

## 4 Experimentos Mistura-Processo

Em certas situações podem existir outros fatores, além das proporções dos componentes, que afetem as características da mistura. Tais fatores são denominados variáveis de processo, as quais são freqüentemente incluídas no experimento na forma de projetos fatoriais. Assim sendo, é de interesse determinar não só as proporções ótimas dos componentes da mistura, mas também os níveis ótimos das variáveis de processo. Tal experimento é denominado Experimento Mistura-Processo (EMP).

Cornell (2002), que é a principal referência sobre EM, dedica o Capítulo 7 aos casos de EMP. Myers & Montgomery (2002) dedicam os Capítulos 12 e 13 a EM e EMP, constituindo uma boa introdução ao assunto.

Kowalski *et al.* (2002), Prescott (2004) e Sahni *et al.* (2009) analisaram a modelagem de EMP.

Goldfarb *et al.* (2004a) propõem um método gráfico (gráfico de dispersão de variância) para o planejamento de EMP. O gráfico de dispersão de variância apresenta uma maneira visual de avaliar as propriedades da variância de um EMP dentro do espaço combinado de variáveis de mistura e de processo. Essa informação pode ser utilizada para selecionar experimentos com um perfil de variância aceitável.

Goldfarb *et al.* (2003), Goldfarb *et al.* (2004b) e Chung *et al.* (2007) consideram o caso em que, além dos componentes da mistura e de variáveis de processo (fatores controlados), há fatores que não são controlados no processo produtivo (variáveis de ruído), embora possam ser controlados em experimentos de laboratório. Os autores tratam de modelos que permitem escolher os valores das variáveis controláveis (de mistura e de processo) que tornam o processo mais robusto em relação às variáveis de ruído.

#### 4.1. Modelo para Variáveis de Processo

Um modelo adequado para  $r$  variáveis de processo  $z_1, z_2, \dots, z_r$ , envolvendo termos de segunda ordem é (Cornell, 2002):

$$Q(\boldsymbol{\delta}, \mathbf{z}) = \delta_0 + \sum_{l=1}^r \delta_l z_l + \sum_{l=1}^r \delta_{ll} z_l^2 + \sum_{l < m}^r \delta_{lm} z_l z_m \quad (4.1)$$

onde os  $\delta$ s são os coeficientes dos parâmetros do modelo para variáveis de processo.

O experimento para as variáveis de processo pode ser um projeto fatorial em dois ou mais níveis. Para incluir no modelo os termos com a variável  $z_j^2$  é necessário um experimento com, pelo menos, três níveis de cada variável de processo e um número total de pontos que seja suficiente para ajustar e testar o modelo. Para ajustar um modelo sem a variável  $z_j^2$ , considerando apenas os efeitos principais das variáveis de processo e interações entre elas, são necessários apenas dois níveis de cada variável (Myers & Montgomery, 2002).

#### 4.2. Modelos para Mistura incluindo Variáveis de Processo

Em EMP, o planejamento experimental é estabelecido por meio de uma combinação do planejamento associado às variáveis de mistura com um planejamento associado às variáveis de processo, estabelecendo-se um planejamento de misturas para cada combinação dos níveis das variáveis de processo. Na Figura 17 é apresentado um planejamento experimental para um caso de mistura de três componentes e duas variáveis de processo.

Os pontos dos triângulos representam o planejamento associado às variáveis de mistura e os 4 vértices de um suposto quadrado representam o planejamento associado às variáveis de processo.

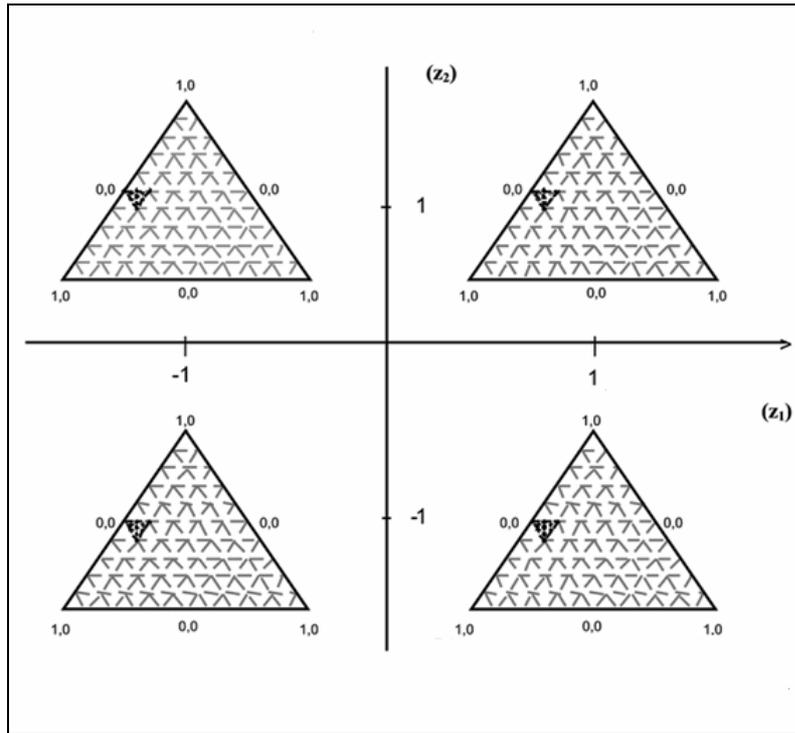


Figura 17 - Mistura de 3 componentes com 2 variáveis de processo

Para representar problemas do tipo mistura-processo, pode-se combinar aditivamente qualquer dos modelos para mistura vistos no Capítulo 2 com o modelo para as variáveis de processo. Seja  $f(\mathbf{x})$  o modelo para mistura e  $g(\mathbf{z})$  o modelo para as variáveis de processo apresentado na Equação (4.1). Então, o modelo aditivo combinado para o caso mistura-processo é (Prescott, 2004)

$$C(\mathbf{x}, \mathbf{z}) = f(\mathbf{x}) + g(\mathbf{z}) \tag{4.2}$$

Por exemplo, a forma do modelo aditivo combinado, que inclui o modelo cúbico de Scheffé para mistura apresentado na Equação (2.3) e o modelo quadrático reduzido, considerando apenas os efeitos principais das variáveis de processo e interações entre elas, é

$$C(\boldsymbol{\beta}, \boldsymbol{\delta}, \mathbf{x}, \mathbf{z}) = \sum_{i=1}^q (\delta_0 + \beta_i) x_i + \sum_{i<j}^q \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{i<j<k}^q \beta_{ijk} x_i x_j x_k + \sum_{i<j}^q \beta_{i-j} x_i x_j (x_i - x_j) + \sum_{l=1}^r \delta_l z_l + \sum_{l<m}^r \delta_{lm} z_l z_m \tag{4.3}$$

Note que o modelo combinado apresentado na Equação (4.3) não possui o termo independente proveniente do modelo para as variáveis de processo. O termo independente é eliminado do modelo combinado, uma vez que possui uma dependência linear com os termos  $\beta_i x_i$ , devido à restrição apresentada na Equação (2.1).

Pode-se também combinar aditivamente o modelo cúbico especial para EM com variável de folga, apresentado na Equação (3.2), com os efeitos principais das variáveis de processo e interações entre elas.

$$\begin{aligned}
 C(\boldsymbol{\alpha}, \boldsymbol{\delta}, \mathbf{x}, \mathbf{z}) = & (\alpha_0 + \delta_0) + \sum_{i=1}^{q-1} \alpha_i x_i + \sum_{i=1}^{q-1} \alpha_{ii} x_i^2 + \sum_{i<j}^{q-1} \alpha_{ij} x_i x_j + \\
 & + \sum_{i<j<k}^{q-1} \alpha_{ijk} x_i x_j x_k + \sum_{i<j}^{q-1} \alpha_{ijj} x_i x_j (x_i + x_j) + \\
 & + \sum_{l=1}^r \delta_l z_l + \sum_{l<m}^r \delta_{lm} z_l z_m
 \end{aligned} \tag{4.4}$$

Esses modelos aditivos não levam em consideração os efeitos das variáveis de processo sobre as propriedades linear e não linear dos componentes da mistura. Modelos alternativos foram sugeridos, com a introdução de termos “cruzados” em  $f(\mathbf{x})$  e  $g(\mathbf{z})$ . O modelo cruzado completo é (Prescott, 2004)

$$C(\mathbf{x}, \mathbf{z}) = f(\mathbf{x}) \times g(\mathbf{z}) \tag{4.5}$$

A forma do modelo multiplicativo combinado que inclui o modelo cúbico de Scheffé para mistura e apenas os efeitos principais das variáveis de processo é

$$\begin{aligned}
 C(\boldsymbol{\gamma}, \mathbf{x}, \mathbf{z}) = & \sum_{i=1}^q \gamma_i^0 x_i + \sum_{i<j}^q \gamma_{ij}^0 x_i x_j + \sum_{i<j<k}^q \gamma_{ijk}^0 x_i x_j x_k + \\
 & + \sum_{i<j}^q \gamma_{i-j}^0 x_i x_j (x_i - x_j) + \\
 & + \sum_{l=1}^r \left[ \begin{aligned} & \sum_{i=1}^q \gamma_i^l x_i + \sum_{i<j}^q \gamma_{ij}^l x_i x_j + \sum_{i<j<k}^q \gamma_{ijk}^l x_i x_j x_k + \\ & + \sum_{i<j}^q \gamma_{i-j}^l x_i x_j (x_i - x_j) \end{aligned} \right] z_l
 \end{aligned} \tag{4.6}$$

onde os  $\gamma$ 's são os parâmetros do modelo combinado de mistura incluindo variáveis de processo. Os índices inferiores de  $\gamma$  referem-se às variáveis de mistura e os superiores referem-se às variáveis de processo.

Uma outra forma do modelo multiplicativo combinado é o que inclui o modelo cúbico de Scheffé para mistura e o modelo quadrático reduzido para as variáveis de processo. Este modelo combinado é representado da seguinte forma:

$$\begin{aligned}
 C(\boldsymbol{\gamma}, \mathbf{x}, \mathbf{z}) = & \sum_{i=1}^q \gamma'_i x_i + \sum_{i<j}^q \gamma'_{ij} x_i x_j + \sum_{i<j<k}^q \gamma'_{ijk} x_i x_j x_k + \\
 & + \sum_{i<j}^q \gamma'_{i-j} x_i x_j (x_i - x_j) + \\
 & + \sum_{l=1}^r \left[ \begin{aligned} & \sum_{i=1}^q \gamma'_i x_i + \sum_{i<j}^q \gamma'_{ij} x_i x_j + \sum_{i<j<k}^q \gamma'_{ijk} x_i x_j x_k + \\ & + \sum_{i<j}^q \gamma'_{i-j} x_i x_j (x_i - x_j) \end{aligned} \right] z_l + \tag{4.7} \\
 & + \sum_{l<m}^r \left[ \begin{aligned} & \sum_{i=1}^q \gamma'_i x_i + \sum_{i<j}^q \gamma'_{ij} x_i x_j + \sum_{i<j<k}^q \gamma'_{ijk} x_i x_j x_k + \\ & + \sum_{i<j}^q \gamma'_{i-j} x_i x_j (x_i - x_j) \end{aligned} \right] z_l z_m
 \end{aligned}$$

Pode-se também ter combinações multiplicativas dos modelos para EM com variável de folga com os modelos para as variáveis de processo. Segue um exemplo de combinação multiplicativa do modelo cúbico especial com variável de folga com o modelo quadrático reduzido para as variáveis de processo.

$$\begin{aligned}
 C(\boldsymbol{\gamma}, \mathbf{x}, \mathbf{z}) = & \gamma_0 + \sum_{i=1}^{q-1} \gamma_i x_i + \sum_{i=1}^{q-1} \gamma_{ii} x_i^2 + \sum_{i<j}^{q-1} \gamma_{ij} x_i x_j + \\
 & + \sum_{i<j<k}^{q-1} \gamma_{ijk} x_i x_j x_k + \sum_{i<j}^{q-1} \gamma_{i+j} x_i x_j (x_i + x_j) + \\
 & + \sum_{l=1}^r \left[ \begin{aligned} & \gamma'_0 + \sum_{i=1}^{q-1} \gamma'_i x_i + \sum_{i=1}^{q-1} \gamma'_{ii} x_i^2 + \sum_{i<j}^{q-1} \gamma'_{ij} x_i x_j + \\ & + \sum_{i<j<k}^{q-1} \gamma'_{ijk} x_i x_j x_k + \sum_{i<j}^{q-1} \gamma'_{i+j} x_i x_j (x_i + x_j) \end{aligned} \right] z_l + \tag{4.8} \\
 & + \sum_{l<m}^r \left[ \begin{aligned} & \gamma_0^{lm} + \sum_{i=1}^{q-1} \gamma_i^{lm} x_i + \sum_{i=1}^{q-1} \gamma_{ii}^{lm} x_i^2 + \sum_{i<j}^{q-1} \gamma_{ij}^{lm} x_i x_j + \\ & + \sum_{i<j<k}^{q-1} \gamma_{ijk}^{lm} x_i x_j x_k + \sum_{i<j}^{q-1} \gamma_{i+j}^{lm} x_i x_j (x_i + x_j) \end{aligned} \right] z_l z_m
 \end{aligned}$$

No entanto, pode-se também considerar os modelos combinados que incluem termos de modelos aditivos e multiplicativos simultaneamente. Na Seção 4.4.3 serão apresentados os modelos obtidos com a introdução simultânea de termos de modelos aditivos e multiplicativos.

### 4.3. Experimento Mistura-Processo D-ótimo

Quando há restrições nas proporções dos componentes da mistura é recomendável a utilização de experimentos gerados segundo algum critério de otimização (Cornell, 2002). Conforme apresentado na Seção 2.4.2, Cornell (2002) descreve quatro critérios de otimização alfabética (A-otimização, D-otimização, G-otimização e V-otimização) para a escolha dos pontos experimentais. Tais critérios são baseados na otimização de alguma função da matriz de informação ( $\mathbf{W}'\mathbf{W}$ ), onde  $\mathbf{W}$  é uma matriz ( $n \times p$ ),  $n$  é o número de observações do experimento e  $p$  é o número de parâmetros do modelo, cujos elementos são as proporções dos componentes da mistura,  $x_i$ , os níveis das variáveis de processo,  $z_i$ , e funções de  $x_i$  e  $z_i$ , tais como interações.

O modelo geral combinado de mistura com inclusão de variáveis de processo é representado na forma matricial:

$$\begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ y_3 \\ \vdots \\ y_n \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} w_{11} & w_{12} & \cdots & w_{1p} \\ w_{21} & w_{22} & \cdots & w_{2p} \\ w_{31} & w_{32} & \cdots & w_{3p} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ w_{n1} & w_{n2} & \cdots & w_{np} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \beta_1 \\ \beta_2 \\ \beta_3 \\ \vdots \\ \beta_p \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \vdots \\ \varepsilon_n \end{bmatrix} \quad (4.9)$$

Para  $n$  observações,  $\mathbf{y}$  é um vetor ( $n \times 1$ ) das observações,  $\boldsymbol{\beta}$  é um vetor ( $p \times 1$ ) dos coeficientes e  $\boldsymbol{\varepsilon}$  é um vetor ( $n \times 1$ ) dos erros aleatórios. No modelo linear clássico,  $\boldsymbol{\varepsilon}$  é considerado com distribuição normal multivariada, ou seja,  $\boldsymbol{\varepsilon} \sim N(\mathbf{0}, \mathbf{I}\sigma^2)$ . O vetor de estimativa dos coeficientes é  $\hat{\boldsymbol{\beta}} = (\mathbf{W}'\mathbf{W})^{-1} \mathbf{W}'\mathbf{y}$  e a matriz de variância-covariância é  $\text{var}(\hat{\boldsymbol{\beta}}) = \sigma^2 (\mathbf{W}'\mathbf{W})^{-1}$ . O valor da previsão da resposta no ponto  $\mathbf{w}$  ( $\mathbf{w}$  é uma linha da matriz  $\mathbf{W}$ ) é  $\hat{y}(\mathbf{w})$  e sua variância é

$$\text{var}[\hat{y}(\mathbf{w})] = \sigma^2 \mathbf{w}' (\mathbf{W}'\mathbf{W})^{-1} \mathbf{w} \quad (4.10)$$

O *software* Design-Expert<sup>®</sup>, desenvolvido e distribuído pela empresa Stat-Ease, utiliza o critério D-otimização para a escolha dos pontos experimentais.

Myers & Montgomery (2002) definem o critério D-otimização utilizando a matriz de momento  $\mathbf{M} = \mathbf{W}'\mathbf{W}/n$ . Segundo estes autores, um experimento D-ótimo é aquele que faz com que o determinante da matriz de momento,  $|\mathbf{M}|$ , seja

maximizado. Eles demonstram que o determinante da matriz de momento possui a seguinte propriedade:

$$|\mathbf{M}| = \frac{|\mathbf{W}'\mathbf{W}|}{n^p} \quad (4.11)$$

Com isso, e supondo que os erros são normalmente distribuídos, independentes e com variância constante, o determinante  $|\mathbf{W}'\mathbf{W}|$  é inversamente proporcional ao quadrado do volume da região de confiança sobre os coeficientes regressores. Quando  $|\mathbf{W}'\mathbf{W}|$  é pequeno, significa que o inverso de  $|\mathbf{W}'\mathbf{W}|$  é grande, sendo, então, o volume da região de confiança grande e, portanto, a estimativa de  $\beta$  não é considerada boa (Myers & Montgomery, 2002, Apêndice 7).

Portanto, o projeto de experimento D-ótimo é aquele que minimiza o volume do elipsóide de confiança sobre  $\beta$ , o que é conseguido maximizando o determinante  $|\mathbf{W}'\mathbf{W}|$ . Analisando a Equação (4.11), pode-se concluir que maximizar o determinante  $|\mathbf{W}'\mathbf{W}|$  é equivalente a maximizar o determinante da matriz de momento,  $|\mathbf{M}|$ .

#### 4.4. Exemplo 3

Os componentes da mistura são Zarfesil ( $x_1$ ), Vidro Moído ( $x_2$ ) e Nitrocelulose ( $x_3$ ), com as seguintes restrições nas proporções:

$$x_1 + x_2 + x_3 = 1$$

$$0,77 \leq x_1 \leq 0,81$$

$$0,14 \leq x_2 \leq 0,18$$

$$0,05 \leq x_3 \leq 0,07$$

Além das variáveis de mistura, foram consideradas outras duas variáveis que também podem afetar as características da mistura. A primeira é a granulometria ( $z_1$ ), a qual pode ser considerada como uma variável categórica de processo e terá dois níveis. A granulometria atualmente utilizada na produção do misto de retardo é a 20-30 (nível [-1]), no entanto, a granulometria 25-30 (nível [1]) pode proporcionar uma redução na variabilidade dos tempos de queima. A segunda variável ( $z_2$ ) pode ser considerada uma variável de projeto, pois consiste

em uma modificação do projeto original do mecanismo de retardo. Foi sugerida a introdução de um orifício para escape de gases durante a reação de queima do misto de retardo, fazendo com que esta reação sempre ocorra a uma pressão aproximadamente igual à pressão atmosférica. Atualmente, a reação de queima ocorre em um ambiente confinado, fazendo com que esta ocorra a uma pressão em regime transiente. A introdução do orifício para escape de gases pode contribuir para a redução da variabilidade da resposta. Essa variável de projeto pode ser tratada como uma variável de processo categórica, a qual será experimentada também em dois níveis (sem orifício [-1] e com orifício [1]).

Dessa forma, o problema do misto de retardo pode ser tratado como um experimento de mistura com três componentes, incluindo duas variáveis categóricas de processo, as quais podem ser representadas da forma  $z_l = -1, 1; l=1, 2$ .

Com as restrições nos componentes da mistura, a região experimental resultante passa a ser uma sub-região do espaço experimental original. Nestas condições, Cornell (2002) recomenda a utilização de algum algoritmo computacional para a escolha dos pontos experimentais segundo algum critério de otimização, partindo de alguns pontos candidatos previamente selecionados. O software Design-Expert® 7 oferece a opção de planejar experimentos com mistura com restrições nas proporções dos componentes e incluindo variáveis de processo. Para a escolha dos pontos experimentais, partindo de um conjunto de pontos candidatos previamente selecionados, o *software* utiliza o critério D-otimização, o qual foi apresentado na Seção 4.3.

Conforme apresentado na Seção 2.2, quando há a presença de restrições superiores e inferiores simultaneamente em um EMP, escolhe-se os L-pseudocomponentes se  $(1-L) < (U-1)$ , onde  $L = \sum_{i=1}^q L_i$  e  $U = \sum_{i=1}^q U_i$ . No caso em questão, optou-se pelos L-pseudocomponentes, já que  $(1-L) = 0,04$  e  $(U-1) = 0,06$ .

Para o problema do misto de retardo, o Design-Expert® gerou um experimento D-ótimo conforme apresentado na Tabela 7, onde estão os resultados obtidos na seqüência aleatória de execução em que foram realizados os experimentos.

Tabela 7 - Experimento do misto de retardo D-ótimo com L-pseudocomponentes

<i>Run</i>	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$v_1$	$v_2$	$v_3$	$z_1$	$z_2$	Tempo (s)
1	0,77	0,18	0,05	0	1	0	1	1	12,9
2	0,79	0,16	0,05	0,5	0,5	0	1	1	7,3
3	0,77	0,18	0,05	0	1	0	1	1	13,7
4	0,81	0,14	0,05	1	0	0	1	-1	4,4
5	0,77	0,16	0,07	0	0,5	0,5	1	-1	6,1
6	0,77	0,18	0,05	0	1	0	-1	1	13,0
7	0,7825	0,1525	0,065	0,3125	0,3125	0,375	-1	-1	9,5
8	0,81	0,14	0,05	1	0	0	1	1	7,2
9	0,81	0,14	0,05	1	0	0	-1	-1	5,0
10	0,77	0,17	0,06	0	0,75	0,25	-1	-1	12,3
11	0,77	0,16	0,07	0	0,5	0,5	-1	-1	5,9
12	0,7825	0,1525	0,065	0,3125	0,3125	0,375	1	1	10,7
13	0,79	0,16	0,05	0,5	0,5	0	1	1	8,7
14	0,79	0,14	0,07	0,5	0	0,5	1	1	5,9
15	0,8	0,14	0,06	0,75	0	0,25	1	-1	5,6
16	0,79	0,14	0,07	0,5	0	0,5	1	-1	5,1
17	0,81	0,14	0,05	1	0	0	1	1	5,6
18	0,79	0,14	0,07	0,5	0	0,5	-1	-1	4,9
19	0,77	0,17	0,06	0	0,75	0,25	-1	-1	14,9
20	0,79	0,16	0,05	0,5	0,5	0	-1	-1	6,5
21	0,79	0,14	0,07	0,5	0	0,5	1	1	6,1
22	0,8	0,14	0,06	0,75	0	0,25	1	1	6,0
23	0,79	0,14	0,07	0,5	0	0,5	-1	1	5,9
24	0,77	0,17	0,06	0	0,75	0,25	-1	1	14,6
25	0,81	0,14	0,05	1	0	0	-1	1	7,9
26	0,77	0,16	0,07	0	0,5	0,5	1	1	7,3
27	0,77	0,18	0,05	0	1	0	-1	-1	13,5
28	0,7975	0,1475	0,055	0,6875	0,1875	0,125	-1	-1	5,3
29	0,77	0,18	0,05	0	1	0	-1	-1	12,7
30	0,7825	0,1525	0,065	0,3125	0,3125	0,375	1	-1	10,9
31	0,77	0,17	0,06	0	0,75	0,25	-1	-1	14,5
32	0,81	0,14	0,05	1	0	0	-1	-1	6,0
33	0,79	0,16	0,05	0,5	0,5	0	1	-1	7,3
34	0,77	0,16	0,07	0	0,5	0,5	-1	1	8,2
35	0,79	0,16	0,05	0,5	0,5	0	-1	1	8,7
36	0,8	0,14	0,06	0,75	0	0,25	1	1	6,8
37	0,77	0,16	0,07	0	0,5	0,5	1	1	5,6
38	0,77	0,18	0,05	0	1	0	1	-1	10,9
39	0,7825	0,1525	0,065	0,3125	0,3125	0,375	-1	1	12,2

A Figura 18 apresenta graficamente o planejamento experimental da Tabela 7.

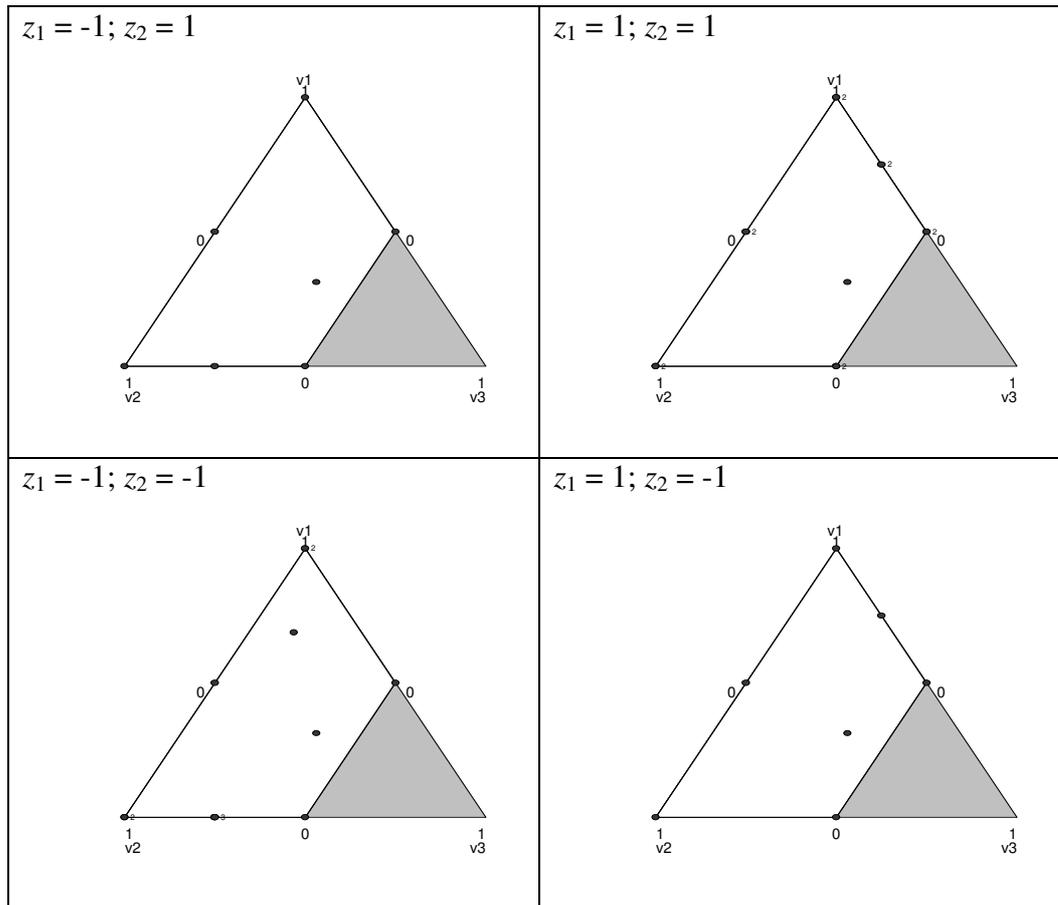


Figura 18 - Experimento do misto de retardo D-Ótimo com L-pseudocomponentes

O próximo passo consiste em ajustar um modelo adequado. Serão analisadas as combinações aditiva e multiplicativa do modelo de mistura de Scheffé e com variável de folga com o modelo para as variáveis de processo.

**4.4.1. Combinação Aditiva: Modelos de Scheffé e com Variável de Folga**

Inicialmente, será analisada a combinação aditiva do modelo cúbico de Scheffé para mistura e o modelo quadrático reduzido para as variáveis de processo. A forma do modelo completo foi apresentada na Equação (4.3).

Partindo do modelo completo, foi ajustado o seguinte modelo:

$$\hat{y} = 5,99v_1 + 12,74v_2 - 39,27v_3 + 0,62z_2 - 7,32v_1v_2 + 88,93v_1v_3 + 78,97v_2v_3 - 60,51v_1v_3(v_1 - v_3) \tag{4.12}$$

Observe que este modelo não inclui a variável de processo  $z_1$ . Na Tabela 8 são apresentados os resultados do teste  $t$  para o Modelo (4.12).

Utilizando os resíduos *studentized*, foram construídos os gráficos de diagnóstico (Figuras 19 a 22) para a verificação da adequação do modelo.

Tabela 8 - Teste do Modelo (4.12)

	estimativa dos coeficientes	desvio-padrão	$t$ -valor	$p$ -valor
$v_1$	5,98550	0,352244	16,993	0,0000
$v_2$	12,7444	0,342325	37,229	0,0000
$v_3$	-39,2669	3,60628	-10,888	0,0000
$z_2$	0,616351	0,141265	4,363	0,0001
$v_1v_2$	-7,32454	1,72590	-4,244	0,0002
$v_1v_3$	88,9287	7,01972	12,668	0,0000
$v_2v_3$	78,9747	6,56109	12,037	0,0000
$v_1v_3(v_1 - v_3)$	-60,5146	7,20218	-8,402	0,0000

No gráfico de probabilidade normal dos resíduos *studentized*, mostrado na Figura 19, pode-se observar que não há indicação de que a suposição de normalidade não deva ser aceita, já que não há pontos muito fora do alinhamento.

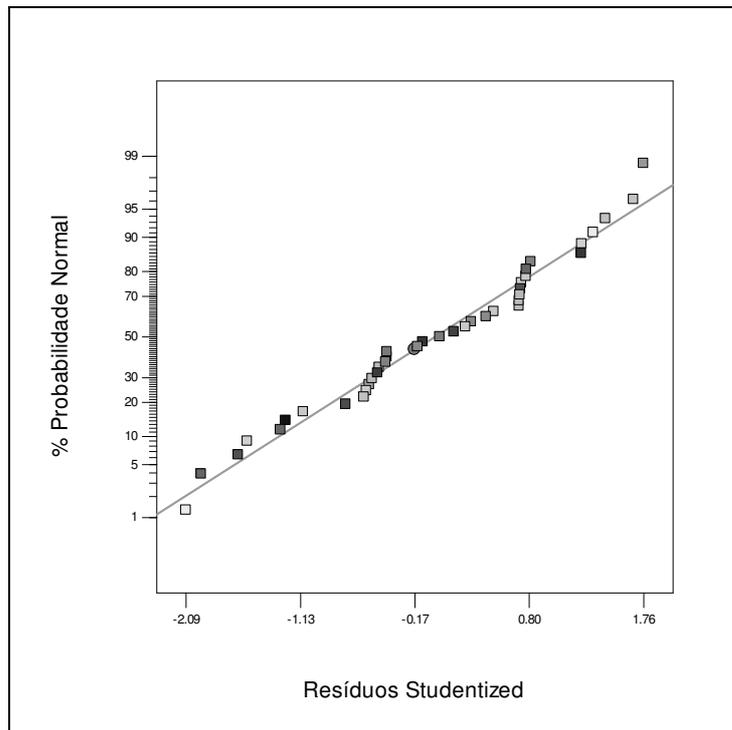


Figura 19 - Gráfico de probabilidade normal dos resíduos *studentized*

Para verificar a suposição de independência, há o gráfico de resíduos *studentized* das observações na ordem em que foram realizados os experimentos (ver Figura 20).

Como os resíduos do gráfico mostrado na Figura 20 estão aleatoriamente distribuídos e sem qualquer tendência evidente que os correlacione, não há razão para se suspeitar que a suposição de independência não seja válida.

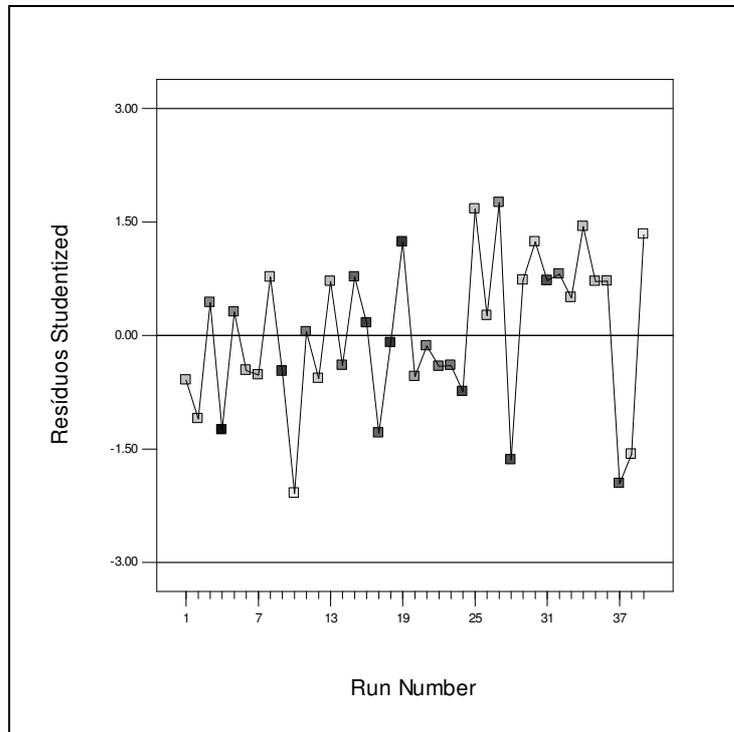


Figura 20 - Gráfico de resíduos *studentized versus run number*

Para verificar a aditividade do modelo inerente ao modelo linear, há o gráfico dos resíduos *studentized versus* valores ajustados, mostrado na Figura 21.

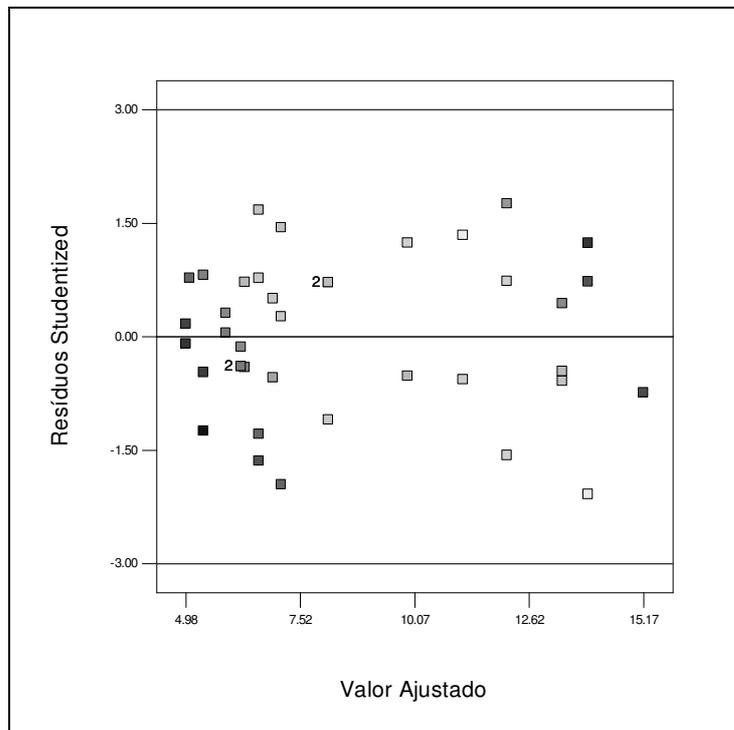


Figura 21 - Gráfico de resíduos *studentized versus* valor ajustado

Como os resíduos mostrados no gráfico da Figura 21 seguem distribuídos aleatoriamente em torno de zero, não há razão para se suspeitar que a suposição de aditividade não deva ser aceita.

Para verificar a suposição de constância da variância é construído o gráfico do valor absoluto dos resíduos *studentized* versus valor ajustado, o qual é mostrado na Figura 22. Neste gráfico pode-se verificar que não há a indicação de crescimento da variância com o aumento do valor ajustado. Ademais, utilizando a Equação (3.2), tem-se que  $ET = 1,43$ . Na distribuição qui-quadrado com um grau de liberdade,  $ET = 1,43$  corresponde a um  $p$ -valor de 0,233. Então, não se rejeita a hipótese de que a variância não aumente quando a média aumenta.

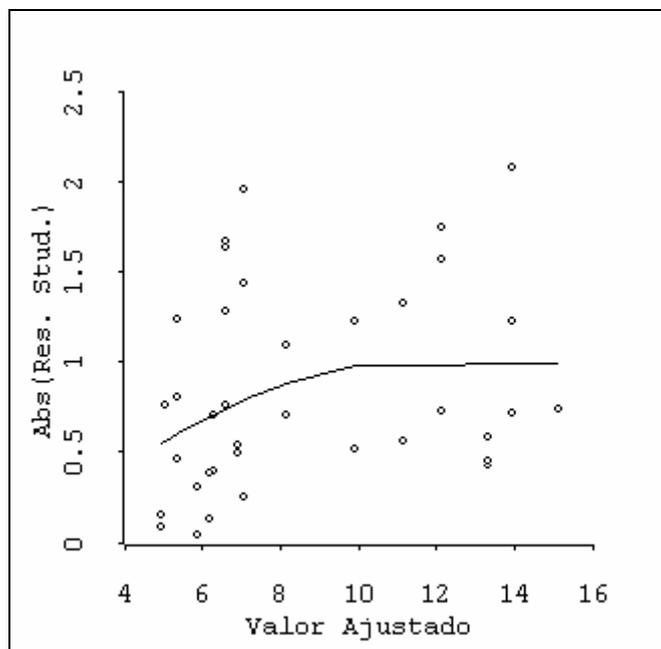


Figura 22 - Gráfico para verificação de não constância da variância

Com isso, foi verificada a adequação do Modelo (4.12).

O objetivo do experimento é encontrar a formulação ideal de forma que o valor esperado do tempo de queima seja igual a 8 segundos. Tal tempo é o que maximiza o alcance do foguete.

Nas Figuras 23 e 24 são apresentados os gráficos de contorno da previsão da resposta e do desvio-padrão da média de futuras respostas em função dos L-pseudocomponentes, considerando o Modelo (4.12) com  $z_2 = 1$ .

Várias formulações podem resultar em futuras previsões da resposta igual a 8 segundos. Por conseguinte, um objetivo desejável é minimizar a variância de uma futura resposta entre as combinações de formulações e variáveis categóricas de processo que resultam num valor esperado da resposta igual a 8 segundos. Com

isso, deve-se realizar um procedimento de otimização mais rigoroso, o qual será descrito a seguir.

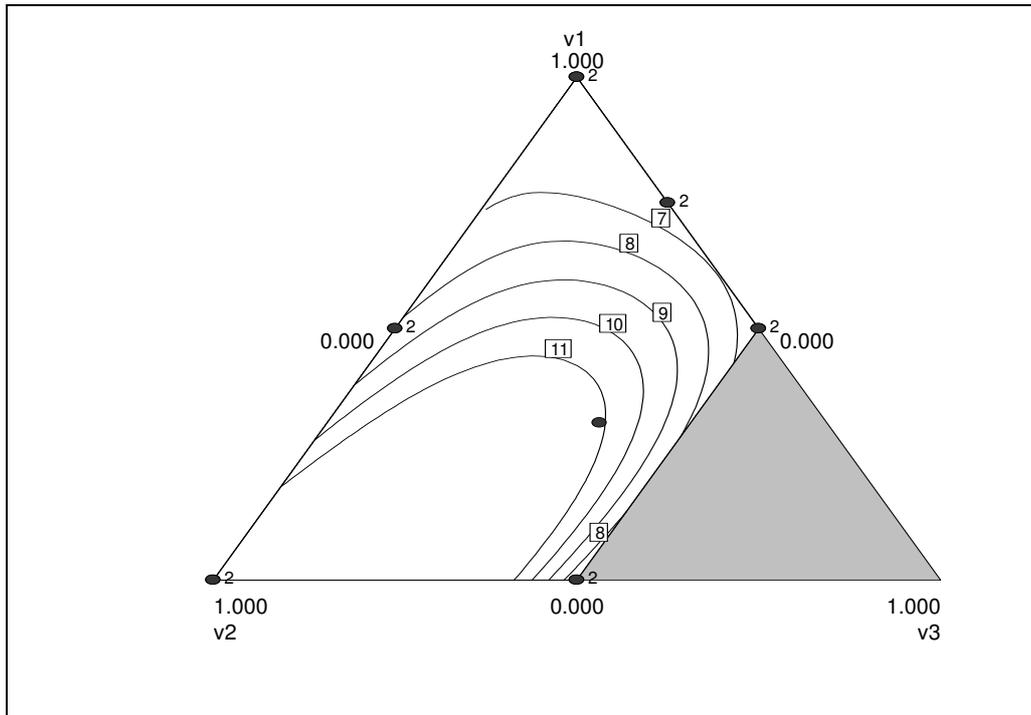


Figura 23 - Gráfico de contorno da previsão da resposta para o Modelo (4.12)

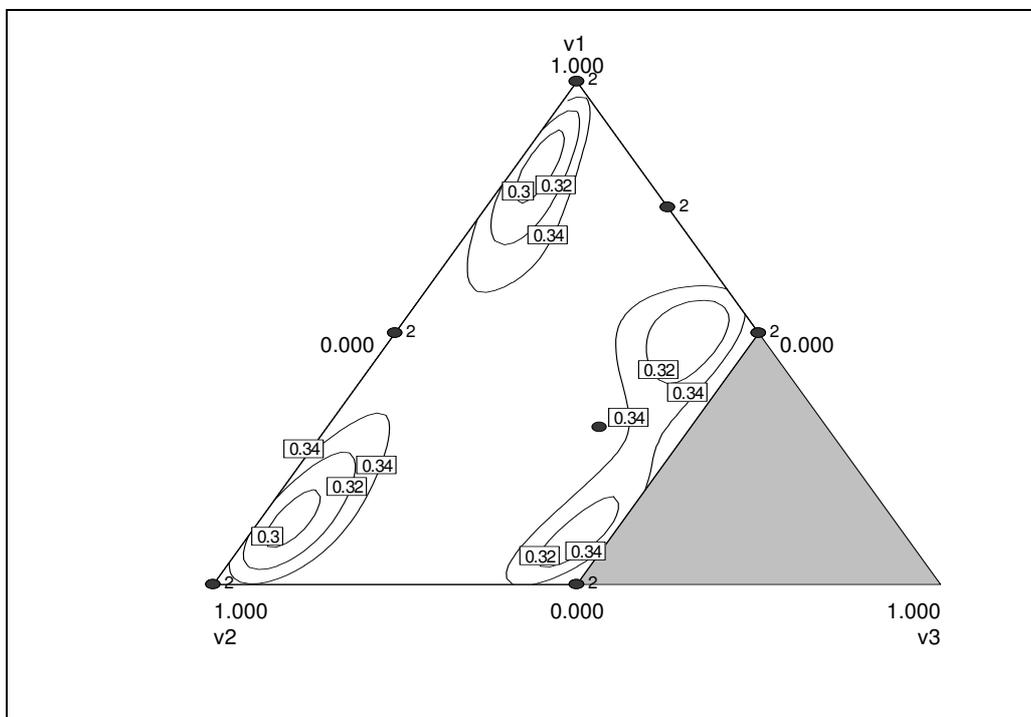


Figura 24 - Gráfico de contorno do desvio-padrão para o Modelo (4.12)

O vetor de estimativa dos coeficientes é  $\hat{\beta} = (W'W)^{-1} W'y$  e a matriz de variância-covariância é  $\text{var}(\hat{\beta}) = \sigma^2 (W'W)^{-1}$ . O valor da previsão da resposta no

ponto  $\mathbf{w}$  ( $\mathbf{w}'$  é uma linha da matriz  $\mathbf{W}$ ) é representado por  $\hat{y}(\mathbf{w})$  e sua variância é  $\text{var}[\hat{y}(\mathbf{w})] = \sigma^2 \mathbf{w}'(\mathbf{W}'\mathbf{W})^{-1} \mathbf{w}$ . Supondo um ponto qualquer  $\mathbf{w}_0$  no espaço dos componentes da mistura e das variáveis de processo, o modelo no ponto pode ser representado da seguinte forma:  $y(\mathbf{w}_0) = \mathbf{w}_0' \boldsymbol{\beta} + \varepsilon$ .

A estimativa de uma nova resposta neste ponto é a mesma estimativa da média:

$$E[\hat{y}(\mathbf{w}_0)] = \mathbf{w}_0' \hat{\boldsymbol{\beta}} \quad (4.13)$$

A variância de uma nova resposta neste ponto é então:

$$\begin{aligned} \text{var}[y(\mathbf{w}_0)] &= \text{var}(\mathbf{w}_0' \hat{\boldsymbol{\beta}} + \varepsilon) = \text{var}(\mathbf{w}_0' \hat{\boldsymbol{\beta}}) + \text{var}(\varepsilon) \\ &= \sigma^2 \mathbf{w}_0' (\mathbf{W}\mathbf{W})^{-1} \mathbf{w}_0 + \sigma^2 \end{aligned} \quad (4.14)$$

Ou então:

$$\text{var}[y(\mathbf{w}_0)] = \sigma^2 [\mathbf{w}_0' (\mathbf{W}'\mathbf{W})^{-1} \mathbf{w}_0 + 1] \quad (4.15)$$

Pode-se então formular o problema da seguinte forma:

$$\min \text{var}[y(\mathbf{w}_0)] = \sigma^2 [\mathbf{w}_0' (\mathbf{W}'\mathbf{W})^{-1} \mathbf{w}_0 + 1]$$

Sujeito a:

$$E[y(\mathbf{w}_0)] = \mathbf{w}_0' \boldsymbol{\beta} = 8;$$

$$v_1 + v_2 + v_3 = 1;$$

$$0 \leq v_1 \leq 1;$$

$$0 \leq v_2 \leq 1;$$

$$0 \leq v_3 \leq 0,5;$$

$$z_2 = -1, \quad 1.$$

Como  $z_1$  não faz parte do modelo, a solução do problema não depende do nível desta variável de processo. Usando uma rotina de busca exaustiva codificada em Matlab<sup>®</sup>, foram encontradas as seguintes soluções:

$$v_1 = 0,5116; \quad v_2 = 0,0690; \quad v_3 = 0,4194; \quad z_2 = 1.$$

$$\text{var}[y(\mathbf{w}_0)] = 0,8394$$

$$E[y(\mathbf{w}_0)] = 8,0001$$

Utilizando a Equação (2.8), tem-se a seguinte solução final em termos de componentes reais:

$$x_1 = 0,7905; \quad x_2 = 0,1428; \quad x_3 = 0,0668; \quad z_2 = 1.$$

Pode-se também ajustar os modelos combinados cúbico de mistura com variável de folga com o modelo quadrático reduzido para as variáveis de processo.

Admitindo  $v_1$  como variável de folga, ajustou-se o seguinte modelo:

$$\hat{y} = 6,06 - 40,43v_2 - 1,09v_3 + 0,57z_2 + 222,66v_2v_3 + 126,81v_2^2 - 208,02v_2^2v_3 - 241,60v_2v_3^2 - 79,65v_3^3 \quad (4.16)$$

Com os gráficos de diagnóstico (Figuras 25 a 28) foi possível verificar as suposições de normalidade, independência, aditividade do modelo inerente ao modelo linear. Com a Equação (3.2),  $ET = 2,16$ , que na distribuição qui-quadrado com um grau de liberdade corresponde a um  $p$ -valor de 0,142. Então, não se rejeita a hipótese de que a variância não aumente quando a média aumenta.

A minimização da variância de uma futura resposta conduziu ao seguinte resultado:

$$v_1 = 0,0074; v_2 = 0,5445; v_3 = 0,4481; z_2 = -1.$$

$$\text{var}[y(\mathbf{w}_0)] = 0,8031$$

$$E[y(\mathbf{w}_0)] = 8,0000$$

Utilizando a Equação (2.8), tem-se a seguinte solução final em termos de componentes reais:

$$x_1 = 0,7703; x_2 = 0,1618; x_3 = 0,0679; z_2 = -1.$$

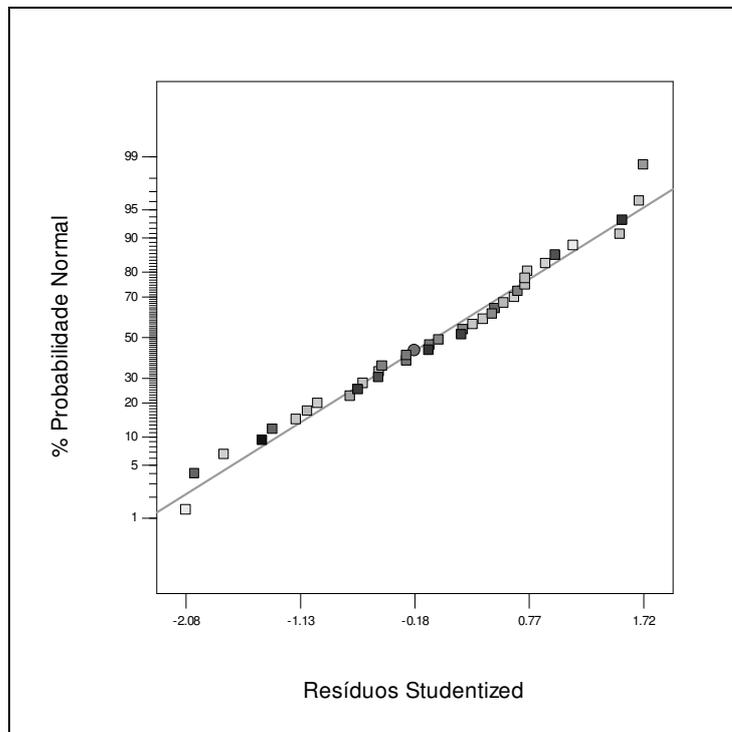


Figura 25 - Gráfico de probabilidade normal dos resíduos *studentized*

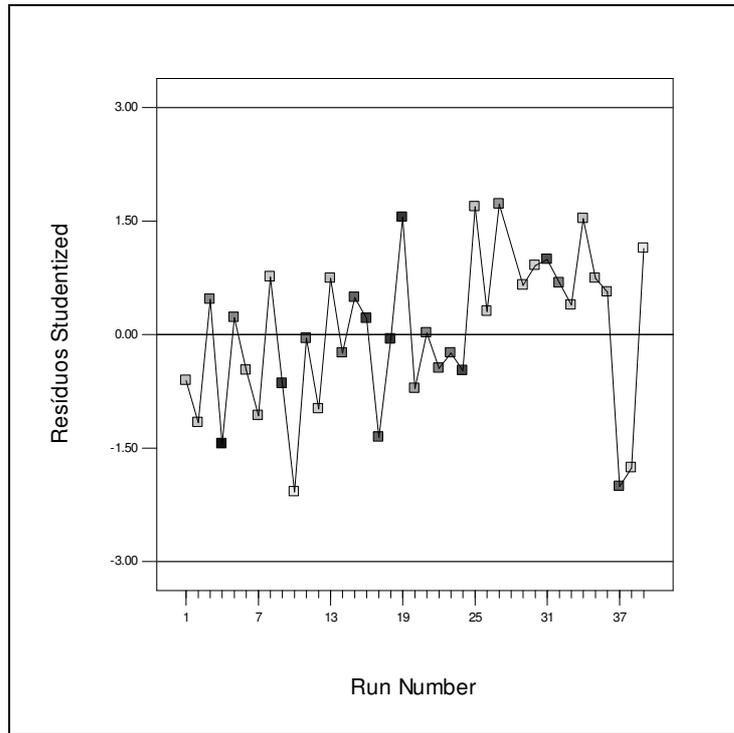


Figura 26 - Gráfico de resíduos *studentized* versus *run number*

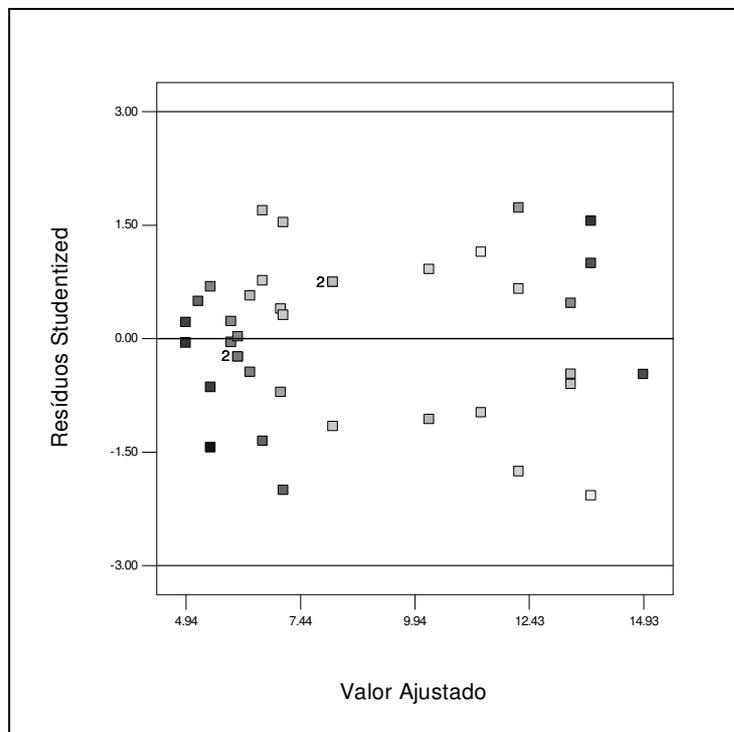


Figura 27 - Gráfico de resíduos *studentized* versus *valor ajustado*

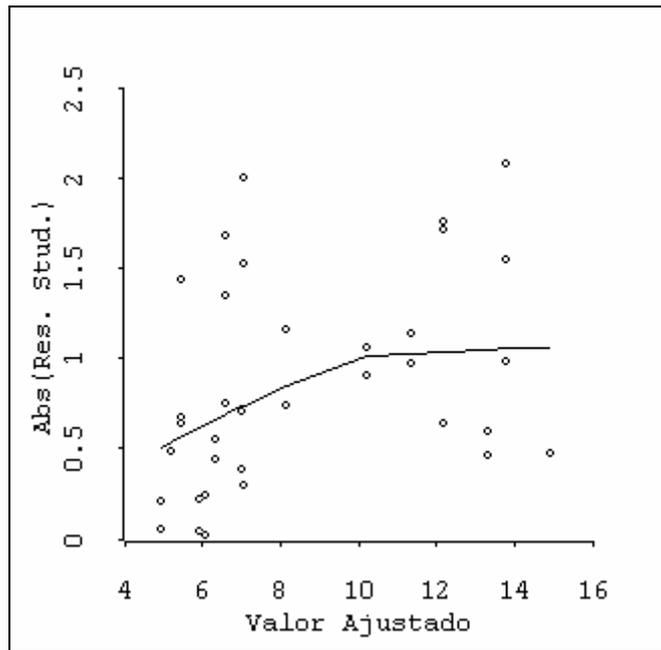


Figura 28 - Gráfico para verificação de não constância da variância

Admitindo agora  $v_2$  como variável de folga, foi ajustado o seguinte modelo:

$$\hat{y} = 12,92 + 11,66v_1 + 19,92v_3 - 0,28z_1 + 0,62z_2 - 71,70v_1^2 - 65,20v_3^2 + 34,49v_1v_3^2 + 53,11v_1^3 \quad (4.17)$$

Com os gráficos de diagnóstico (Figuras 29 a 32) foram também verificadas as suposições de normalidade, independência, aditividade do modelo inerente ao modelo linear e variância constante do Modelo (4.17). Utilizando a Equação (3.2), tem-se que  $ET = 2,13$ . Na distribuição qui-quadrado com um grau de liberdade,  $ET = 2,13$  corresponde a um  $p$ -valor de 0,144. Então, não se rejeita a hipótese de que a variância não aumente quando a média aumenta.

A minimização da variância de uma futura resposta conduziu ao seguinte resultado:

$$v_1 = 0,4386; v_2 = 0,1501; v_3 = 0,4113; z_1 = 1; z_2 = 1.$$

$$\text{var}[y(\mathbf{w}_0)] = 0,7280$$

$$E[y(\mathbf{w}_0)] = 8,0001$$

Utilizando a Equação (2.8), tem-se a seguinte solução final em termos de componentes reais:

$$x_1 = 0,7875; x_2 = 0,1460; x_3 = 0,0665; z_2 = 1; z_2 = 1.$$

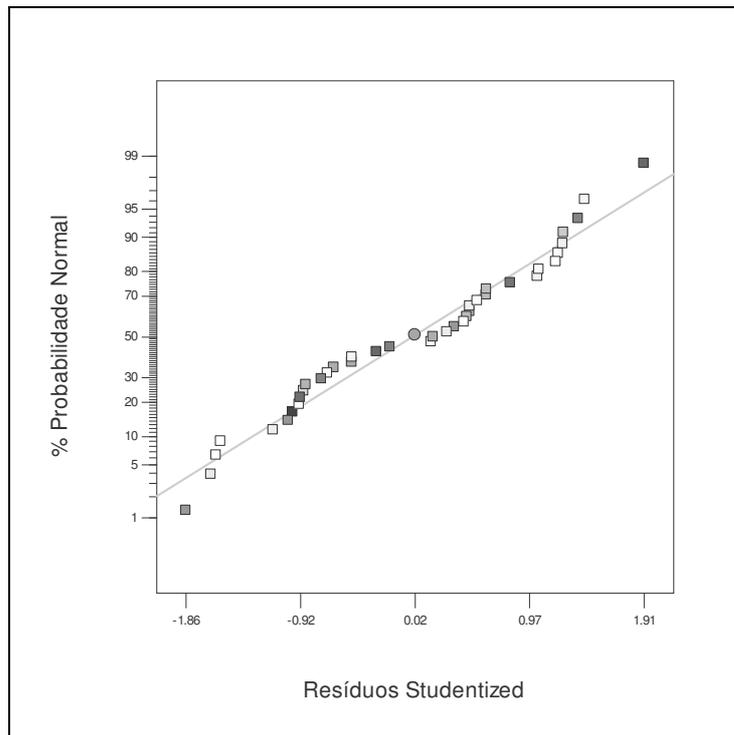


Figura 29 - Gráfico de probabilidade normal dos resíduos *studentized*

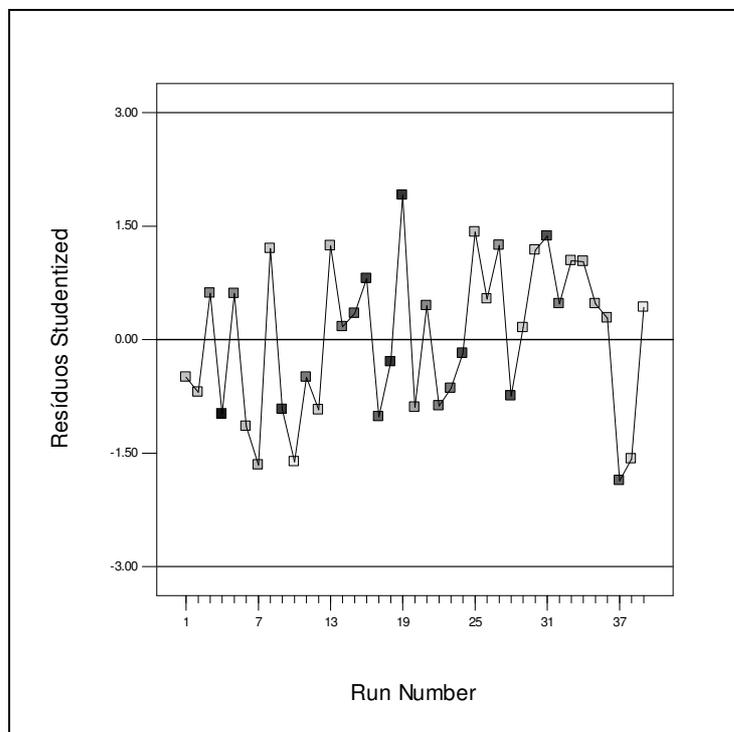


Figura 30 - Gráfico de resíduos *studentized* versus *run number*

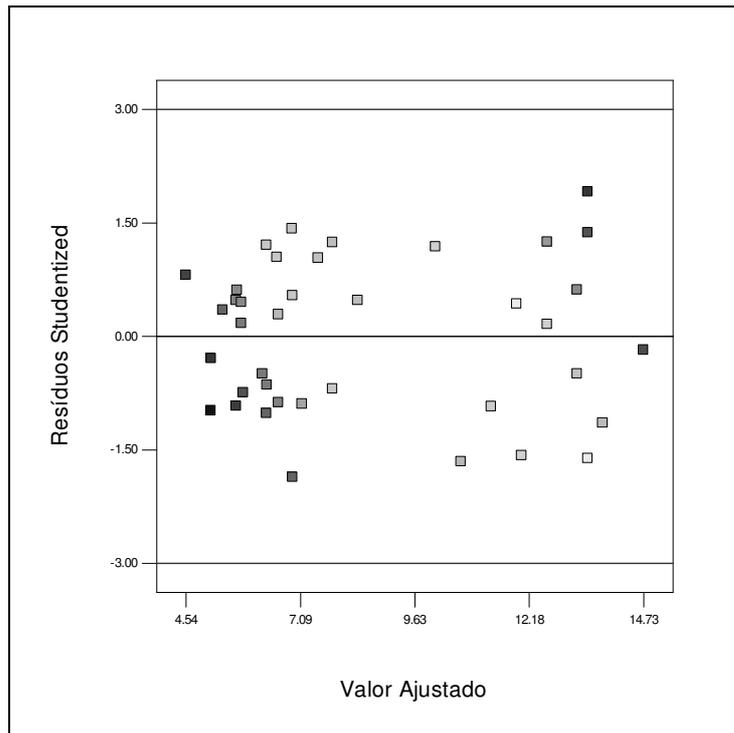


Figura 31 - Gráfico de resíduos *studentized* versus valor ajustado

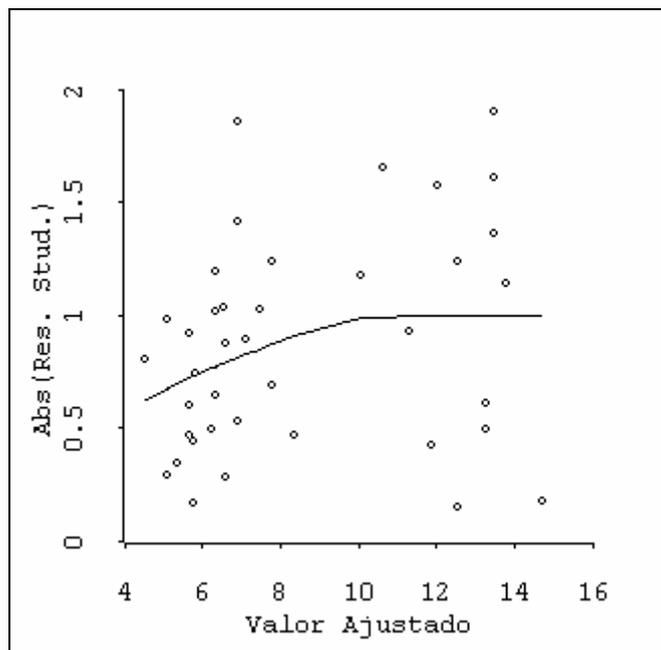


Figura 32 - Gráfico para verificação de não constância da variância

Por fim, admitindo  $v_3$  como variável de folga, ajustou-se o seguinte modelo:

$$\begin{aligned} \hat{y} = & -35,29 + 171,03v_1 + 119,29v_2 - 0,26z_1 + 0,61z_2 - \\ & - 237,34v_1v_2 - 228,01v_1^2 - 71,21v_2^2 + \\ & + 95,04v_1^2v_2 + 61,88v_1v_2^2 + 98,29v_1^3 \end{aligned} \tag{4.18}$$

Com os gráficos de diagnóstico (Figuras 33 a 36), não mostrados aqui, foi verificada a adequação do Modelo (4.18). Utilizando a Equação (3.2), tem-se que  $ET = 2,27$ . Na distribuição qui-quadrado com um grau de liberdade,  $ET = 2,27$  corresponde a um  $p$ -valor de 0,132. Então, não se rejeita a hipótese de que a variância não aumente quando a média aumenta.

A minimização da variância de uma futura resposta conduziu ao seguinte resultado:

$$v_1 = 0,0006; v_2 = 0,5389; v_3 = 0,4605; z_1 = -1; z_2 = -1.$$

$$\text{var}[y(\mathbf{w}_0)] = 0,7861$$

$$E[y(\mathbf{w}_0)] = 8,0001$$

Utilizando a Equação (2.8), tem-se a seguinte solução final em termos de componentes reais:

$$x_1 = 0,7700; x_2 = 0,1616; x_3 = 0,0684; z_2 = -1; z_2 = -1.$$

Dentre todos os modelos combinados aditivos analisados, o que proporcionou a menor variância de uma futura resposta no ponto de interesse foi o modelo aditivo combinado com variável de folga  $v_2$ , conforme a Equação (4.17).

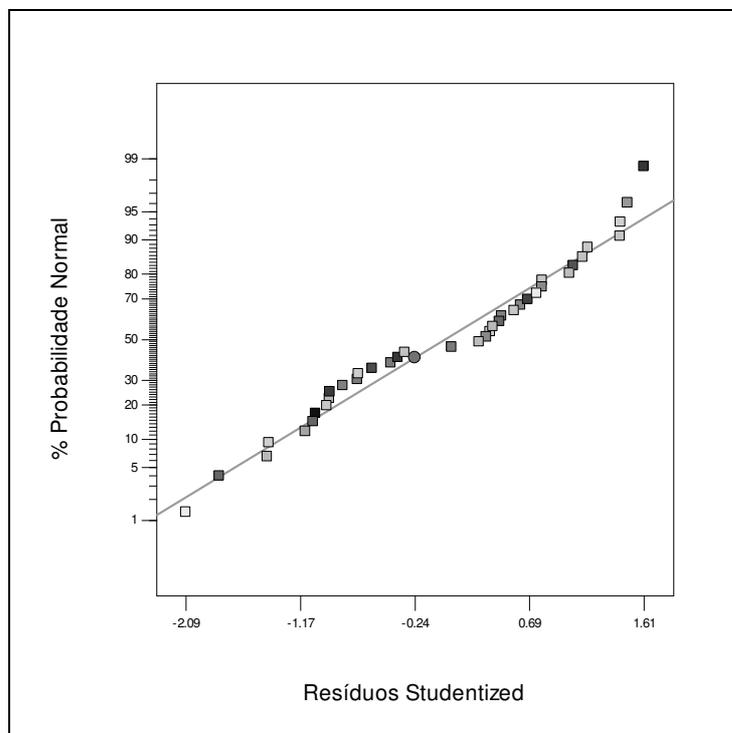


Figura 33 - Gráfico de probabilidade normal dos resíduos *studentized*

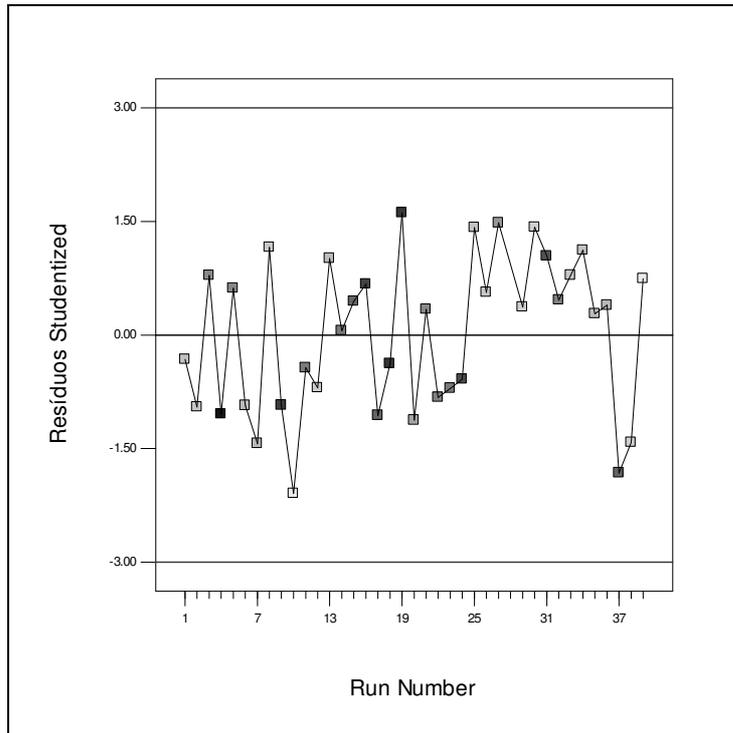


Figura 34 - Gráfico de resíduos *studentized* versus *run number*

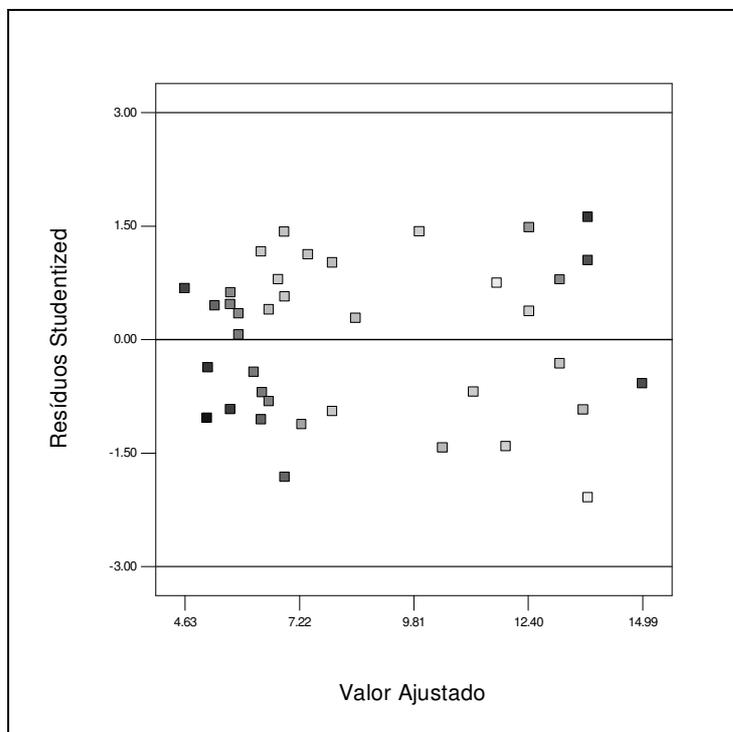


Figura 35 - Gráfico de resíduos *studentized* versus valor ajustado

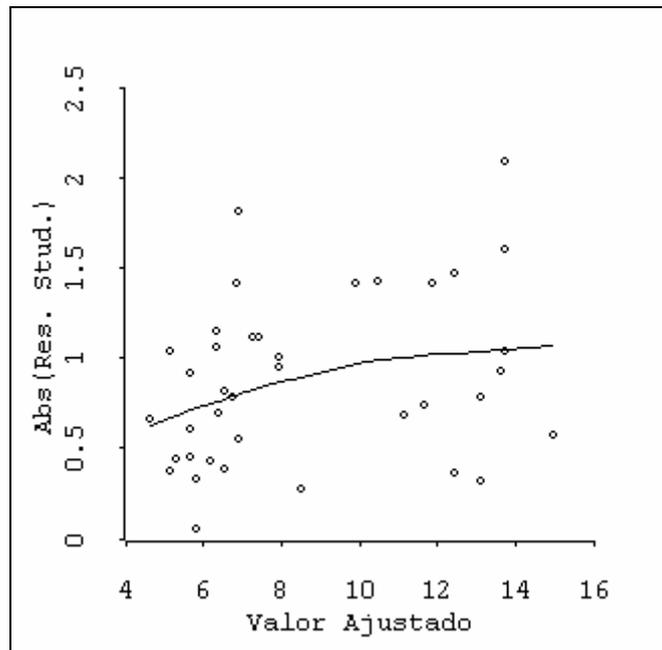


Figura 36 - Gráfico para verificação de não constância da variância

#### 4.4.2. Combinação Multiplicativa: Modelos de Scheffé e com Variável de Folga

Será considerada agora a combinação multiplicativa do modelo cúbico de Scheffé para mistura com o modelo quadrático reduzido para as variáveis de processo, conforme a Equação (4.7).

Partindo do modelo completo, foi ajustado o seguinte modelo:

$$\begin{aligned} \hat{y} = & 5,99v_1 + 12,51v_2 - 38,48v_3 - 6,47v_1v_2 + 87,34v_1v_3 + \\ & + 0,94v_1z_2 + 78,55v_2v_3 + 0,57v_2z_2 + 0,70v_2z_1z_2 - \\ & - 58,94v_1v_3(v_1 - v_3) - 3,51v_1v_2z_1z_2 - 3,50v_2v_3z_1z_2 \end{aligned} \quad (4.19)$$

Na Tabela 9 são apresentados os resultados do teste  $t$  para o Modelo (4.19).

Utilizando os resíduos *studentized*, foram construídos os gráficos de diagnóstico (Figuras 37 a 40) para verificar as suposições de normalidade, independência, aditividade do modelo inerente ao modelo linear e variância constante. Com os gráficos de diagnóstico, foi possível verificar as suposições de normalidade, independência, aditividade do modelo inerente ao modelo linear e variância constante, sendo, portanto, verificada a adequação do Modelo (4.19).

Ademais, utilizando a Equação (3.2),  $ET = 1,30$ , que na distribuição qui-quadrado com um grau de liberdade corresponde a um  $p$ -valor de 0,254. Então, não se rejeita a hipótese de que a variância não aumente quando a média aumenta.

Tabela 9 - Teste do Modelo (4.19)

	estimativa dos coeficientes	desvio-padrão	$t$ -valor	$p$ -valor
$v_1$	5,99380	0,313233	19,135	0,0000
$v_2$	12,5144	0,322836	38,764	0,0000
$v_3$	-38,4797	3,21821	-11,957	0,0000
$v_1v_2$	-6,46510	1,57806	-4,097	0,0003
$v_1v_3$	87,3371	6,27726	13,913	0,0000
$v_1z_2$	0,936280	0,235476	3,976	0,0005
$v_2v_3$	78,5483	5,87401	13,372	0,0000
$v_2z_2$	0,566234	0,242996	2,330	0,0275
$v_2z_1z_2$	0,698260	0,321825	2,170	0,0390
$v_1v_3(v_1 - v_3)$	-58,9359	6,41185	-9,192	0,0000
$v_1v_2z_1z_2$	-3,50518	1,43788	-2,438	0,0216
$v_2v_3z_1z_2$	-3,49561	1,36443	-2,562	0,0163

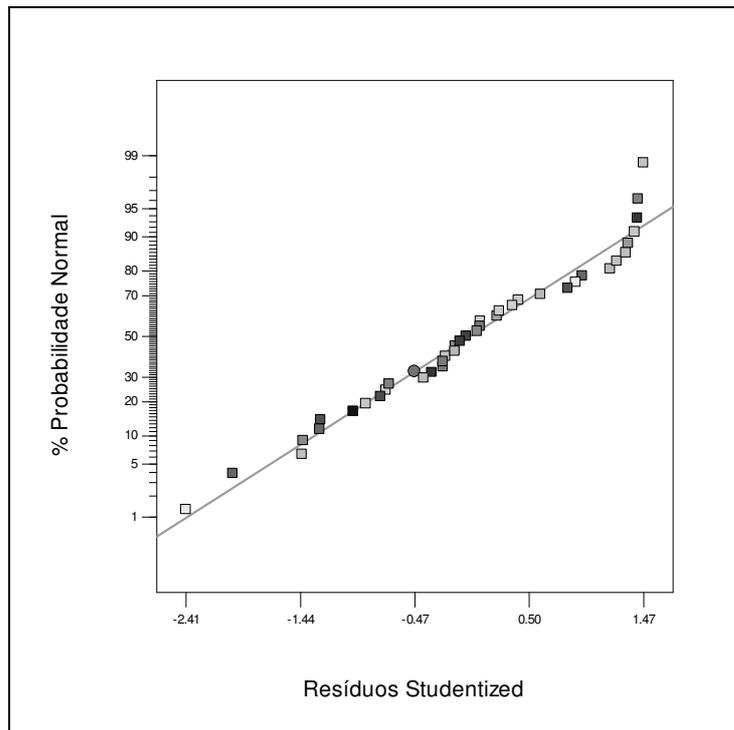


Figura 37 - Gráfico de probabilidade normal dos resíduos *studentized*

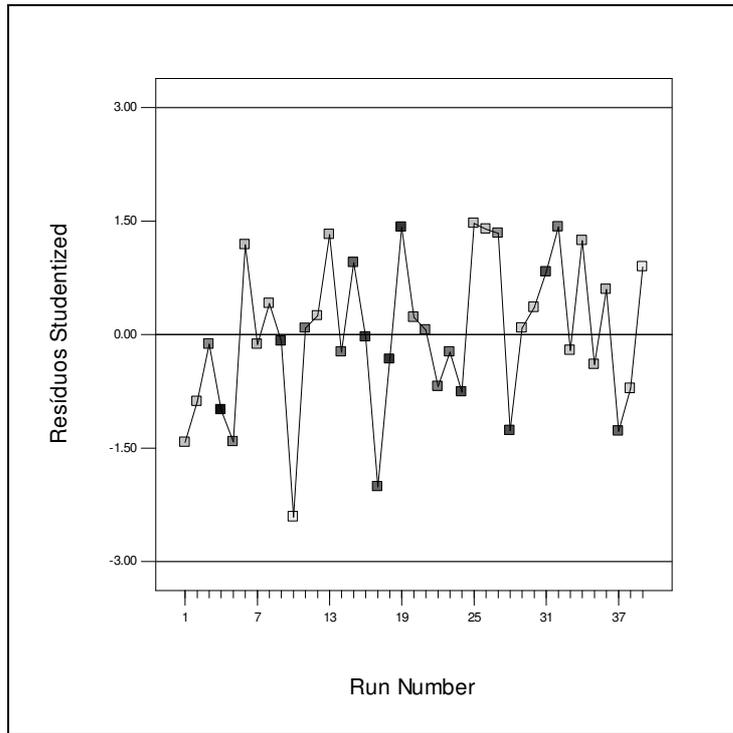


Figura 38 - Gráfico de resíduos *studentized* versus *run number*

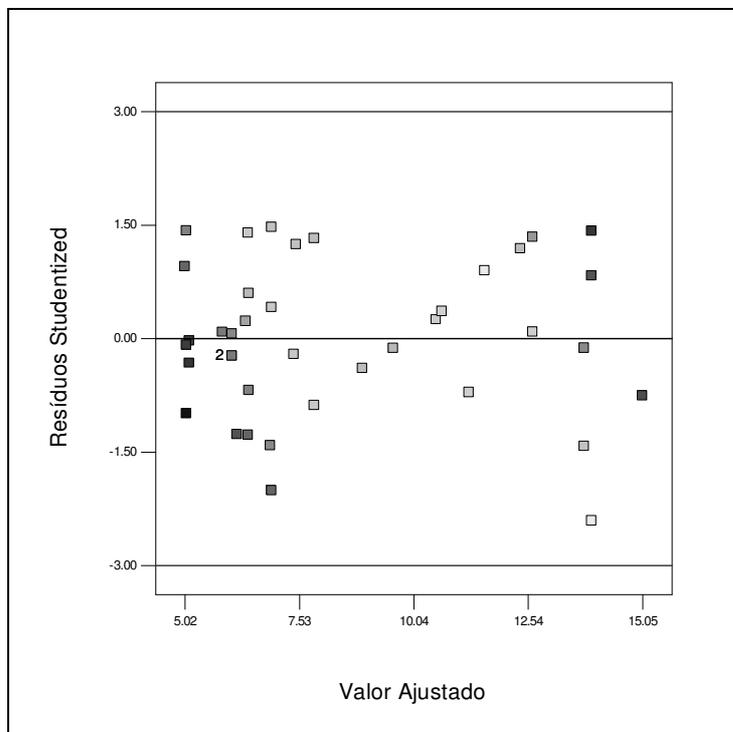


Figura 39 - Gráfico de resíduos *studentized* versus *valor ajustado*

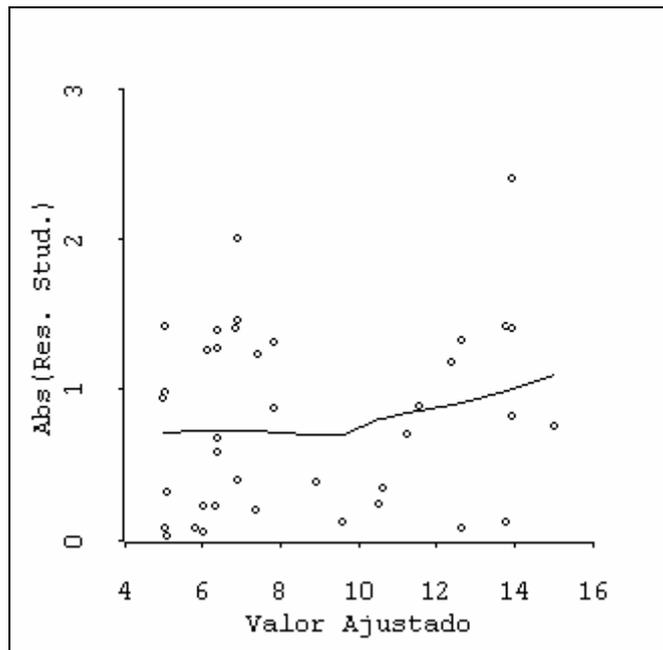


Figura 40 - Gráfico para verificação de não constância da variância

Nas Figuras 41 e 42 são apresentados os gráficos de contorno da previsão da resposta e do desvio-padrão da média de futuras respostas em função dos L-pseudocomponentes, considerando o Modelo (4.19) com  $z_1 = z_2 = 1$ .

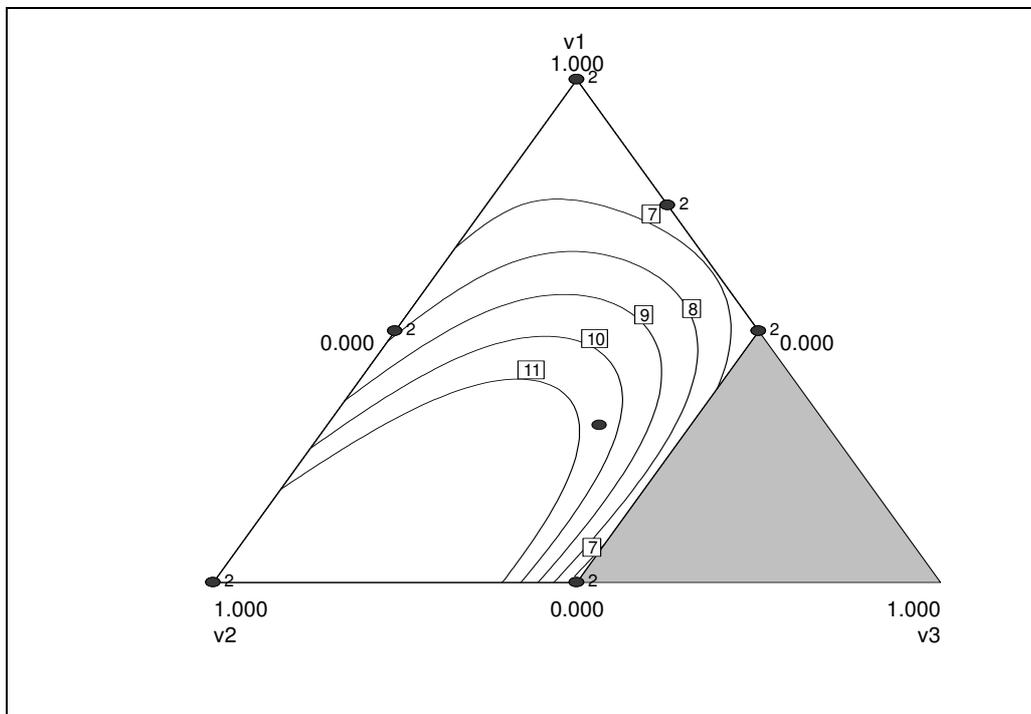


Figura 41 - Gráfico de contorno da previsão da resposta para o Modelo (4.19)

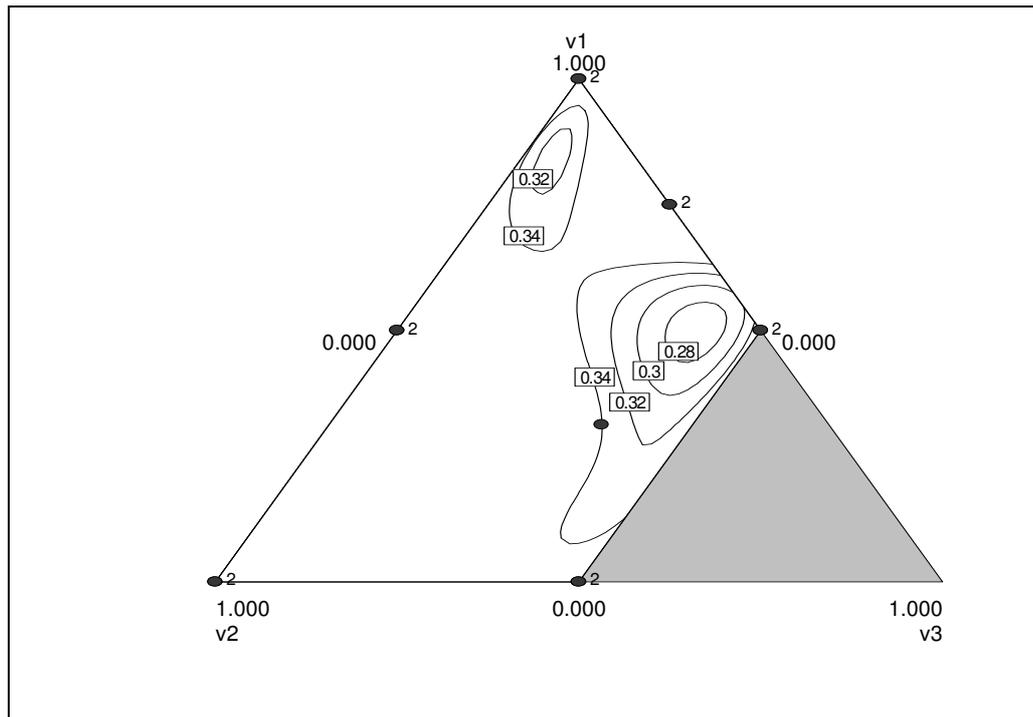


Figura 42 - Gráfico de contorno do desvio-padrão para o Modelo (4.19)

Ao minimizar a variância de uma futura resposta, foram encontradas as seguintes soluções:

$$v_1 = 0,5026; v_2 = 0,0855; v_3 = 0,4119; z_1 = 1; z_2 = 1.$$

$$\text{var}[y(\mathbf{w}_0)] = 0,6626$$

$$E[y(\mathbf{w}_0)] = 8,0001$$

Utilizando a Equação (2.8), tem-se a seguinte solução final em termos de componentes reais:

$$x_1 = 0,7901; x_2 = 0,1434; x_3 = 0,0665; z_1 = 1; z_2 = 1.$$

Pode-se também ajustar os modelos multiplicativos combinados cúbico de mistura com variável de folga com o modelo quadrático reduzido das variáveis de processo. Admitindo  $v_1$  como variável de folga, foi ajustado o seguinte modelo:

$$\begin{aligned} \hat{y} = & 6,05 - 34,24v_2 - 1,11v_3 + 0,62z_2 + 208,05v_2v_3 + \\ & + 109,32v_2^2 - 2,49v_2z_1z_2 - 190,17v_2^2v_3 - 0,50v_2^2z_1 - \\ & - 230,14v_2v_3^2 - 68,59v_2^3 + 3,21v_2^2z_1z_2 \end{aligned} \quad (4.20)$$

Com os gráficos de diagnóstico (Figuras 43 a 46) foi possível verificar as suposições de normalidade, independência, aditividade do modelo inerente ao modelo linear e variância constante, sendo, portanto, verificada a adequação do Modelo (4.20). Ademais, utilizando a Equação (3.2),  $ET = 0,84$ , que na

distribuição qui-quadrado com um grau de liberdade corresponde a um  $p$ -valor de 0,361. Então, não se rejeita a hipótese de que a variância não aumente quando a média aumenta.

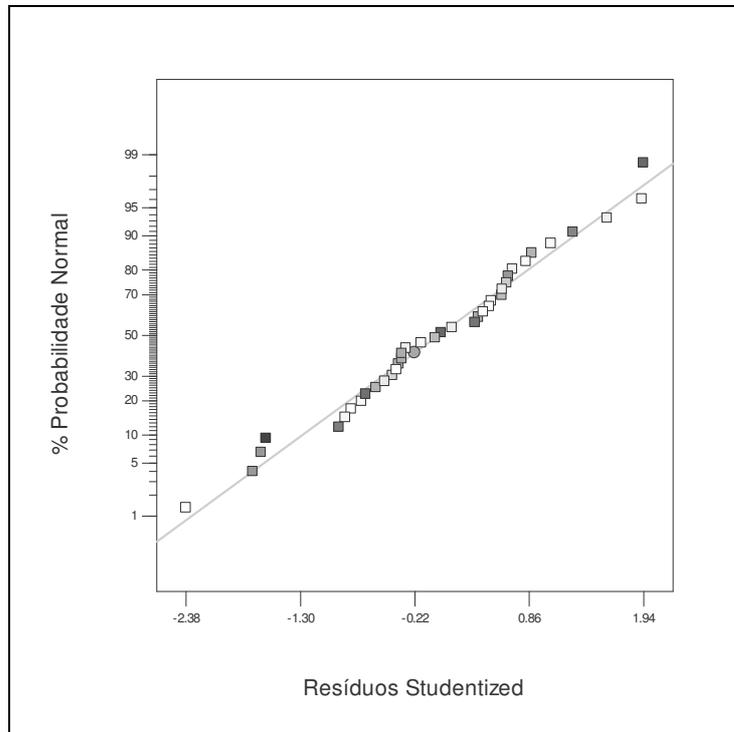


Figura 43 - Gráfico de probabilidade normal dos resíduos *studentized*

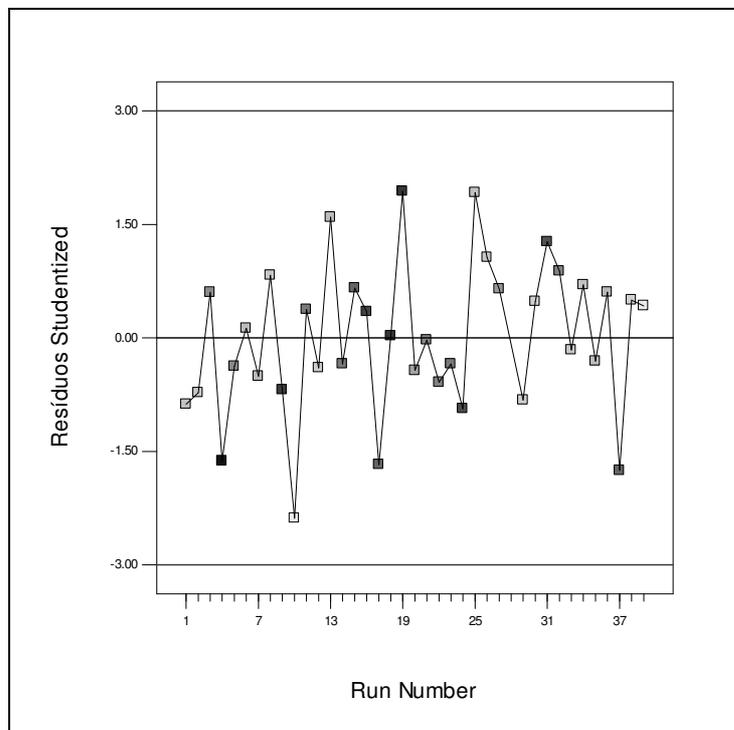


Figura 44 - Gráfico de resíduos *studentized* versus *run number*

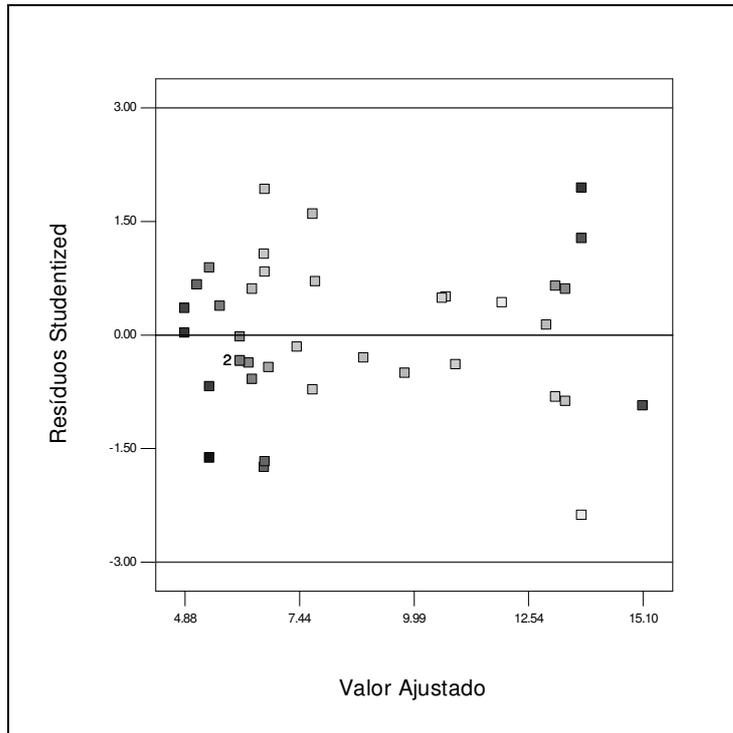


Figura 45 - Gráfico de resíduos *studentized* versus valor ajustado

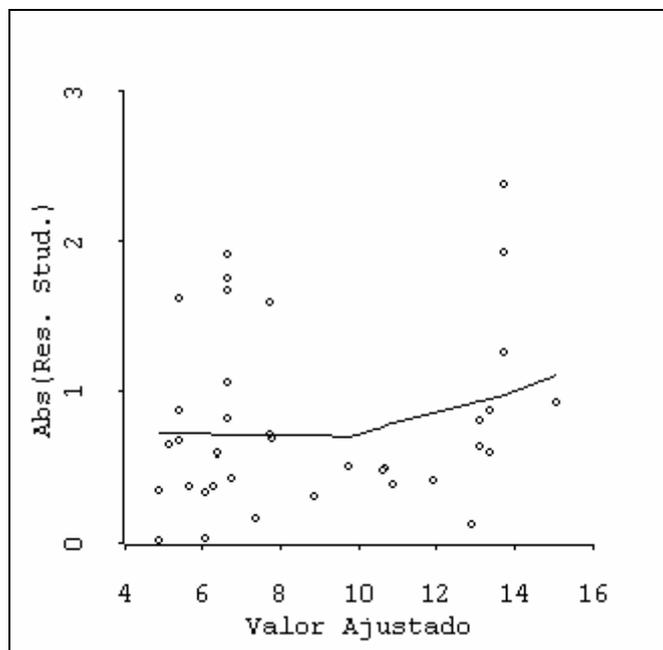


Figura 46 - Gráfico para verificação de não constância da variância

A minimização da variância de uma futura resposta conduziu aos seguintes resultados:

$$v_1 = 0,0021; v_2 = 0,5607; v_3 = 0,4372; z_1 = -1; z_2 = -1.$$

$$\text{var}[y(\mathbf{w}_0)] = 0,5948$$

$$E[y(\mathbf{w}_0)] = 7,9999$$

Utilizando a Equação (2.8), tem-se a seguinte solução final em termos de componentes reais:

$$x_1 = 0,7701; x_2 = 0,1624; x_3 = 0,0675; z_2 = -1; z_2 = -1.$$

Admitindo agora  $v_2$  como variável de folga ajustou-se o seguinte modelo:

$$\begin{aligned} \hat{y} = & 12,67 + 12,57v_1 + 19,16v_3 - 0,54z_1 + 0,66z_2 + 2,32v_1z_1 + \\ & + 0,67z_1z_2 - 71,94v_1^2 - 62,15v_3^2 - 3,66v_1z_1z_2 - 2,14v_3z_1z_2 - \\ & - 2,32v_1^2z_1 + 30,51v_1v_3^2 + 52,74v_1^3 + 4,99v_1v_3z_1z_2 + 2,88v_1^2z_1z_2 \end{aligned} \quad (4.21)$$

Com os gráficos de diagnóstico (Figuras 47 a 50) foi possível verificar as suposições de normalidade, independência, aditividade do modelo inerente ao modelo linear e variância constante. Ademais, utilizando a Equação (3.2),  $ET = 1,79$ , que na distribuição qui-quadrado com um grau de liberdade corresponde a um  $p$ -valor de 0,181. Então, não se rejeita a hipótese de que a variância não aumente quando a média aumenta.

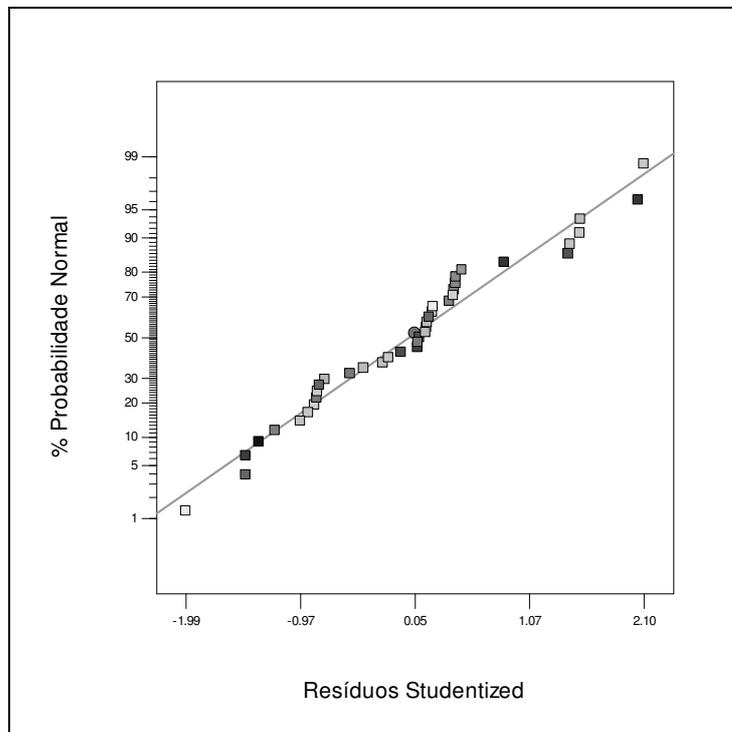


Figura 47 - Gráfico de probabilidade normal dos resíduos *studentized*

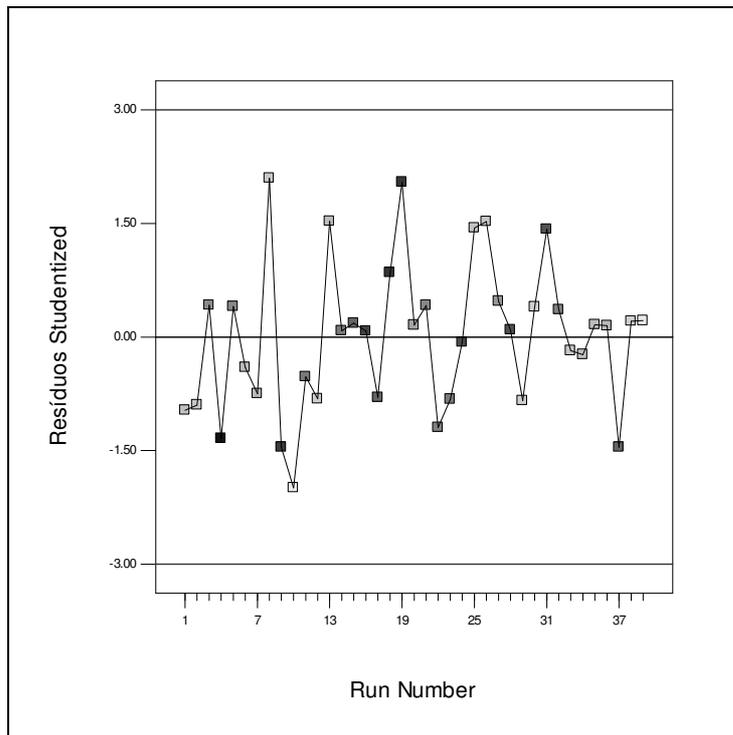


Figura 48 - Gráfico de resíduos *studentized* versus *run number*

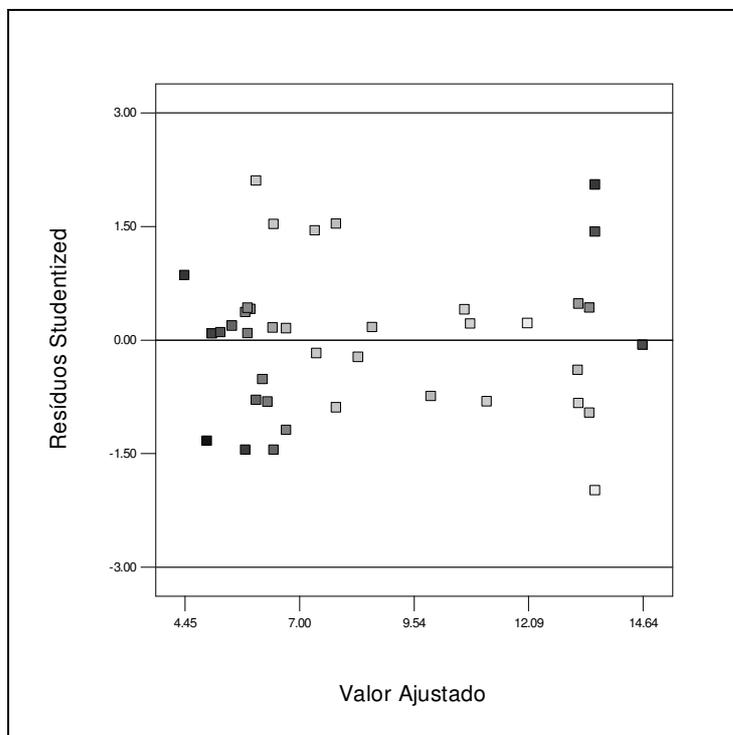


Figura 49 - Gráfico de resíduos *studentized* versus valor ajustado

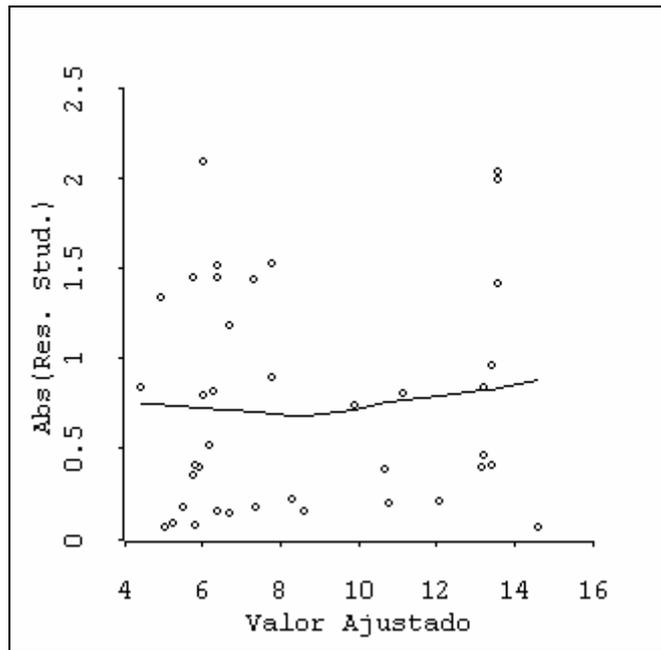


Figura 50 - Gráfico para verificação de não constância da variância

Com a minimização da variância de uma futura resposta, chegou-se ao seguinte resultado:

$$v_1 = 0,5139; v_2 = 0,0900; v_3 = 0,3961; z_1 = 1; z_2 = 1.$$

$$\text{var}[y(\mathbf{w}_0)] = 0,6188$$

$$E[y(\mathbf{w}_0)] = 8,0001$$

Utilizando a Equação (2.8), tem-se a seguinte solução final em termos de componentes reais:

$$x_1 = 0,7906; x_2 = 0,1436; x_3 = 0,0658; z_2 = 1; z_2 = 1.$$

Finalmente, admitindo  $v_3$  como variável de folga, ajustou-se o seguinte modelo:

$$\begin{aligned} \hat{y} = & -35,32 + 173,35v_1 + 119,92v_2 + 0,61z_2 - \\ & - 244,56v_1v_2 - 0,43v_2z_1 - 235,16v_1^2 - 72,06v_2^2 - \\ & - 2,45v_2z_1z_2 + 114,57v_1^2v_2 + 56,98v_1v_2^2 + 103,15v_1^3 + 3,17v_2^2z_1z_2 \end{aligned} \quad (4.22)$$

Com os gráficos de diagnóstico (Figuras 51 a 54) não mostrados aqui, foi verificada a adequação do Modelo (4.22). Utilizando a Equação (3.2),  $ET = 0,90$ , que na distribuição qui-quadrado com um grau de liberdade corresponde a um  $p$ -valor de 0,343. Então, não se rejeita a hipótese de que a variância não aumente quando a média aumenta.

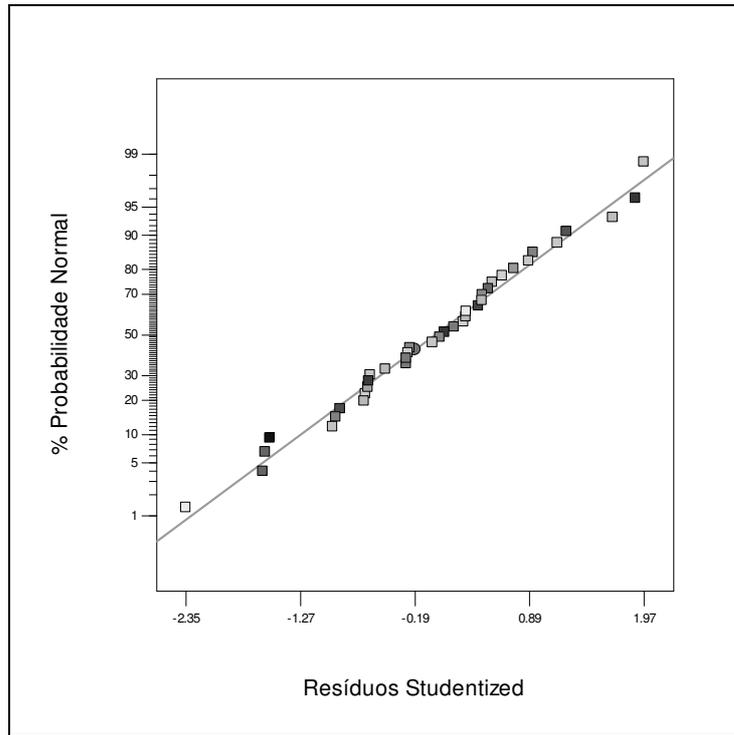


Figura 51 - Gráfico de probabilidade normal dos resíduos *studentized*

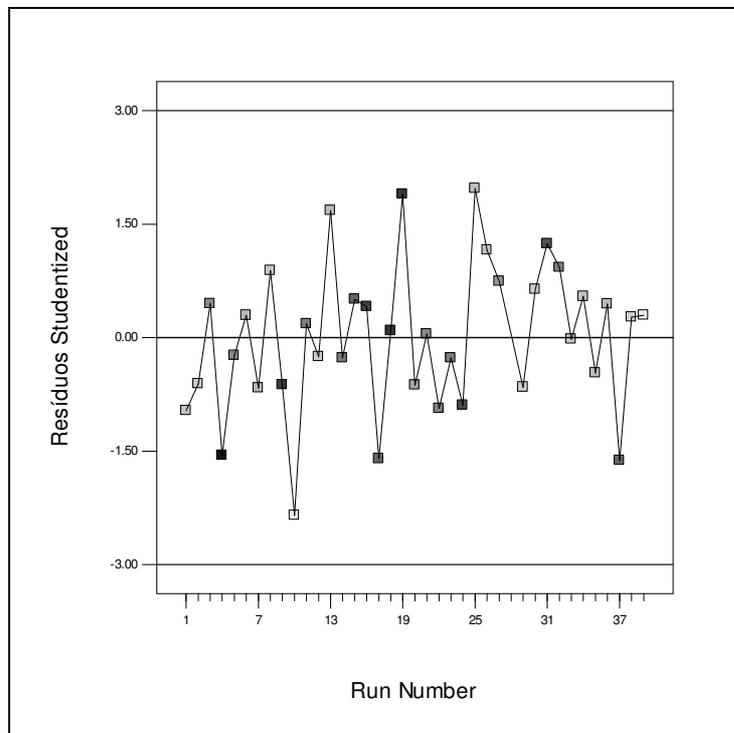


Figura 52 - Gráfico de resíduos *studentized* versus *run number*

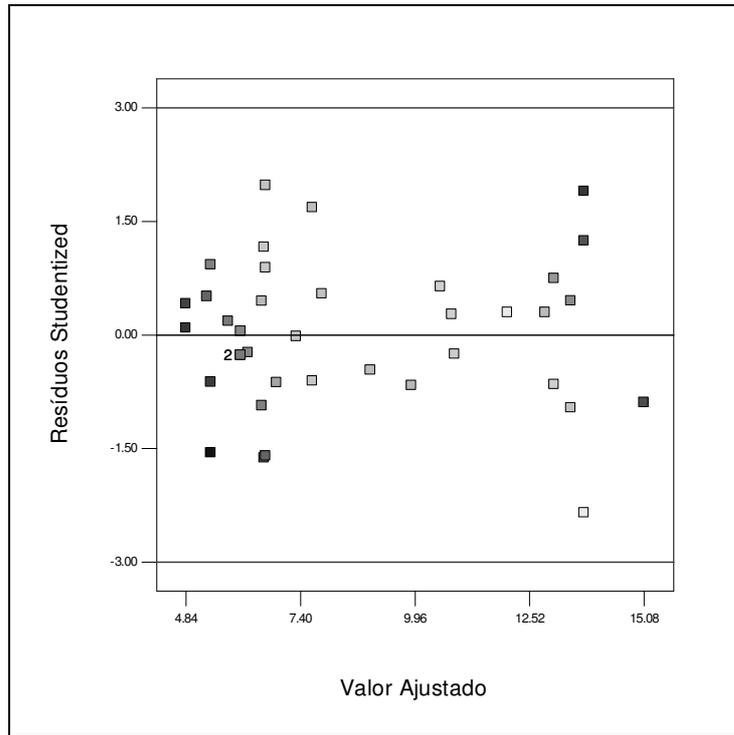


Figura 53 - Gráfico de resíduos *studentized* versus valor ajustado

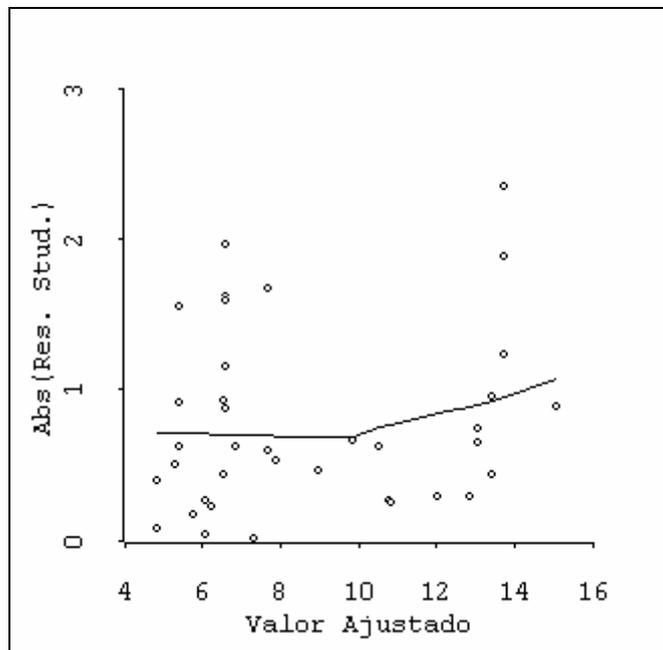


Figura 54 - Gráfico para verificação de não constância da variância

Minimizando a variância de uma futura resposta, foram encontradas as seguintes soluções:

$$v_1 = 0,5227; v_2 = 0,0700; v_3 = 0,4073; z_1 = -1; z_2 = 1.$$

$$\text{var}[y(\mathbf{w}_0)] = 0,6191$$

$$E[y(\mathbf{w}_0)] = 7,9999$$

Utilizando a Equação (2.8), tem-se a seguinte solução final em termos de componentes reais:

$$x_1 = 0,7909; x_2 = 0,1428; x_3 = 0,0663; z_1 = -1; z_2 = 1.$$

Dentre todos os modelos combinados multiplicativos analisados, o que proporcionou a menor variância de uma futura resposta no ponto de interesse foi o modelo aditivo combinado com variável de folga  $v_1$ , apresentado na Equação (4.20).

#### 4.4.3. Comparação dos Modelos Combinados Aditivos e Multiplicativos

Apesar de se ter o conhecimento dos modelos combinados que proporcionaram a menor variância no ponto de interesse, deve-se selecionar o modelo que representa melhor os dados em toda região experimental. As estatísticas *PRESS* (*Predicted Residual Sum of Squares*) e *MSE* (*Mean Square Error*) têm sido utilizadas para comparação e seleção de modelos.

O *PRESS* (Allen, 1971) é uma medida de quão bem um modelo particular ajusta cada ponto do experimento. Os coeficientes do modelo são calculados sem o primeiro ponto. Este novo modelo é então utilizado para estimar o primeiro ponto e calcular o respectivo resíduo. Este procedimento é repetido para cada ponto experimental e calcula-se a soma dos quadrados dos resíduos. Sem considerar a  $i$ -ésima observação, calcula-se a diferença entre o valor real,  $y_i$ , e previsto,  $\hat{y}_{i,-1}$ , utilizando  $(n - 1)$  observações.

$$e_{i,-1} = y_i - \hat{y}_{i,-1} \quad (4.23)$$

Ou então,

$$e_{i,-1} = \frac{e_i}{1 - h_{ii}} \quad (4.24)$$

onde  $e_i = y_i - \hat{y}_i$  e  $h_{ii}$  são os elementos da diagonal da matriz chapéu  $\mathbf{H} = \mathbf{W}(\mathbf{W}'\mathbf{W})^{-1}\mathbf{W}'$ .

Com isso (Allen, 1971),

$$PRESS = \sum_{i=1}^n (e_{i,-1})^2 = \sum_{i=1}^n \left( \frac{e_i}{1-h_{ii}} \right)^2 \quad (4.25)$$

Note que, quando a alavancagem (*leverage*) é igual a 1 ( $h_{ii} = 1$ ), o *PRESS* é indefinido. A alavancagem é um valor entre 0 e 1 e indica o potencial de um ponto experimental de influenciar o ajuste do modelo. O alavancagem igual a 1 significa que o valor ajustado será forçado a ser exatamente igual ao valor observado, ou seja, o resíduo é igual a zero. A soma dos valores de alavancagem de todas as observações é igual ao número de parâmetros ( $p$ ) ajustados pelo modelo. Portanto, a alavancagem média é igual a  $p/n$ , sendo  $n$  o número de observações. Deve-se ter atenção com valores de alavancagem maiores do que  $2p/n$ . Um ponto com alavancagem alta deve ser evitado, pois se houver algum erro inesperado no ponto, tal erro poderá influenciar fortemente o ajuste do modelo.

Pode-se demonstrar (Myers & Montgomery, 2002) que o *MSE* é

$$MSE = \frac{SSE}{n-p} \quad (4.26)$$

onde *SSE* é a soma dos quadrados dos resíduos, definida da seguinte forma:

$$SSE = \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 \quad (4.27)$$

Na Tabela 10 é apresentado um comparativo de todos os modelos do tipo Mistura-Processo analisados neste capítulo, contendo as estatísticas *PRESS* e *MSE* e a variância de uma futura resposta no ponto.

Tabela 10 - Comparativo dos Modelos Mistura-Processo

Modelo	Equação	<i>PRESS</i>	<i>MSE</i>	$\text{var}[y(\mathbf{w}_0)]$
Aditivo Scheffé	(4.12)	35,62	0,7468	0,8394
Aditivo <i>Slack</i> - $v_1$	(4.16)	indefinido	0,6898	0,8031
Aditivo <i>Slack</i> - $v_2$	(4.17)	32,13	0,6519	0,7280
Aditivo <i>Slack</i> - $v_3$	(4.18)	indefinido	0,6628	0,7861
Multiplicativo Scheffé	(4.19)	33,57	0,5905	0,6626
Multiplicativo <i>Slack</i> - $v_1$	(4.20)	indefinido	0,4964	0,5948
Multiplicativo <i>Slack</i> - $v_2$	(4.21)	32,01	0,5164	0,6188
Multiplicativo <i>Slack</i> - $v_3$	(4.22)	indefinido	0,5149	0,6191

Observando a Tabela 10, pode-se concluir que as combinações multiplicativas dos modelos de mistura e processo proporcionam uma redução no *PRESS*, *MSE* e na variância de uma futura resposta no ponto. Há, portanto, a indicação de que os modelos combinados multiplicativos podem ser melhores do que os aditivos.

Pode-se também observar que o *PRESS* dos modelos combinados multiplicativos e aditivos com variável de folga  $v_1$  e  $v_3$  é indefinido, o que indica a presença de pontos de alavancagem ao utilizar estes modelos. Com isso, dentre os modelos com variável de folga analisados é preferível a utilização do modelo com variável de folga  $v_2$ .

Comparando o modelo combinado multiplicativo de Scheffé com o modelo combinado multiplicativo com variável de folga  $v_2$ , pode-se concluir que este último proporciona uma redução nas estatísticas *PRESS* e *MSE* e na variância de uma futura resposta no ponto. No entanto, um ponto negativo é que o modelo com variável de folga  $v_2$  possui 15 termos e mais um termo independente, contra 12 termos do modelo combinado multiplicativo de Scheffé.

#### 4.4.4.

#### **Combinação Simultânea Aditiva e Multiplicativa: Modelo de Scheffé**

A utilização de modelos que incluem termos de modelos aditivos e multiplicativos simultaneamente pode proporcionar um *PRESS* e um *MSE* menores do que os obtidos com os modelos de EMP aditivos ou multiplicativos. Cabe registrar que em todas as referências de EMP pesquisadas não foi observada a utilização de combinações aditivas e multiplicativas de termos de modelo de mistura e de processo simultaneamente.

Considerando a combinação aditiva e multiplicativa simultaneamente do modelo cúbico de Scheffé para mistura com o modelo quadrático reduzido para as variáveis de processo, a forma do modelo completo é:

$$\begin{aligned}
 C(\boldsymbol{\gamma}, \boldsymbol{\delta}, \mathbf{x}, \mathbf{z}) = & \sum_{i=1}^q \gamma_i^l x_i + \sum_{i<j}^q \sum_{i<j}^q \gamma_{ij}^l x_i x_j + \sum_{i<j<k}^q \sum_{i<j<k}^q \gamma_{ijk}^l x_i x_j x_k + \\
 & + \sum_{i<j}^q \sum_{i<j}^q \gamma_{i-j}^l x_i x_j (x_i - x_j) + \sum_{l=1}^r \delta_l z_l + \sum_{l<m}^r \sum_{l<m}^r \delta_{lm} z_l z_m + \\
 & + \sum_{l=1}^r \left[ \begin{aligned} & \sum_{i=1}^q \gamma_i^l x_i + \sum_{i<j}^q \sum_{i<j}^q \gamma_{ij}^l x_i x_j + \sum_{i<j<k}^q \sum_{i<j<k}^q \gamma_{ijk}^l x_i x_j x_k + \\ & + \sum_{i<j}^q \sum_{i<j}^q \gamma_{i-j}^l x_i x_j (x_i - x_j) \end{aligned} \right] z_l + \tag{4.28} \\
 & + \sum_{l<m}^r \left[ \begin{aligned} & \sum_{i=1}^q \gamma_i^l x_i + \sum_{i<j}^q \sum_{i<j}^q \gamma_{ij}^l x_i x_j + \sum_{i<j<k}^q \sum_{i<j<k}^q \gamma_{ijk}^l x_i x_j x_k + \\ & + \sum_{i<j}^q \sum_{i<j}^q \gamma_{i-j}^l x_i x_j (x_i - x_j) \end{aligned} \right] z_l z_m
 \end{aligned}$$

Partindo do modelo completo, ajustou-se o seguinte modelo:

$$\begin{aligned}
 \hat{y} = & 5,99v_1 + 12,52v_2 - 39,26v_3 + 0,62z_2 - \\
 & - 6,47v_1v_2 + 88,74v_1v_3 + 79,85v_2v_3 + 0,74v_2z_1z_2 - \tag{4.29} \\
 & - 59,61v_1v_3(v_1 - v_3) - 3,55v_1v_2z_1z_2 - 3,48v_2v_3z_1z_2
 \end{aligned}$$

Na Tabela 11 são apresentados os resultados do teste *t* para o Modelo (4.29).

Tabela 11 - Teste do Modelo (4.29)

	estimativa dos coeficientes	desvio-padrão	<i>t</i> -valor	<i>p</i> -valor
<i>v</i> <sub>1</sub>	5,99381	0,312722	19,167	0,0000
<i>v</i> <sub>2</sub>	12,5150	0,322310	38,829	0,0000
<i>v</i> <sub>3</sub>	-39,2634	3,20709	-12,243	0,0000
<i>z</i> <sub>2</sub>	0,618940	0,126337	4,899	0,0000
<i>v</i> <sub>1</sub> <i>v</i> <sub>2</sub>	-6,46559	1,57354	-4,109	0,0003
<i>v</i> <sub>1</sub> <i>v</i> <sub>3</sub>	88,7412	6,24192	14,217	0,0000
<i>v</i> <sub>2</sub> <i>v</i> <sub>3</sub>	79,8516	5,85329	13,642	0,0000
<i>v</i> <sub>2</sub> <i>z</i> <sub>1</sub> <i>z</i> <sub>2</sub>	0,736375	0,320486	2,298	0,0293
<i>v</i> <sub>1</sub> <i>v</i> <sub>3</sub> ( <i>v</i> <sub>1</sub> - <i>v</i> <sub>3</sub> )	-59,6078	6,40584	-9,305	0,0000
<i>v</i> <sub>1</sub> <i>v</i> <sub>2</sub> <i>z</i> <sub>1</sub> <i>z</i> <sub>2</sub>	-3,55051	1,43197	-2,479	0,0194
<i>v</i> <sub>2</sub> <i>v</i> <sub>3</sub> <i>z</i> <sub>1</sub> <i>z</i> <sub>2</sub>	-3,48092	1,35836	-2,563	0,0161

Utilizando os resíduos *studentized*, foram construídos os gráficos de diagnóstico (Figuras 55 a 58) para verificar as suposições de normalidade, independência, aditividade do modelo inerente ao modelo linear e variância constante.

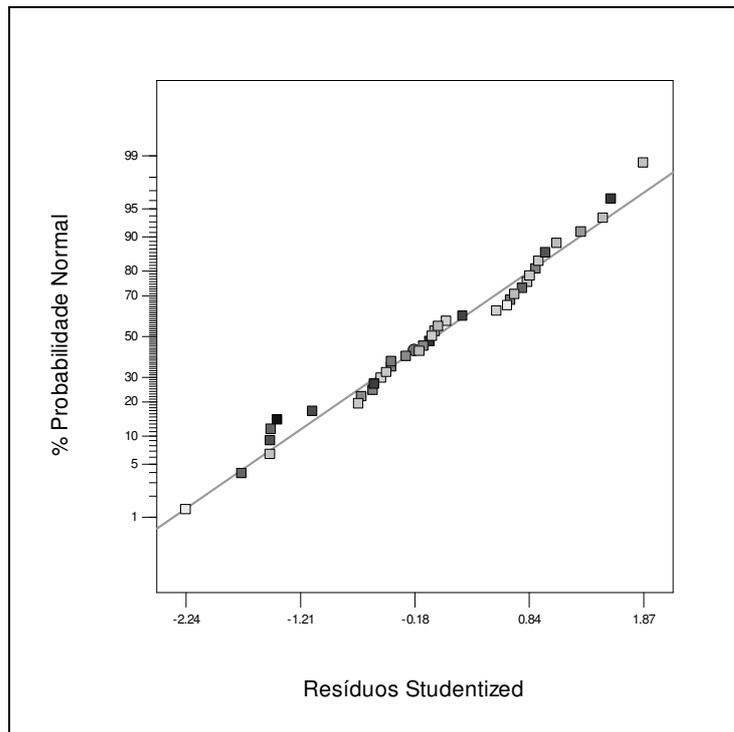


Figura 55 - Gráfico de probabilidade normal dos resíduos *studentized*

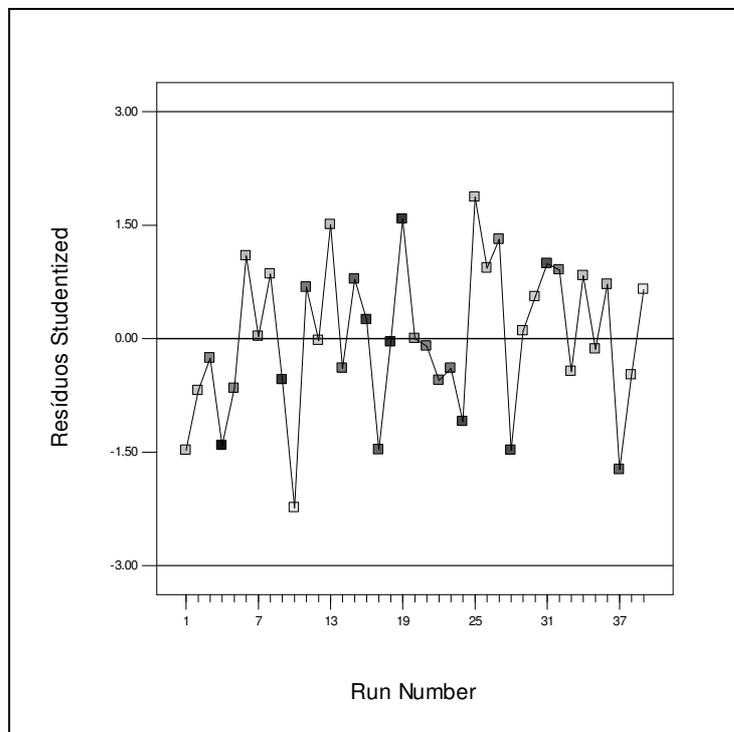


Figura 56 - Gráfico de resíduos *studentized* versus *run number*

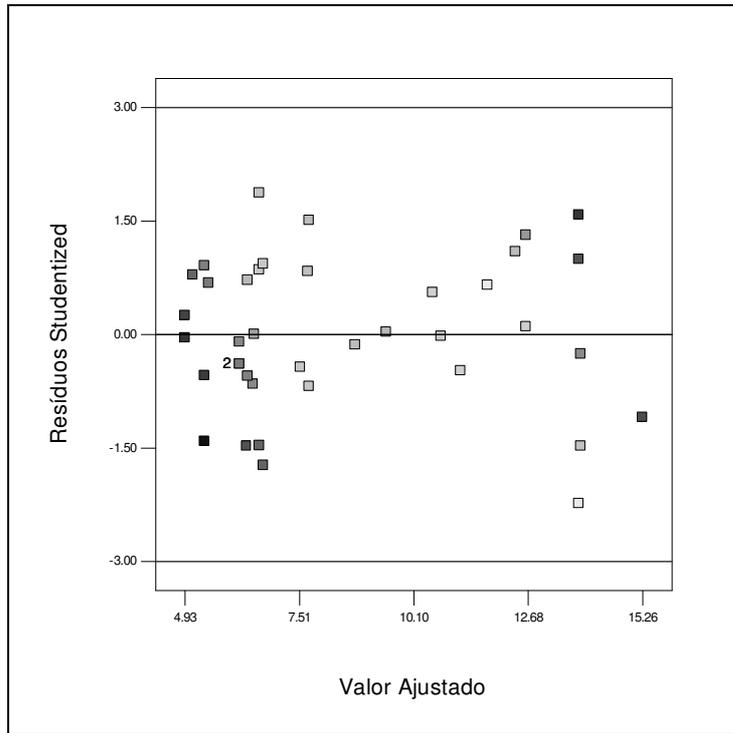


Figura 57 - Gráfico de resíduos *studentized* versus valor ajustado

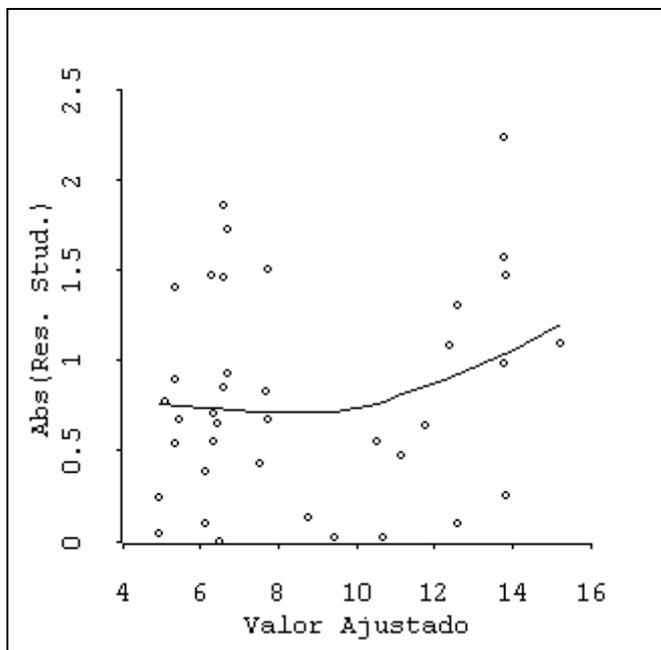


Figura 58 - Gráfico para verificação de não constância da variância

Com os gráficos de diagnóstico (Figuras 55 a 58), foi possível verificar a adequação do Modelo (4.29). Ademais, utilizando a Equação (3.2), tem-se que  $ET = 1,31$ . Na distribuição qui-quadrado com um grau de liberdade,  $ET = 1,31$  corresponde a um  $p$ -valor de 0,252. Então, não se rejeita a hipótese de que a variância não aumente quando a média aumenta.

Nas Figuras 59 e 60 são apresentados os gráficos de contorno da previsão da resposta e do desvio-padrão da média de futuras respostas em função dos L-pseudocomponentes, considerando o Modelo (4.29) com  $z_1 = z_2 = 1$ .

A minimização da variância de uma futura resposta conduziu ao seguinte resultado:

$$v_1 = 0,5120; v_2 = 0,0770; v_3 = 0,4110; z_1 = 1; z_2 = 1.$$

$$\text{var}[y(\mathbf{w}_0)] = 0,6642$$

$$E[y(\mathbf{w}_0)] = 8,0000$$

Utilizando a Equação (2.8), tem-se a seguinte solução final em termos de componentes reais:

$$x_1 = 0,7905; x_2 = 0,1431; x_3 = 0,0664; z_1 = 1; z_2 = 1.$$

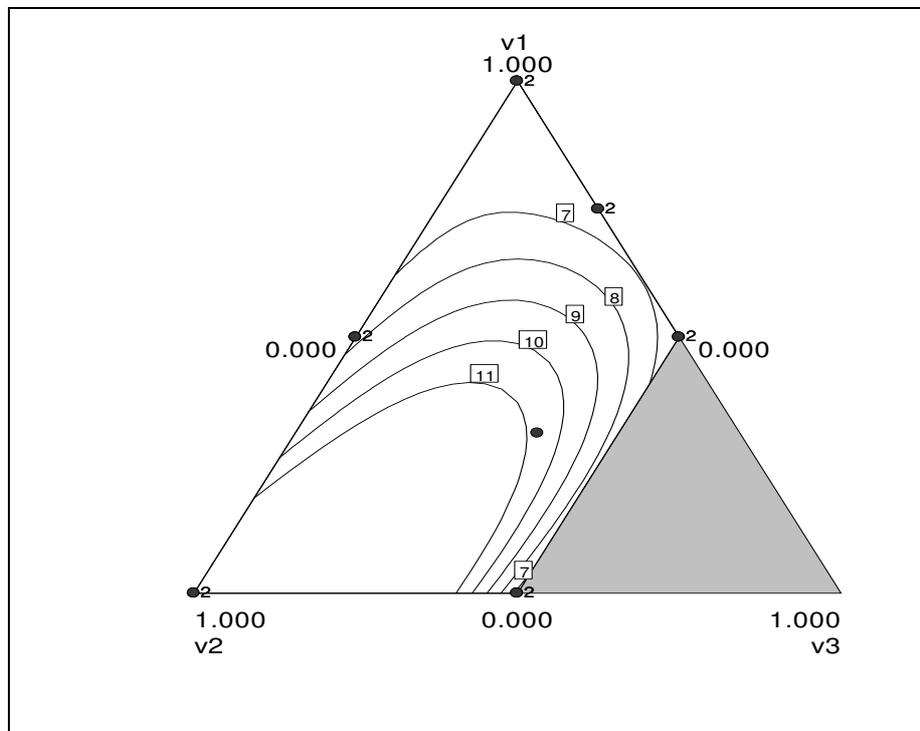


Figura 59 - Gráfico de contorno da previsão da resposta para o Modelo (4.29)

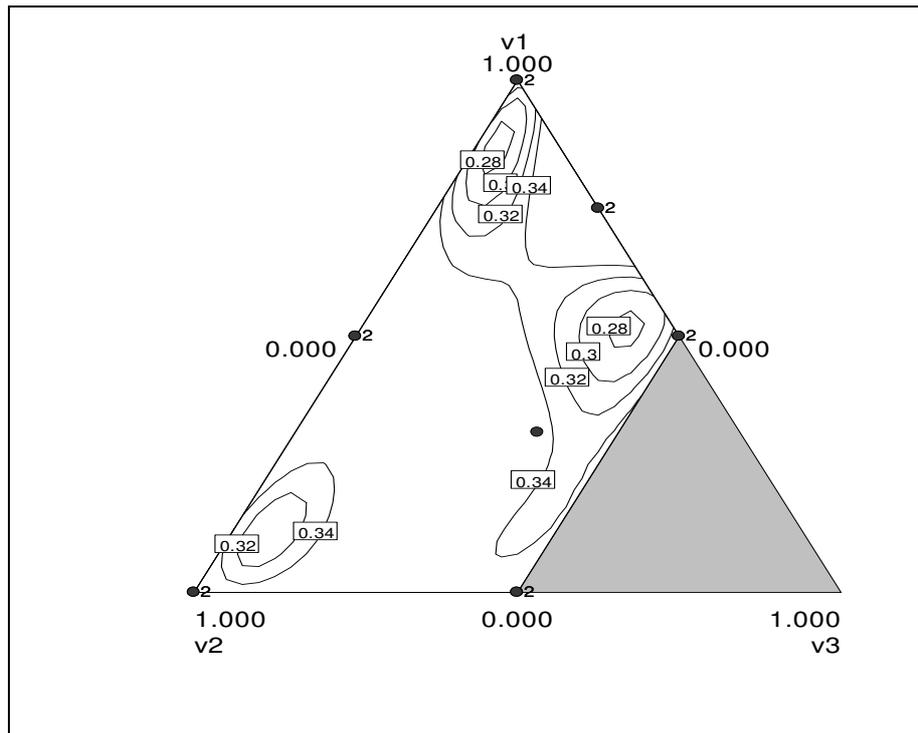


Figura 60 - Gráfico de contorno do desvio-padrão para o Modelo (4.29)

Na Tabela 12 é apresentado um comparativo de todos os modelos do tipo Mistura-Processo de Scheffé, contendo as estatísticas *PRESS* e *MSE* e a variância de uma futura resposta no ponto.

Tabela 12 - Comparativo dos Modelos Mistura-Processo de Scheffé

Modelo	Equação	<i>PRESS</i>	<i>MSE</i>	$\text{var}[y(\mathbf{w}_0)]$
Aditivo Scheffé	(4.12)	35,62	0,7468	0,8394
Multiplicativo Scheffé	(4.19)	33,57	0,5905	0,6626
Aditivo-Multiplicativo Scheffé	(4.29)	30,34	0,5886	0,6642

Analisando a Tabela 12, pode-se concluir que, para o caso em questão, as combinações aditivas e multiplicativas de termos de variáveis de mistura e de processo simultaneamente proporcionam uma ligeira redução no *PRESS* e no *MSE*. Já a variância de uma futura resposta no ponto é menor do que a obtida com o modelo aditivo e fica praticamente no mesmo patamar da obtida com o modelo multiplicativo.

Para o caso de modelos de mistura com variável de folga, as supostas combinações aditivas e multiplicativas de termos de variáveis de mistura e de processo simultaneamente resultariam em um modelo combinado igual ao modelo combinado multiplicativo com variável de folga.

Analisando a Tabela 10, a melhor opção dentre as possibilidades de modelos combinados com variável de folga é a do modelo multiplicativo com variável de folga  $v_2$ . Com este modelo, o *MSE* e a variância de uma futura resposta no ponto são menores do que com o modelo aditivo-multiplicativo de Scheffé (ver Tabelas 10 e 12). No entanto, o *PRESS* do modelo aditivo-multiplicativo de Scheffé é menor do que o do modelo multiplicativo com variável de folga  $v_2$ . Ademais, com relação ao número de termos do modelo, o modelo aditivo-multiplicativo de Scheffé é melhor do que o modelo multiplicativo com variável de folga  $v_2$ , pois são 11 termos contra 15 termos mais 1 termo independente do modelo combinado com variável de folga  $v_2$ .

Com isso, foi decidido nesta etapa seguir a pesquisa apenas com os modelos combinados de Sheffé, já que a seleção de modelos com um grande número de termos, utilizando critérios baseados na teoria da informação, requer um esforço computacional bastante elevado.