/(1-m)}$$

Admita agora que há duas fontes de erro fundamentais no problema: a medida da propriedade y e a determinação precisa da condição inicial y_0 . A primeira incerteza pode ser associada ao desempenho da técnica de medição, enquanto a segunda incerteza pode ser associada a fatores incontroláveis pelo experimentador, como a possível existência de contaminantes (como em problemas típicos de transformações químicas e biológicas), de imperfeições da peça (como em problemas típicos de transformações mecânicas), etc. Nesse caso, a Equação acima pode ser escrita como

$$y^e = y(t, y_0 + \varepsilon_1) + \varepsilon_2$$

Ortogonalidade

Se os erros experimentais são pequenos, as expressões acima podem ser aproximadas na forma

$$y^e = y(t, y_0) + \frac{\partial y}{\partial y_0} \varepsilon_1 + \varepsilon_2 \Rightarrow \Delta y^e = \frac{\partial y}{\partial y_0} \varepsilon_1 + \varepsilon_2$$

Se os erros de medição e de determinação das condições iniciais não estão correlacionados, pode-se escrever

$$\begin{aligned} \sigma_y^2 &= \text{Var} \{ \Delta y^e \} = \text{Var} \left\{ \frac{\partial y}{\partial y_0} \varepsilon_1 + \varepsilon_2 \right\} \\ \sigma_y^2 &= \left[\frac{\partial y}{\partial y_0} \right]^2 \text{Var} \{ \varepsilon_1 \} + \text{Var} \{ \varepsilon_2 \} = \left[\frac{\partial y}{\partial y_0} \right]^2 \sigma_1^2 + \sigma_2^2 \end{aligned}$$

Para o caso da transformação de primeira ordem

$$\frac{\partial y}{\partial y_0} = e^{-K t} = \frac{y}{y_0}$$

Para o caso da transformação de ordem m :

$$\frac{\partial y}{\partial y_0} = \left(\frac{1}{1-m} \right) \left[(y_0)^{1-m} - (1-m) K t \right]^{m/1-m} (1-m) y_0^{-m} = \left(\frac{y}{y_0} \right)^m$$

Logo

$$\sigma_y^2 = \left[\frac{y}{y_0} \right]^{2m} \sigma_1^2 + \sigma_2^2$$

Se o erro de medida é muito maior que o erro de determinação das condições iniciais, então

$$\sigma_y^2 \approx \sigma_2^2$$

e o erro não depende das condições de experimentação. Contudo, se o erro associado à determinação das condições iniciais é grande e muito maior que os erros de medição

$$\sigma_y^2 = \left[\frac{y}{y_0} \right]^{2m} \sigma_1^2 \Rightarrow \frac{\sigma_y^2}{y^{2m}} = \frac{\sigma_1^2}{y_0^{2m}}$$

No caso muito particular em que $m = 1$:

$$\left(\frac{\sigma_y}{y}\right)^2 = \left(\frac{\sigma_1}{y_0}\right)^2$$

de maneira que o erro relativo é constante nas condições de experimentação.

É muito interessante observar que a identificação de como os erros experimentais flutuam na região experimental pode fornecer informações preciosas sobre o comportamento real do sistema investigado. Nesse exemplo, em particular, a modelagem dos erros experimentais pode permitir identificar a ordem da transformação que está sendo estudada, além de permitir a correta seleção do algoritmo de máxima verossimilhança do problema.

É muito interessante também perceber que duas medidas experimentais obtidas em tempos diferentes a partir da mesma condição inicial de experimentação estão necessariamente correlacionadas. Observe que

$$\begin{aligned}\sigma_{y_1, y_2}^2 &= \text{Covar}\{\Delta y_1^e, \Delta y_2^e\} = \text{Covar}\left\{\frac{\partial y_1}{\partial y_0} \varepsilon_1 + \varepsilon_{21}, \frac{\partial y_2}{\partial y_0} \varepsilon_1 + \varepsilon_{22}\right\} \\ \sigma_{y_1, y_2}^2 &= \text{Covar}\left\{\frac{\partial y_1}{\partial y_0} \varepsilon_1, \frac{\partial y_2}{\partial y_0} \varepsilon_1\right\} + \text{Covar}\left\{\frac{\partial y_1}{\partial y_0} \varepsilon_1, \varepsilon_{22}\right\} + \text{Covar}\left\{\varepsilon_{21}, \frac{\partial y_2}{\partial y_0} \varepsilon_1\right\} + \text{Covar}\{\varepsilon_{21}, \varepsilon_{22}\} \\ \sigma_{y_1, y_2}^2 &= \frac{\partial y_1}{\partial y_0} \frac{\partial y_2}{\partial y_0} \text{Covar}\{\varepsilon_1, \varepsilon_1\} + \frac{\partial y_1}{\partial y_0} \text{Covar}\{\varepsilon_1, \varepsilon_{22}\} + \frac{\partial y_2}{\partial y_0} \text{Covar}\{\varepsilon_{21}, \varepsilon_1\} + \text{Covar}\{\varepsilon_{21}, \varepsilon_{22}\} \\ \sigma_{y_1, y_2}^2 &= \frac{\partial y_1}{\partial y_0} \frac{\partial y_2}{\partial y_0} \sigma_1^2 = \left(\frac{y_1}{y_0}\right)^m \left(\frac{y_2}{y_0}\right)^m \sigma_1^2\end{aligned}$$

Portanto, se os erros associados à fixação das condições iniciais são dominantes, a correlação entre as medidas experimentais pode ser calculada na forma

$$\rho_{12} = \frac{\sigma_{y_1, y_2}^2}{\sigma_{y_1} \sigma_{y_2}} = 1$$

de forma que o conteúdo de informação de ambos os dados é o mesmo.

Os resultados mostrados acima mostram que, em sistemas com erros experimentais muito grandes associados à fixação das condições iniciais, os erros podem variar em cada ponto da condição de experimentação e as medidas podem estar fortemente correlacionadas. Ambas as condições impedem o uso saudável de rotinas de mínimos quadrados para interpretação dos dados experimentais, como discutido na Seção 4.5 do Volume I desta série de publicações. Portanto, a importância da correta identificação dos erros experimentais não deve ser jamais minimizada.

No caso pouco provável do experimentador poder realizar um número arbitrariamente grande de réplicas, então as Equações (2.10-15) podem ser utilizadas para projetar o número

Ortogonalidade

mínimo de réplicas necessárias para que se atinja uma determinada precisão no cômputo dos efeitos experimentais ou da predição do modelo, desde que o erro experimental seja conhecido.

Exemplo 2.22- Suponha que um plano experimental fatorial a dois níveis para duas variáveis é analisado, como mostrado na Tabela 2.19.

Tabela 2.19- Plano experimental fatorial a dois níveis para duas variáveis.

Experimento	1	z_1	z_2	$z_1 z_2$	NR
1	+1	-1	-1	+1	NR
2	+1	-1	+1	-1	NR
3	+1	+1	-1	-1	NR
4	+1	+1	+1	+1	NR

Nesse caso, se

$$y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 z_2 + \alpha_4 z_1 z_2$$

então

$$V_a = \frac{\sigma_y^2}{NR} \begin{bmatrix} 0.25 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0.25 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0.25 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0.25 \end{bmatrix}$$

de maneira que, fixada a incerteza paramétrica, é possível fixar o número necessário de réplicas experimentais a serem realizadas. De forma similar, o erro de predição pode ser definido como

$$\hat{\sigma}_y^2 = \sigma_{\alpha_1}^2 + \sigma_{\alpha_2}^2 z_1^2 + \sigma_{\alpha_3}^2 z_2^2 + \sigma_{\alpha_4}^2 z_1^2 z_2^2 = \frac{0.25 \sigma_y^2}{NR} (1 + z_1^2 + z_2^2 + z_1^2 z_2^2)$$

de maneira que, fixada uma condição experimental onde se deseja que o modelo tenha um determinado desempenho, é possível fixar o número de réplicas necessárias para que se atinja o objetivo estabelecido.

Os exemplos anteriores mostram que a correta caracterização dos erros experimentais pode ser muito importante. Contudo, as Equações (2.42) e (2.56) mostram que a consecução desse objetivo pode ser responsável por pelo menos 70% do esforço experimental, o que pode ser inaceitável no início de uma investigação. Esse esforço pode se mostrar inclusive despropositado, na medida que nem mesmo se sabe quais são os efeitos e variáveis relevantes para interpretação do problema, em conformidade com a Hipótese 2.2. Portanto, uma questão relevante que se coloca é se realmente é necessário fazer réplicas de todos os pontos experimentais para verificar se as Hipóteses 2.4 e 2.6, que dizem respeito à independência das medidas experimentais e à uniformidade das flutuações na região de experimentação, são realmente válidas. Para responder essa questão, é conveniente formular o Exemplo 2.23.

Exemplo 2.23- Suponha que um plano experimental fatorial a dois níveis é analisado. Suponha ainda que as réplicas não são realizadas de maneira uniforme, como mostrado na Tabela 2.20.

Tabela 2.20- Plano experimental fatorial a dois níveis, com réplicas não uniformes.

Experimento	1	z_1	z_2	$z_1 z_2$	NR
1	+1	-1	-1	+1	NR ₁
2	+1	-1	+1	-1	NR ₂
3	+1	+1	-1	-1	NR ₃
4	+1	+1	+1	+1	NR ₄

Suponha que a ortogonalidade do plano precisa ser satisfeita, em conformidade com a Hipótese 2.10, a respeito da independência da avaliação dos efeitos experimentais. Nesse caso,

$$\sum_{i=1}^{NE} z_{1i} = -NR_1 - NR_2 + NR_3 + NR_4 = 0$$

$$\sum_{i=1}^{NE} z_{2i} = -NR_1 + NR_2 - NR_3 + NR_4 = 0$$

$$\sum_{i=1}^{NE} z_{1i} z_{2i} = +NR_1 - NR_2 - NR_3 + NR_4 = 0$$

Observe que as demais restrições que definem a condição de ortogonalidade

$$\sum_{i=1}^{NE} (z_{1i})(z_{1i}z_{2i}) = \sum_{i=1}^{NE} (z_{1i}^2 z_{2i}) = \sum_{i=1}^{NE} z_{2i}$$

$$\sum_{i=1}^{NE} (z_{2i})(z_{1i}z_{2i}) = \sum_{i=1}^{NE} (z_{1i} z_{2i}^2) = \sum_{i=1}^{NE} z_{1i}$$

são redundantes e automaticamente satisfeitas, como discutido na seção anterior.

Combinando as equações acima

$$NR_1 = -NR_2 + NR_3 + NR_4$$

$$NR_2 - NR_3 - NR_4 + NR_2 - NR_3 + NR_4 = 0 \Rightarrow NR_2 = NR_3$$

$$-NR_3 + NR_3 + NR_4 - NR_3 - NR_3 + NR_4 = 0 \Rightarrow NR_3 = NR_4$$

de maneira que

$$NR_1 = NR_2 = NR_3 = NR_4$$

é a única solução possível.

A solução acima pode ser generalizada de maneira elegante ao se perceber que a condição de ortogonalidade impõe que a soma do efeito experimental multiplicado pelo número de réplicas na condição experimental i deve ser igual a zero. De forma matemática precisa

Ortogonalidade

$$\begin{bmatrix} 1 & 1 & \dots & 1 \\ f_2(\mathbf{z}_1) & f_2(\mathbf{z}_2) & \dots & f_2(\mathbf{z}_{NE}) \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ f_{NE}(\mathbf{z}_1) & f_{NE}(\mathbf{z}_2) & \dots & f_{NE}(\mathbf{z}_{NE}) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} NR_1 \\ NR_2 \\ \dots \\ NR_{NE} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} NE \\ 0 \\ \dots \\ 0 \end{bmatrix}$$

onde já foi explicitamente admitido que o primeiro efeito experimental é o efeito constante. Como as linhas e colunas da matriz são independentes por causa da condição de ortogonalidade, então é possível garantir que a matriz de efeitos experimentais é inversível. Assim, só existe uma única solução para o problema proposto, dada por

$$\begin{bmatrix} NR_1 \\ NR_2 \\ \dots \\ NR_{NE} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 1 & \dots & 1 \\ f_2(\mathbf{z}_1) & f_2(\mathbf{z}_2) & \dots & f_2(\mathbf{z}_{NE}) \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ f_{NE}(\mathbf{z}_1) & f_{NE}(\mathbf{z}_2) & \dots & f_{NE}(\mathbf{z}_{NE}) \end{bmatrix}^{-1} \begin{bmatrix} NE \\ 0 \\ \dots \\ 0 \end{bmatrix}$$

Como conhecemos a solução

$$NR_1 = NR_2 = \dots = NR_{NE}$$

então essa é a única solução possível para o problema.

O Exemplo 2.23 mostra que a única forma possível de manter a capacidade de observar todos os efeitos experimentais de maneira independente, como proposto na seção anterior, é repetir todas as condições de experimentação o mesmo número de vezes. Portanto, não é possível manter a ortogonalidade do plano se a replicação é feita de forma não uniforme, como questionado anteriormente. Logo, soluções mais engenhosas têm que ser formuladas para o problema.

Uma solução bastante simples para o problema de planejamento fatorial a dois níveis pode ser obtida com a inclusão do ponto central no plano experimental. No ponto central, definido como $\mathbf{z}^T = [z_1 \ z_2 \ \dots \ z_{NX}] = [0 \ 0 \ \dots \ 0]$, todos os produtos na forma $\prod_{j=1}^{NX} z_{ji}^{k_j}$ são iguais a zero, se os expoentes k_j não são todos simultaneamente nulos. Portanto, a inclusão do ponto central no plano fatorial a dois níveis não prejudica em nada a ortogonalidade, se o modelo da Equação (2.48) é utilizado como referência. Ainda mais interessante, como todos os efeitos da Equação (2.48) são nulos no ponto central, com exceção do efeito constante, o ponto central pode ser replicado um número arbitrário de vezes, sem comprometer a ortogonalidade do plano experimental. Além disso, a inclusão de uma condição experimental adicional permite incluir mais um efeito na estrutura do modelo da Equação (2.48).

O efeito adicional a ser incluído no modelo deve ser por conveniência um efeito quadrático, que permita a identificação da existência de pontos de máximo e/ou mínimo para a variável investigada na região de experimentação. No entanto, é interessante perceber que em um plano fatorial a dois níveis, qualquer produto na forma

$$z_1^2 \dots z_n^2 z_{n+1} \dots z_{NX} = z_{n+1} \dots z_{NX}$$

de maneira que qualquer interação quadrática de ordem superior que envolva também termos lineares está confundida com a interação de menor ordem formada pelos termos lineares. Isso ocorre porque o termo quadrático é igual a 1 em todos os pontos da região de experimentação, com exceção do centro, onde todas as interações assumem o valor zero. Logo, a inclusão da condição central não permite identificar interações quadráticas de ordem superior. De forma análoga, qualquer interação puramente quadrática, na forma

$$\prod_{j=1}^{NX} z_j^{(0,2)}$$

assume o valor 1 em todos os pontos da região de experimentação, com exceção do centro, onde todas as interações puramente quadráticas assumem o valor zero (desde que os expoentes não sejam todos nulos simultaneamente). Por isso, todas as interações puramente quadráticas estão confundidas no plano experimental fatorial a dois níveis.

A discussão anterior mostra que no máximo uma das interações quadráticas pode ser identificada em um plano fatorial a dois níveis com ponto central. Mesmo nesse caso, é necessário mostrar ainda que ao menos uma dessas interações é independente dos demais efeitos incluídos na Equação (2.48). Por simplicidade, tomemos o efeito z_1^2 como base de comparação, já que os demais efeitos quadráticos estão confundidos com ele. Nesse caso,

$$\sum_{i=1}^{NE} z_{1i}^2 \prod_{j=1}^{NX} z_{ji}^{(0,1)} = \sum_{i=1}^{NE} \prod_{j=1}^{NX} z_{ji}^{(0,1)} = 0 \quad (2.65)$$

uma vez que o termo quadrático assume o valor 1 em todos os pontos da região de experimentação, com exceção do centro, onde todas as demais interações de ordem 1 assumem o valor zero (desde que os expoentes não sejam todos nulos simultaneamente). Logo, o efeito quadrático é ortogonal aos demais efeitos experimentais, com exceção do efeito constante. Nesse caso particular, como mostrado no Exemplo 2.16, é possível fazer

$$\sum_{i=1}^{NE} (z_{1i}^2 - \lambda) = \sum_{i=1}^{NE} z_{1i}^2 - \lambda NE = 0 \quad (2.66)$$

$$\lambda = \frac{\sum_{i=1}^{NE} z_{1i}^2}{NE} = \frac{NR \cdot 2^{NX}}{NR \cdot 2^{NX} + NR_0} \quad (2.67)$$

onde NR é o número de réplicas usadas para o plano fatorial a dois níveis e NR_0 é o número de réplicas do ponto central.

As Equações (2.65-67) mostram que é possível estimar um efeito quadrático, quando o ponto central é incluído em um plano fatorial a dois níveis. Mais ainda, as Equações (2.65-67) mostram que todos os efeitos do modelo

$$y^e(\mathbf{z}; \boldsymbol{\alpha}) = \sum_{j=1}^{NP-1} \alpha_j \prod_{m=1}^{NX} z_{mi}^{(0,1)} + \alpha_{NP} (z_{li}^2 - \lambda) \quad (2.68)$$

podem ser estimados independentemente a partir do plano formulado. Contudo, deve ficar claro que o efeito quadrático está na realidade confundido a todos os demais, de maneira que não é possível identificar a fonte do efeito quadrático em planos fatoriais a dois níveis com ponto central, mas sim a existência de ao menos um efeito quadrático importante.

A inclusão do ponto central no plano fatorial a dois níveis é portanto bastante benéfica. O leitor deve perceber que a identificação da existência de ao menos um efeito quadrático relevante pode sugerir a ampliação posterior do número de níveis do plano experimental de 2 para 3, para separação desses efeitos. Como o ponto central é parte integrante de um plano fatorial a 3 níveis, a extensão do plano experimental de 2 para 3 níveis incorporaria todos os experimentos realizados inicialmente a partir do plano experimental a 2 níveis. Isso mostra uma vez mais que o experimentador não parece ter razões para formular planos experimentais com mais de 2 níveis para iniciar o trabalho de experimentação.

Voltando agora à questão do número de réplicas que devem ser executadas, é conveniente invocar agora as Hipóteses 2.5 e 2.6, que admitem a independência e constância dos erros de experimentação na região experimental. Considerando que essas premissas são válidas, parece claro que as réplicas experimentais poderiam ser realizadas em uma única condição de experimentação, dada a constância e a independência das flutuações experimentais. Nesse caso, por todas as razões discutidas acima, pode-se propor que o ponto central seja a condição escolhida para realização das réplicas e avaliação dos erros de experimentação. Como consequência, a Equação (2.42) ganha a forma

$$NE = 2^{NX} + NR_0 \quad (2.69)$$

com incrível redução da carga experimental. Esse plano experimental, constituído pelo plano fatorial a dois níveis com réplicas no ponto central, é comumente chamado de **plano fatorial clássico**.

Como nos outros casos, os resultados devem ser discutidos criticamente, pois a redução da carga experimental sempre é acompanhada de algum tipo de perda. Deve ficar claro que a realização número mínimo de réplicas em uma única condição de experimentação torna impossível a tarefa de questionar de forma independente as Hipóteses 2.4, 2.5 e 2.6. Portanto, do ponto de vista do plano experimental, essas hipóteses passam a ser verdades absolutas. Dessa forma, torna-se impossível usar outro procedimento de análise de dados que não seja a análise de mínimos quadrados. Como já discutido amplamente no início desse capítulo, isso pode resultar em análise descompromissada da realidade experimental e implica implicitamente na crença de que os erros de medição da variável resposta determinam o nível de flutuação experimental observada e de que o desempenho das técnicas de medição é uniforme na região de experimentação.

Por outro lado, a realização de réplicas em todas as condições de experimentação, que é a única forma de manter a ortogonalidade do plano, impõe um custo experimental inaceitavelmente alto. A escolha do ponto central como referência para a caracterização do erro experimental é então muito inteligente, pois permite manter a ortogonalidade do plano e

simultaneamente identificar a existência de ao menos um efeito quadrático. Dessa forma, o plano experimental fatorial a dois níveis pode ser visto como uma fase preliminar do plano experimental fatorial a três níveis, onde a existência de efeitos quadráticos é primeiramente observada, antes de que seja postulada a necessidade de incluir níveis adicionais na experimentação. Esse procedimento pode inclusive permitir que variáveis pouco relevantes para a análise experimental sobrecarreguem desnecessariamente um estudo de otimização, já que essas variáveis poderiam ser retiradas da fase seguinte de expansão do plano experimental. Isso reforça o caráter iterativo e interativo da atividade experimental, como discutido no início desse capítulo. Finalmente, não deve ser esquecido que, admitida a constância e uniformidade das flutuações experimentais, nenhuma condição experimental parece representar tão bem a região experimental como o ponto central.

Exemplo 2.24- O Exemplo 2.19 é reavaliado aqui com um plano experimental fatorial clássico. Como já descrito, o experimento consiste em medir a quantidade de material (substrato) transformado em produto em um certo intervalo de tempo padrão, utilizando para isso quantidades padrões de substrato e enzima. As medidas são feitas a diferentes temperaturas (na faixa de 35 a 45 °C) e a diferentes pHs (na faixa de 6 a 8). As respostas são expressas como gramas de produto produzido por um miligrama de enzima em uma hora (g / mg h).

As variáveis normalizadas são definidas como

$$z_1 = \frac{T - 40}{5} \quad ; \quad z_2 = \frac{pH - 7}{1}$$

O plano experimental e os resultados obtidos são apresentados na Tabela 2.21. Os experimentos são ordenados de forma aleatória. São feitas apenas 3 réplicas na condição do ponto central.

Tabela 2.21- Dados experimentais do Exemplo 2.24.

T (° C)	pH	z ₁	z ₂	ordem	Atividade (g / mg h)
35	6	-1.0	-1.0	6	0.116
35	8	-1.0	1.0	4	0.233
45	6	1.0	-1.0	1	-0.255
45	8	1.0	1.0	3	0.201
40	7	0.0	0.0	5	2.747
40	7	0.0	0.0	2	2.884
40	7	0.0	0.0	7	2.579

A análise qualitativa preliminar dos resultados obtidos, como apresentada nos exemplos anteriores, está completamente prejudicada pelo baixíssimo número de graus de liberdade. Por isso, a análise preliminar será desconsiderada. O leitor atento deve perceber que a análise dos dados só é possível à luz dos modelos matemáticos de referência. A única análise qualitativa relevante que pode ser feita é comparar as variações observadas no plano experimental como um todo com aquelas observadas no ponto central. Se o plano é considerado como um todo, então

$$\bar{y} = 1.215 \pm 1.327, \quad 0.855 < s_{y7}^2 = 2.059 < 9.985$$

com 6 graus de liberdade e 95% de confiança. No ponto central,

$$\bar{y} = 2.737 \pm 0.379, \quad 0.006 < s_{y3}^2 = 0.023 < 0.922$$

com 2 graus de liberdade e 95% de confiança. Observe que não é possível a princípio distinguir os resultados observados no ponto central daqueles observadas ao longo de toda a região de experimentação, não sendo então possível afirmar *a priori* que existam efeitos relevantes de temperatura e pH sobre as medidas de atividade enzimática. Esses resultados decorrem do baixo número de graus de liberdade do problema. Se o teste F é aplicado às duas medidas de variância, com 6 graus de liberdade no numerador e dois graus de liberdade no denominador, com 95% de confiança

$$0.138 < F < 39.33$$

Como a razão entre as duas variâncias é igual a 89.52, pode-se dizer com 95% de confiança que as variações de atividade enzimática observadas na região de experimentação não podem ser explicadas pelo erro experimental. Dessa forma, o teste F indica a existência de efeitos experimentais relevantes sobre a resposta investigada.

As Equações (2.10-13) são então usadas para estimar os parâmetros do modelo

$$y = \alpha_1 + \alpha_2 z_1 + \alpha_3 z_2 + \alpha_4 z_1 z_2 + \alpha_5 \left(z_1^2 - \frac{4}{7} \right)$$

onde o valor 4/7 foi obtido a partir da Equação (2.67). Observe ainda que o efeito quadrático foi inserido usando a variável z_1 , mas como discutido acima, com um plano fatorial a dois níveis com réplica somente no ponto central, não é possível identificar qual a variável responsável pelo efeito quadrático, já que os efeitos quadráticos se encontram confundidos. O valores obtidos na estimação foram os seguintes:

$$\alpha^T = [1.215 \quad -0.101 \quad 0.143 \quad 0.085 \quad -2.663]$$

com erros paramétricos descritos como

$$\mathbf{V}_a = \sigma_y^2 \begin{bmatrix} 7 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 4 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 4 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 4 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1.714 \end{bmatrix}^{-1}$$

A matriz de covariâncias dos parâmetros foi colocada na forma anterior para verificar se a estimativa do erro experimental é muito ruim, como discutido ao longo da seção. É muito comum que se utilizem os desvios observados entre modelo e experimentos como medida do erro experimental, o que está de acordo com a Hipótese 2.8, a respeito da natureza perfeita do

modelo de referência. Nesse caso, torna-se impossível julgar o desempenho do modelo de forma independente.

No caso analisado, o valor final obtido para a função objetivo é

$$F_{Obj} = 0.0467$$

Como o número de graus de liberdade do problema de estimação de parâmetros é igual a $NE-NP = 2$, uma medida das flutuações observadas entre modelo e experimento pode ser dada por

$$\hat{\sigma}_y^2 = \frac{F_{Obj}}{\nu} = \frac{0.0467}{2} = 0.02335$$

que é coincidentemente igual ao erro experimental. Na maior parte das vezes isso não é verdade.

Dessa forma, a matriz de covariâncias dos parâmetros fica

$$\mathbf{V}_\alpha = \begin{bmatrix} 33.4 \times 10^{-4} & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 58.3 \times 10^{-4} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 58.3 \times 10^{-4} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 58.3 \times 10^{-4} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 136.1 \times 10^{-4} \end{bmatrix}$$

e os respectivos desvios padrões são iguais a

$$\boldsymbol{\sigma}_\alpha^T = [5.77 \times 10^{-2} \quad 7.64 \times 10^{-2} \quad 7.64 \times 10^{-2} \quad 7.64 \times 10^{-2} \quad 11.67 \times 10^{-2}]$$

Assim, com limite de confiança de 95%, os parâmetros podem ser apresentados como

$$\boldsymbol{\alpha}^T = \begin{bmatrix} 1.215 \pm 0.248 \\ -0.100 \pm 0.329 \\ 0.143 \pm 0.329 \\ 0.085 \pm 0.329 \\ -2.663 \pm 0.502 \end{bmatrix}$$

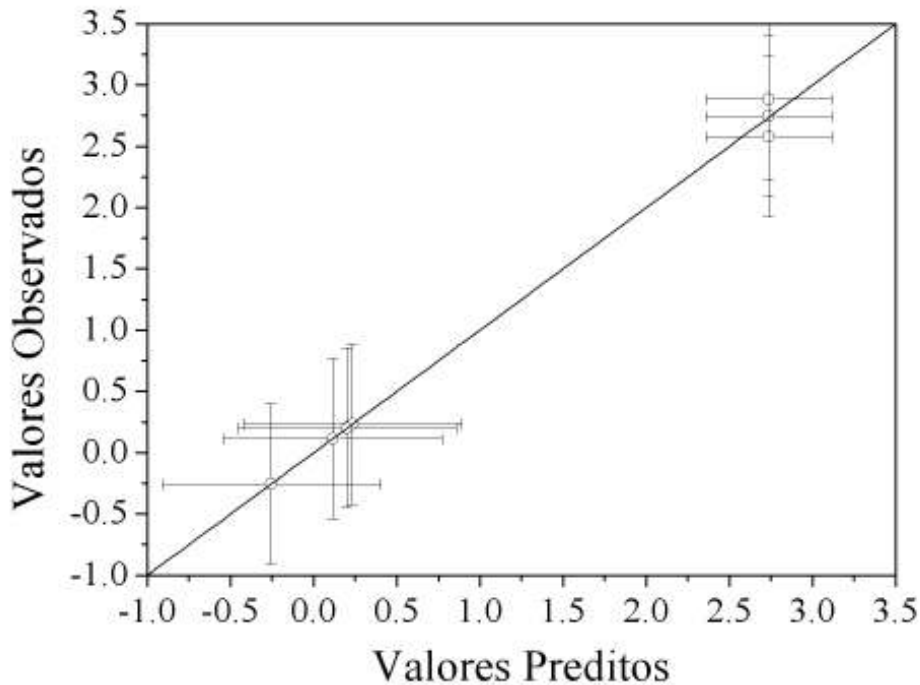


Figura 2.20- Desempenho do modelo proposto para explicação dos dados experimentais da Tabela 2.21.

Na Figura 2.20 é apresentado ajuste do modelo aos dados experimentais, onde pode ser observado que o modelo consegue representar com boa qualidade os dados experimentais. Ainda pode ser observado que as barras de erros, tanto do erro de predição quanto do erro experimental, são muito grandes. Isso ocorreu devido ao pequeno número de graus de liberdade, já que no caso do erro experimental são 3 pontos, de forma que o número de graus de liberdade é igual a 2, e no caso do erro de predição, são 7 pontos experimentais e são estimados 5 parâmetros, de forma que o número de graus de liberdade fique igual a 2. Como foi identificado que somente os efeitos quadrático e constante são significativos, o modelo é reescrito na forma,

$$y = \alpha_1 + \alpha_2 \left(z_1^2 - \frac{4}{7} \right)$$

e a estimação é refeita, fornecendo o seguinte valor dos parâmetros

$$\boldsymbol{\alpha}^T = [1.215 \quad -2.663]$$

O valor final obtido para a função objetivo é

$$F_{Obj} = 0.1984$$

Como o número de graus de liberdade do problema de estimação de parâmetros é igual a $NE-NP = 5$, uma medida das flutuações observadas entre modelo e experimento pode ser dada por

$$\hat{\sigma}_y^2 = \frac{F_{Obj}}{\nu} = \frac{0.1984}{5} = 0.040$$

que é estatisticamente equivalente ao valor experimental obtido para a variância no ponto central. Além disso, a variância calculada com o modelo completo, isto é, sem eliminar os termos não significativos, foi igual a 0.023, ou seja, o valor da variância calculada com o modelo simplificado é quase 2 vezes maior. Usando o teste F com um intervalo de confiança de 95% e 5 e 2 graus de liberdade para comparar estas variâncias, uma razão de até 39.3 vezes pode ser esperada, de forma que ambas as variâncias podem ser consideradas equivalentes e, conseqüentemente, a performance de ambos os modelos também é equivalente. Dado o baixo número de graus de liberdade usados para o cálculo do erro experimental, o erro de predição é então tomado como medida confiável do nível de flutuação experimental, resultando em

$$\mathbf{V}_a = \begin{bmatrix} 56.7 \times 10^{-4} & 0 \\ 0 & 231.5 \times 10^{-4} \end{bmatrix}$$

e

$$\boldsymbol{\sigma}_a^T = [7.53 \times 10^{-2} \quad 15.21 \times 10^{-2}]$$

Assim, com limite de confiança de 95%, os parâmetros podem ser apresentados como

$$\mathbf{a} = \begin{bmatrix} 1.215 \pm 0.150 \\ -2.663 \pm 0.304 \end{bmatrix}$$

Na Figura 2.21 é apresentado o novo ajuste. Observe que a qualidade do ajuste não é alterada, apenas as barras de erros de predição ficam significativamente menores.

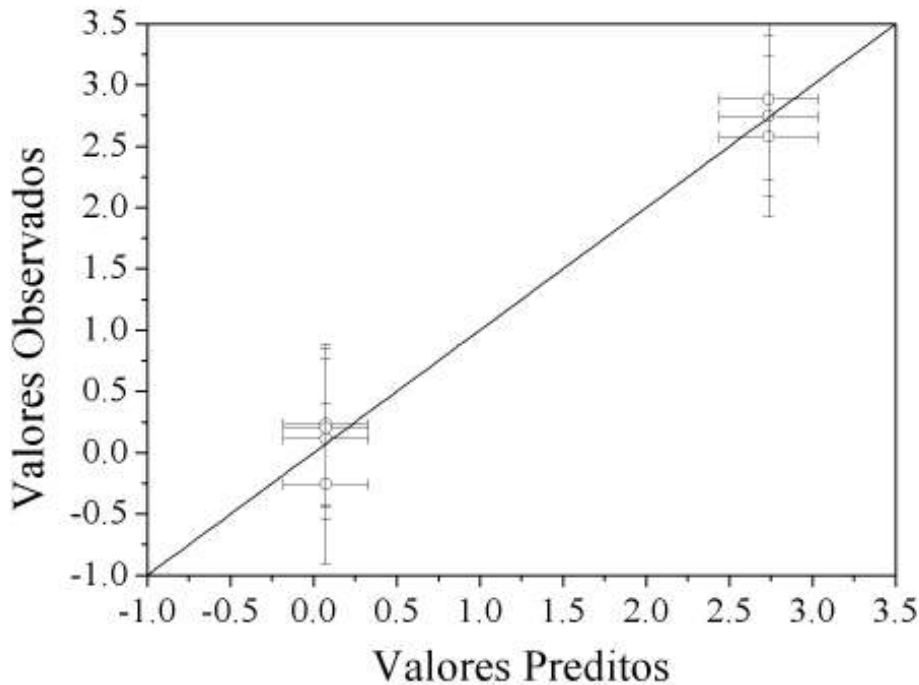


Figura 2.21- Desempenho do modelo simplificado para explicação dos dados experimentais da Tabela 2.21.

A correlação obtida entre os valores observados e calculados é muito forte e igual a 0.992, indicando o excelente grau de ajuste obtido. Compare os resultados da Figura 2.21 com aqueles apresentados na Figura 2.18 do Exemplo 2.19 e ateste a significativa diferença de desempenho dos modelos, em função da redução da carga experimental. Em função do baixo número de graus de liberdade do problema, o gráfico de resíduos é muito pouco informativo e não é apresentado.

O modelo obtido indica que há um efeito quadrático relevante no problema investigado, responsável pela existência de um ponto de máxima atividade enzimática, em consonância com os resultados obtidos no Exemplo 2.19. O experimentador deve então expandir o plano experimental, para que seja possível identificar esse efeito quadrático e, conseqüentemente, a condição ótima de operação.

Admitindo agora que se deseja identificar a condição experimental mais adequada para a caracterização dos erros experimentais em planos experimentais fatoriais a três níveis, de forma análoga à efetuada no caso anterior, somos induzidos a acreditar uma vez mais que o candidato ideal é o ponto central. É importante observar primeiramente que as conclusões obtidas no Exemplo 2.23 são gerais e independem do número de níveis estabelecidos. Por isso, todos os pontos experimentais devem ser replicados o mesmo número de vezes. No caso particular considerado, como o ponto central já faz parte do plano, isso gera uma aparente contradição: se todos os pontos do plano são executados apenas uma vez, então o ponto central só deve ser executado uma única vez; se o plano central é executado NR_0 vezes, então todas as demais condições devem ser executadas o mesmo número NR_0 de vezes. Essa aparente

contradição diz respeito à forma com que o efeito quadrático foi introduzido no plano experimental. As Equações (2.63) e (2.64), que introduzem os efeitos quadráticos de maneira a permitir a estimação independente de todos os parâmetros do modelo de referência, partem do pressuposto de que todos os pontos experimentais são repetidos o mesmo número de vezes. Quando apenas o ponto central é repetido, é conveniente reescrever o modelo na forma

$$\sum_{i=1}^{NE} (z_{1i}^2 - \lambda) = \sum_{i=1}^{NE} z_{1i}^2 - \lambda NE = 0 \tag{2.70}$$

$$\lambda = \frac{\sum_{i=1}^{NE} z_{1i}^2}{NE} = \frac{2}{3} \left[\frac{3^{NX}}{3^{NX} + (NR_0 - 1)} \right] \tag{2.71}$$

$$y^c(\mathbf{z}; \boldsymbol{\alpha}) = \sum_{j=1}^{NP} \alpha_j \prod_{m=1}^{NX} f_m(z_m) \quad , \quad f_m(z_m) = \begin{cases} 1 \\ z_m \\ (z_m^2 - \lambda) \end{cases} \tag{2.72}$$

Na Equação (2.71), o fator 2/3 diz que essa é a fração de vezes que o termo quadrático se iguala a 1 (nas condições -1 e +1), já que na condição de centro os termos do somatório ficam iguais a zero. O termo do numerador mostra o número total de combinações experimentais existentes no plano fatorial a três níveis, enquanto o denominador apresenta o número total de experimentos do plano, já que a condição central é repetida NR_0 vezes. A redução de uma unidade no termo entre parênteses se justifica porque o ponto central já é uma das condições experimentais do plano experimental fatorial a três níveis. Dessa forma, o número total de experimentos na malha experimental a ser realizada é igual a

$$NE = 3^{NX} + (NR_0 - 1) \tag{2.73}$$

Nesse caso, não é mais possível obter parâmetros independentes para o modelo de referência da Equação (2.72), pois há quebra das relações de simetria por causa da repetição desigual das condições de experimentação. Dessa maneira, torna-se necessário encontrar soluções mais complexas, que envolvam a replicação de diferentes condições experimentais um diferente número de vezes. Dada a complexidade e pouca praticidade dessas soluções, elas são aqui desconsideradas. No entanto, é de fundamental importância compreender que a replicação exclusiva da condição central em planos experimentais fatoriais a três níveis introduz algum grau de correlação entre os parâmetros relacionados aos efeitos quadráticos, que assim não podem mais ser obtidos de forma completamente independente.

Exemplo 2.25- Um plano experimental fatorial a três níveis para duas variáveis, com réplicas concentradas no ponto central, pode ser escrito como

Tabela 2.22- Plano experimental fatorial clássico, para duas variáveis a três níveis.

Experimento	1	z_1	z_2	$z_1 z_2$	$f_5(\mathbf{z})$	$f_6(\mathbf{z})$	$f_7(\mathbf{z})$	$f_8(\mathbf{z})$	$f_9(\mathbf{z})$	NR
1	+1	-1	-1	+1	0.455	0.455	-0.455	-0.455	0.207	1
2	+1	-1	0	0	0.455	-0.545	0	0.545	-0.248	1
3	+1	-1	+1	-1	0.455	0.455	0.455	-0.455	0.207	1

4	+1	0	-1	0	-0.545	0.455	0.545	0	-0.248	1
5	+1	0	0	0	-0.545	-0.545	0	0	0.298	3
6	+1	0	+1	0	-0.545	0.455	-0.545	0	-0.248	1
7	+1	+1	-1	-1	0.455	0.455	-0.455	0.455	0.207	1
8	+1	+1	0	0	0.455	-0.545	0	-0.545	-0.248	1
9	+1	+1	+1	+1	0.455	0.455	0.455	0.455	0.207	1

onde

$$\lambda = \frac{2}{3} \left[\frac{3^{NX}}{3^{NX} + (NR_0 - 1)} \right] = \frac{2}{3} \left[\frac{9}{11} \right] = \frac{6}{11}$$

$$f_5(\mathbf{z}) = z_1^2 - \frac{6}{11}$$

$$f_6(\mathbf{z}) = z_2^2 - \frac{6}{11}$$

$$f_7(\mathbf{z}) = \left(z_1^2 - \frac{6}{11} \right) z_2$$

$$f_8(\mathbf{z}) = z_1 \left(z_2^2 - \frac{6}{11} \right)$$

$$f_9(\mathbf{z}) = \left(z_1^2 - \frac{6}{11} \right) \left(z_2^2 - \frac{6}{11} \right)$$

Nesse caso, a matriz \mathbf{M} característica das condições de experimentação fica na forma

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} 11 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0.7272 \\ 0 & 6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0.7272 & 0 \\ 0 & 0 & 6 & 0 & 0 & 0 & 0.7272 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2.7242 & 0.7272 & 0 & 0 & -0.0661 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0.7272 & 2.7242 & 0 & 0 & -0.0661 \\ 0 & 0 & 0.7272 & 0 & 0 & 0 & 1.4215 & 0 & 0 \\ 0 & 0.7272 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1.4215 & 0 \\ 0.7272 & 0 & 0 & 0 & -0.0661 & -0.0661 & 0 & 0 & 0.6822 \end{bmatrix}$$

Portanto, quaisquer dos efeitos quadráticos guardam algum grau de correlação com os demais efeitos experimentais.

2.6. Ordenamento dos Experimentos em um Plano Fatorial

Como discutido no Exemplo 1.4 apresentado no capítulo anterior, os experimentos do plano experimental devem ser ordenados, pelo menos a princípio, de forma aleatória, para que seja possível filtrar efeitos externos desconhecidos e indesejados que eventualmente influenciem os resultados finais obtidos. No entanto, a seleção aleatória do ordenamento pode resultar em seqüências experimentais indesejadas quando o número de experimentos realizados é pequeno.

Exemplo 2.26- Considere o plano experimental fatorial para uma única variável independente (x_1) ($NX=1$) e três níveis ($NL=3$), com níveis convenientemente escolhidos como (-1, 0, +1). Considere ainda que cada experimento é repetido duas vezes ($NR=2$). Nesse caso, o número total de experimentos do plano experimental é igual a 6 ($NE=6$), sendo possível codificar cada experimento na forma E1, ..., E6, sendo possível arranjar os experimentos de $6 \times 5 \times 4 \times 3 \times 2 \times 1 = 720$ maneiras diferentes. No entanto, várias dessas seqüências são formadas por experimentos organizados sequencialmente de forma repetitiva (por exemplo, -1,-1,0,0,+1,+1). O número de ordenamentos desse tipo é igual a $6 \times 1 \times 4 \times 1 \times 2 \times 1 = 48$, equivalente a 1 a cada 15, tornando essa escolha aleatória bastante provável, a despeito da aparente estrutura determinística indesejada. De forma similar, ordenamentos na forma de blocos (por exemplo, -1,0,+1,-1,0,+1) podem ocorrer outras $6 \times 4 \times 2 \times 1 \times 1 \times 1 = 48$ vezes, tornando as seqüências organizadas de forma aparentemente determinística extremamente prováveis.

Exemplo 2.27- Considere o plano experimental fatorial para três variáveis independentes (x_1, x_2, x_3) ($NX=3$) e dois níveis ($NL=2$), com níveis convenientemente escolhidos como (-1, +1). Considere ainda que cada experimento é repetido três vezes ($NR=3$) apenas no ponto central. Nesse caso, o número total de experimentos do plano experimental é igual a 11 ($NE=11$), sendo possível codificar cada experimento na forma E1, ..., E11. Dessa forma, pode-se definir a seqüência de experimentos de $11! = 39916800$ maneiras diferentes. No entanto, a probabilidade de que as réplicas dos pontos centrais sejam realizadas apenas na metade inicial (ou final) do plano experimental é grande. Por exemplo, o número de seqüências que não contêm pontos centrais na primeira metade dos experimentos é igual a $8 \times 7 \times 6 \times 5 \times 4 = 5760$. Os seis experimentos restantes podem ser organizados na forma de $6 \times 5 \times 4 \times 3 \times 2 \times 1 = 720$ maneiras diferentes, de forma que há $5760 \times 720 = 4147200$ alternativas de encontrar os pontos centrais apenas na segunda metade do trabalho experimental. Obviamente, o processo pode ser também invertido para considerar a possibilidade de encontrar os pontos centrais na primeira metade do trabalho experimental, resultando em $2 \times 4147200 = 8294400$ diferentes arranjos, correspondentes a cerca de 25% do número total de seqüências possíveis. Em outras palavras, a escolha aleatória do ordenamento experimental resulta em concentração das réplicas na primeira ou segunda metade do trabalho experimental 1 a cada quatro vezes.

Os Exemplos 2.26 e 2.27 mostram a existência de um aparente paradoxo: o ordenamento aleatório dos experimentos resulta com freqüência na proposição de arranjos organizados de forma aparentemente determinística, bastante sujeitos à influência indesejada de fatores externos. Esse resultado é função do baixo número de experimentos existentes no plano experimental e torna-se cada vez menos importante, à medida que aumenta o número de experimentos do plano. Contudo, boa parte das técnicas de planejamento experimental tenta reduzir o número de experimentos do plano proposto, para reduzir o tempo e o custo da

Ortogonalidade

investigação; logo, parece importante que o ordenamento dos experimentos seja também avaliado com atenção.

Para aumentar a probabilidade de que as réplicas sejam distribuídas de forma mais regular ao longo do plano experimental, várias técnicas determinísticas heurísticas² podem ser recomendadas. No entanto, o leitor atento pode perceber que a introdução de regras determinísticas heurísticas no problema de ordenação experimental viola um dos pressupostos fundamentais descritos no ideal estatístico, discutido na Seção 1.3. Por exemplo, no caso do Exemplo 2.26, quando todos os experimentos são repetidos um número similar de vezes NR , pode-se propor a criação de NR **blocos experimentais**, organizados de forma aleatória. Dessa maneira, pode-se evitar a realização de um mesmo experimento várias vezes seguidas.

Exemplo 2.28- Considere o plano experimental fatorial para uma única variável independente (x_1) ($NX=1$) e três níveis ($NL=3$), com níveis convenientemente escolhidos como $(-1, 0, +1)$. Considere ainda que cada experimento é repetido duas vezes ($NR=2$). Nesse caso, podem ser formados $NR=2$ blocos de $NL=3$ experimentos, organizados de forma aleatória, como na seqüência $(0,+1,-1,+1,0,-1)$. Nesse caso, o segundo bloco será igual ao primeiro 1 vez a cada $2^3=8$ vezes. Se ocorrer, esse caso deve ser descartado pelo investigador.

De forma similar à mostrada no Exemplo 2.28, pode-se propor a distribuição dos pontos centrais ao longo de NR frações do plano experimental original, quando são feitas réplicas apenas no ponto central, como no caso do Exemplo 2.27. Dessa maneira, pode-se evitar a concentração das réplicas num subconjunto pequeno dos experimentos.

Exemplo 2.29- Considere o plano experimental fatorial para três variáveis independentes (x_1, x_2, x_3) ($NX=3$) e dois níveis ($NL=2$), com níveis convenientemente escolhidos como $(-1, +1)$. Considere ainda que cada experimento é repetido três vezes ($NR=3$) apenas no ponto central. Nesse caso, o número total de experimentos do plano experimental é igual a 11 ($NE=11$), sendo possível dividir o conjunto de experimentos em $NR=3$ blocos: os quatro primeiros experimentos (E_1, E_2, E_3, E_4), os três experimentos intermediários (E_5, E_6, E_7) e os quatro últimos experimentos (E_8, E_9, E_{10}, E_{11}). De acordo com o procedimento heurístico proposto, as $NR=3$ réplicas devem ser distribuídas uniformemente entre os $NR=3$ blocos, com posições escolhidas aleatoriamente. Por exemplo, uma possível seqüência é $(E_1, 0, E_3, E_4)$, $(0, E_6, E_7)$ e $(E_8, E_9, 0, E_{11})$. Os oito experimentos restantes podem ser alocados aleatoriamente nas demais posições disponíveis no ordenamento experimental. No caso avaliado, os arranjos analisados no Exemplo 2.29 não ocorrem jamais.

Exemplo 2.30- Uma forma interessante de formular o problema de ordenamento experimental, sem a necessária utilização de procedimentos de aleatorização, é fazer uso dos chamados **quadrados latinos**. Quadrados latinos são construções geométricas estruturadas pelo empilhamento de seqüências formadas por diferentes elementos, sendo que em cada linha ou coluna do quadrado resultante cada elemento da seqüência aparece uma única vez. Por exemplo, quadrados latinos de duas e três dimensões são apresentados na Figura 2.22.

² Diz-se que uma técnica é heurística quando ela não está baseada em princípios formais rigorosos.

1	2
2	1

2	1
1	2

1	2	3
2	3	1
3	1	2

1	3	2
2	1	3
3	2	1

Figura 2.23- Quadrados latinos em duas e três dimensões.

A Figura 2.22 mostra que os quadrados latinos não são únicos, podendo gerar outros quadrados latinos através das trocas de linhas e/ou colunas, como numa brincadeira de cubo mágico ou de Sudoku. (**Cubos latinos** ou **cubos greco-latinos** são estruturas similares construídas no espaço tridimensional.) A construção dos quadrados latinos pode ser otimizada com a ajuda de procedimentos aleatórios. Por exemplo, dentro de cada linha a posição de cada elemento pode ser sorteada dentre aquelas colunas que ainda não foram ocupadas.

As linhas (colunas) dos quadrados latinos podem ser interpretados como blocos de NR condições experimentais, que são repetidas NR vezes. Dessa forma, se a organização dos quadrados em linhas ou colunas não for importante (ou seja, se não há fatores externos relevantes), as médias e variâncias de quaisquer propriedades obtidas ao longo de cada linha ou coluna do quadrado latino devem ser sempre as mesmas (respeitados os limites dos testes t e F , como discutido no Capítulo 3 do Volume I dessa série de publicações), dado que a distribuição de características ao longo de cada linha ou coluna é sempre idêntica. Essa propriedade é extensamente usada para análise de grandes conjuntos de experimentos, como na área de ciências médicas e biológicas.

A Figura 2.23 apresenta dois quadrados latinos construídos a partir de oito elementos distintos, cuja propriedade que os distingue é a condição experimental de um plano fatorial a dois níveis para três variáveis ($NE = 2^{NX} = 2^3 = 8$). Se os valores experimentais obtidos são lançados no quadrado latino, como em uma tabela, espera-se que as médias e variâncias calculadas ao longo de linhas ou colunas da tabela sejam sempre as mesmas, independentemente das colunas ou linhas comparadas, se o ordenamento experimental não for importante, como desejado. Caso contrário, é conveniente investigar a existência de fatores externos desconsiderados durante a análise.

Ortogonalidade

1	2	3	4	5	6	7	8
3	5	7	1	2	4	8	6
5	8	4	3	7	2	6	1
7	6	1	5	3	8	2	4
2	7	5	8	6	1	4	3
8	3	6	7	4	5	1	2
4	1	2	6	8	3	5	7
6	4	8	2	1	7	3	5

1	2	3	4	5	6	7	8
2	3	4	5	6	7	8	1
3	4	5	6	7	8	1	2
4	5	6	7	8	1	2	3
5	6	7	8	1	2	3	4
6	7	8	1	2	3	4	5
7	8	1	2	3	4	5	6
8	1	2	3	4	5	6	7

Figura 2.23- Exemplos de quadrados latinos em oito dimensões.

A construção de quadrados latinos é muito interessante porque permite que cada condição experimental ocupe cada uma das posições distintas na seqüência de experimentos e evita que réplicas de um mesmo experimento fiquem aglomeradas. No entanto, a construção dos quadrados latinos tem a limitação óbvia de exigir que o número de linhas e colunas sejam iguais, o que pode ser muito inconveniente na maior parte dos problemas práticos.

2.7. Conclusões

Neste capítulo foram apresentados os planos fatoriais clássicos e discutidas algumas das propriedades mais importantes desses planos. Foi observado que os planos fatoriais resultam da hipótese fundamental de que as respostas experimentais são suaves, não apresentando modos oscilatórios e nem respostas concentradas numa região experimental muito estreita. Além disso, foi mostrado que os planos fatoriais são estruturas que procuram distribuir de maneira uniforme as condições de experimentação sobre toda a região experimental considerada, através da combinação extensiva de todas as condições experimentais consideradas (níveis) de cada uma das variáveis independentes analisadas. Particularmente, foi observado que a ortogonalidade é a propriedade chave desse conjunto de planos experimentais, que permite a estimação de parâmetros independentes para os diferentes efeitos experimentais investigados, quando os modelos usados para interpretação quantitativa dos dados são lineares nos parâmetros e as técnicas de mínimos quadrados podem ser usadas com confiança para estimação. O grande problema dos planos fatoriais é o número excessivo de experimentos, quando muitas variáveis independentes são consideradas simultaneamente. Por isso, quando o investigador está inicialmente interessado em observar apenas se uma variável independente influencia (ou não) uma resposta, não mais do que dois níveis devem ser utilizados. Caso o investigador esteja também interessado em analisar a não linearidade do sistema analisado, não mais do que três níveis devem ser utilizados. Para minimizar a incerteza dos parâmetros obtidos durante a análise quantitativa dos dados, os níveis normalizados usados devem ser (-1,+1) ou (-1, 0,+1), quando o número de níveis é igual a 2 ou 3, respectivamente. Foi mostrado ainda que a ortogonalidade do plano só é mantida quando todos os experimentos são replicados números equivalentes de vezes, a não ser que as réplicas sejam feitas exclusivamente no ponto central. Em virtude das propriedades assintóticas das distribuições estatísticas, o número recomendado de réplicas está entre 3 e 5, a não ser que o custo experimental (em termos de tempo e dinheiro) seja muito baixo. Finalmente, mostrou-se que há motivação para introduzir regras determinísticas heurísticas durante a proposição do ordenamento experimental, já que a escolha puramente aleatória da seqüência experimental pode levar à formulação de seqüências indesejadas quando o número de experimentos do plano é pequeno.

2.8. Leitura Adicional

A literatura relacionada à apresentação e uso das técnicas de planejamento fatorial de experimentos é muito vasta, já que estas técnicas têm sido aplicadas intensivamente nos mais variados campos do conhecimento. Assim, não cabe aqui uma revisão detalhada de todos os livros que tratam deste assunto.

Recomenda-se que o leitor interessado nos conceitos básicos de estatística e de estimação de parâmetros, fundamentais para a correta compreensão das ferramentas de planejamento experimental, consulte o Volume I desta série de publicações:

“*Análise de Dados Experimentais I. Fundamentos de Estatística e Estimação de Parâmetros*”, M. Schwaab e J.C. Pinto, E-papers, Rio de Janeiro, 2007.

Ortogonalidade

O leitor interessado também pode encontrar motivação para analisar dois textos clássicos relacionados ao uso de técnicas estatísticas para a análise de dados e processos e para o planejamento de experimentos:

“*Process Analysis by Statistical Methods*”, D.M. Himmelblau, John Wiley & Sons, New York, 1970.

“*Statistics for Experimenters. Design, Innovation, and Discovery*”, 2ª Edição, G.E.P. Box, W.G. Hunter e J.S. Hunter, John Wiley & Sons, New York, 2005.

Livros escritos em português que também apresentam e discutem técnicas fatoriais de planejamento experimental são:

“*Estatística Aplicada e Probabilidade para Engenheiros*”, D.C. Montgomery e G.C. Runger, 2ª Edição, LTC, Rio de Janeiro, 2007.

“*Planejamento de Experimentos e Otimização de Processos*”, M.I. Rodrigues e A.F. Iemma, Casa do Pão Editora, Campinas, 2005.

“*Planejamento de Experimentos Usando o Statistica*”, V. Calado e D. Montgomery, E-Papers, Rio de Janeiro, 2003.

O leitor é ainda convidado a ler o trabalho

“*The Influence of Experimental Errors During Laboratory Evaluation of FCC Catalysts*”, H.S. Cerqueira, R. Rawet e J.C. Pinto, Applied Catalysis A: General, **181**, 209-220, 1999.

para ter um exemplo prático da importância da correta caracterização dos erros experimentais para que se possa avaliar a contento os principais efeitos de experimentação.

2.9. Exercícios Sugeridos

1- Faça um plano fatorial para três variáveis nas seguintes condições

$$\mathbf{x} = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}; \quad \mathbf{x}^{\text{mín}} = \begin{bmatrix} -1 \\ -1 \\ -1 \end{bmatrix}; \quad \mathbf{x}^{\text{máx}} = \begin{bmatrix} 1 \\ 1 \\ 1 \end{bmatrix}; \quad \boldsymbol{\delta} = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix}; \quad \mathbf{NL} = \begin{bmatrix} 2 \\ 3 \\ 5 \end{bmatrix}; \quad \text{NR} = 3$$

2- A influência que três variáveis independentes - temperatura (T), pH e concentração de uma vitamina (C) - ($30^\circ\text{C} < T < 50^\circ\text{C}$; $5 < \text{pH} < 8$; $0.1 \text{ mg/L} < C < 0.2 \text{ mg/L}$) exercem sobre a atividade enzimática de uma enzima particular está sendo investigada. Imagina-se que deve haver uma temperatura ótima de operação, mas que os efeitos do pH e da concentração de vitamina na faixa considerada sejam menos relevantes. Delineie suas hipóteses de trabalho e proponha um plano experimental que permita definir uma condição ótima de operação. Por questões associadas ao custo experimental, não é possível realizar sob nenhuma hipótese mais do que 40 experimentos.

- 3- A velocidade de uma certa reação química é função de três variáveis: temperatura, concentração de reagente e velocidade de agitação. O sistema real responde da seguinte maneira:

$$r = \left(1 - \exp\left(-\frac{w}{1000}\right) \right) \exp\left(-3000\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{323}\right)\right) C$$

onde r é a velocidade específica de reação (mol/L/h), w é a velocidade de agitação (rpm), T é a temperatura de reação (K) e C é a concentração de reagente (mol/L). Um experimentador bastante experiente supõe que a taxa de reação depende da temperatura de reação, da concentração de reagente, da velocidade de agitação e da geometria das pás do agitador, pois acredita que a reação é limitada por difusão. As faixas de interesse são as seguintes: $303 \text{ K} \leq T \leq 363 \text{ K}$, $1 \text{ mol/L} \leq C \leq 3 \text{ mol/L}$, $100 \text{ rpm} \leq w \leq 2000 \text{ rpm}$, duas geometrias distintas para as pás do agitador.

- 3a) Monte um plano fatorial a dois níveis para o problema;
3b) “Execute” os experimentos com auxílio da equação proposta, somando à resposta um erro experimental normalmente distribuído, com média zero e variância igual a 1.0×10^{-4} ;
3c) Com os dados “experimentais” obtidos, analise os resultados através da análise linear tradicional e identifique as variáveis e interações relevantes;
3d) Repita os itens b e c para o caso em que a variância do erro experimental é igual a 1. Há conclusões distintas?

- 4- Um investigador está analisando como uma resposta experimental (y) e o respectivo erro experimental associado (σ_y^2) variam em função de duas variáveis independentes (x_1 e x_2). Por acreditar que y responde não linearmente a mudanças das condições experimentais e que σ_y^2 não varia muito na região considerada, o investigador propõe que o plano seja formulado com três níveis ($NL=3$), mas que as réplicas sejam feitas apenas nas condições extremas (x_1 e x_2 iguais a -1 ou +1). Analise se o plano proposto é ortogonal.
- 5- Quadrados latinos foram usados para avaliar o efeito de fatores externos sobre uma certa resposta experimental (ganho de peso de populações de cobaias alimentadas com rações de diferentes composições). Quatro rações diferentes foram usadas e os resultados obtidos são apresentados abaixo.

1	2	3	4
3	4	1	2
4	1	2	3
2	3	4	1

0.5	1.2	1.2	1.3
1.6	1.7	0.7	1.4
1.5	0.6	1.0	1.2
1.1	1.0	1.3	0.5

No quadrado latino da esquerda são mostradas as condições de experimentação, enquanto no quadrado latino da direita são mostrados os resultados experimentais obtidos em cada condição. Pergunta-se:

- 5a) As rações afetam o ganho de peso das cobaias?
5b) Você acha que há fatores externos influenciando as análises experimentais?