

TESE
993

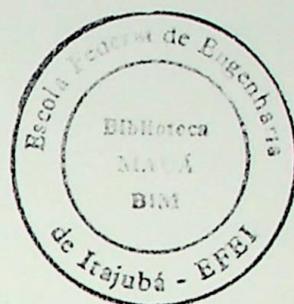
A FEDERAL DE ENGENHARIA DE ITAJUBA

*Delineamento de um Experimento Fatorial Fracionário
na Otimização de um Processo de Gaseificação.
Um estudo de caso.*

Marco Aurélio Oliveira Câmara

ITAJUBÁ - MG
1998

MARCO AURÉLIO OLIVEIRA CÂMARA



Delineamento de um Experimento Fatorial Fracionário na Otimização de um Processo de Gaseificação. Um estudo de caso.

Dissertação apresentada à Escola Federal de Engenharia de Itajubá para obtenção do título de Mestre em Ciências em Engenharia de Produção.

Itajubá/MG.

1998

MARCO AURÉLIO OLIVEIRA CÂMARA

**Delineamento de um Experimento Fatorial Fracionário na Otimização
de um Processo de Gaseificação. Um estudo de caso.**

**Dissertação apresentada à Escola Federal de
Engenharia de Itajubá para a obtenção do título de
Mestre em Ciências em Engenharia de Produção.**

Área de Concentração:
Qualidade e Produtividade

Orientador :
Prof. Dagoberto Alves de Almeida, Ph.D.

Co-orientador :
Prof. Pedro Paulo Balestrassi, M. Eng.

Itajubá/MG.

1998

AGRADECIMENTOS

Aos professores Dagoberto Alves de Almeida e Pedro Paulo Balestrassi pela orientação, apoio e incentivo.

Ao professor Messias Borges Silva por ter-me apresentado os primeiros conceitos sobre Projetos de Experimentos e pelo efetivo apoio a realização do presente trabalho.

Aos professores e companheiros do Curso de Mestrado em Engenharia de Produção, turma de 1995, em particular ao dileto amigo José Roberto Alves de Mattos, companheiro de trabalhos e estudos com quem empreendi discussões úteis para a conclusão desta dissertação.

Aos companheiros da IMBEL - Fábrica Presidente Vargas, que abriram as portas dos Laboratórios Químico, Balístico e Experimental, para a execução dos experimentos necessários a realização do presente trabalho e em particular aos engenheiros Alaor Gomes Martho e Vagner Carini e ao analista de sistema José Roberto Coura.

A minha família, pela paciência, compreensão e estímulo em todos os momentos desta árdua jornada.

SUMÁRIO

Página

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE TABELAS

RESUMO

ABSTRACT

CAPITULO 1 : INTRODUÇÃO	01
1.1 - Considerações Iniciais	01
1.2 - Processo de fabricação de Lama Explosiva na FPV - IMBEL	02
1.3 - Proposta para redução de custos	04
1.4 - Objetivos	05
CAPITULO 2 : PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS	06
2.1 - Técnicas de Experimentação	06
2.1.1 - Diferença entre Modelos Mecanísticos e Empíricos	06
2.1.2 - Varia Um Fixa o Resto	07
2.1.3 - Planejamento e Otimização de Experimento	08
2.2 - Como variar tudo ao mesmo tempo	09
2.3 - Experimentos fatoriais com K Fatores (cada fator com dois níveis)	10
2.4 - Estimativa dos Efeitos Principais e dos Efeitos de Interações	11
2.5 - Estimativa do Erro Experimental	12
2.6 - Interpretação dos resultados	16
2.6.1 - Interpretação geométrica dos resultados	16
2.6.2 - Interpretação analítica dos resultados	18
2.7 - Experimentos Fatoriais Fracionários	19
2.7.1 - Meias Frações de Planejamento Fatoriais	20
2.7.2 - Delineamento de um Experimento Fracionário	22
2.7.3 - Outro Algoritmo para Cálculo dos Efeitos	23

2 . 8 - Metodologia de Superfície de Resposta	29
2 . 8 .1 - Determinação dos fatores principais	30
2 . 8 .2 - Modelo de 1ª Ordem	31
2 . 8 .3 - Caminho de Ascensão	35
2 . 8 .4 - Modelo de 2ª Ordem	39
CAPITULO 3: ESTUDO DE CASO.	44
3.1 Introdução	44
3.2 Objetivos	44
3.3 Descrição do Ensaio	45
3.4 Planejamento Inicial e Realização do Experimento Inicial	47
3.5 Experimento de Confirmação e Metodologia de Superfície de Resposta	51
3.6 Modelo de Primeira Ordem	53
3.7 Determinação do Caminho de Ascensão	58
3.8 Modelo Quadrático	60
CAPÍTULO 4: CONSIDERAÇÕES FINAIS, CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES	70
ANEXO A - EXPLOSIVOS	73
1 . Definição	73
2 . Explosivos Propelentes	73
3 . Explosivos de Detonação	74
4 . Explosivos Modernos	75
5 . Explosivos Tipo Lama (SLURRY).	75
ANEXO B - DEFINIÇÕES	77
ANEXO C - EXEMPLOS	80
Exemplo 1	80
Exemplo 2	82
Exemplo 3	87
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	91
BLIBIOGRAFIA COMPLEMENTAR	92

LISTA DE FIGURAS

	Página
Figura 1.1 - Diagrama de engenharia do processo de fabricação da Lama Explosiva na IMBEL-FPV.	03
Figura 1.2. Diagrama de Pareto do custo das matérias-primas para fabricação da Lama Explosiva na IMBEL-FPV.	04
Figura 2.1 Esquema do problema enfrentado pelo pesquisador	09
Figura 2.2 - Interpretação geométrica dos resultados do exemplo 1.	17
Figura 2.3 - Planos e figuras de contrastes.	17
Figura 2.4 - Plano descrito pela equação $\hat{Y} = 68,00 - 5,25x_1 + 4,25x_2$	34
Figura 2.5 - Curvas de nível do plano descrito por $\hat{Y} = 68,00 - 5,25x_1 + 4,25x_2$. A linha tracejada indica o caminho de ascensão.	35
Figura 2.6 - Resultados dos ensaios realizados na direção de ascensão.	37
Figura 2.7 Planejamento cubo-estrela	39
Figura 2.8 - Superfície descrita pela equação 2.17	42
Figura 2.9- Curvas de nível da superfície da equação 2.17	43
Figura 3.1 - Material utilizado para execução dos ensaios.	45
Figura 3.2 - Montagem dos equipamentos para execução dos ensaios.	46

Figura 3.3 - Gráfico de Probabilidade Normal de Efeitos	51
Figura 3.4 - Tela de entrada do programa STATISTICA.	55
Figura 3.5 - Projeção da superfície de respostas no plano dos eixos dos fatores A e B	56
Figura 3.6 - Perspectiva da superfície de respostas	57
Figura 3.7 - Tela usada para modificar as características das figuras geradas pelo programa STATISTICA.	57
Figura 3.8 - Tela onde é apresentada a função calculada pelo programa.	58
Figura 3.9 - Tela “Design Analysis of Experiments” do programa STATISTICA.	63
Figura 3.10 - Tela “Design & Analyses of Response Surface Designs” do programa STATISTICA.	63
Figura 3.11 - Tela “Response Surface Design”	63
Figura 3.12. - Tela “Analysis of Response Surface Designs”	64
Figura 3.13. - Tela “Select a dependent var., indep. Vars, and (opt) a blockin var”.	65
Figura 3.14 - Tela “Analysis of a Composite Design”	65
Figura 3.15 - Projeção da superfície de respostas no plano dos eixos dos fatores A e B .	67
Figura 3.16 - Perspectiva da superfície de respostas	67
Figura 3.17 - Tela de customização das figuras geradas no programa STATISTICA	68

Figura 3.18 - Tela usada para apresentar a função calculada para gerar o gráfico da superfície de resposta . 69

Figura C.1. - Experimento Fatorial 2^2 como réplica no ponto central 88

Figura C.2. - Deslocamento da origem para o ponto central através da codificação das unidades 89

Tabela 2.3 - Exemplo dos efeitos exemplo 1 13

Tabela 2.4 - Número de efeitos principais e de interação, função de número N de fatores 17

Tabela 2.5 - Matriz de planejamento de um experimento fatorial fracionário 2^{k-1} 21

Tabela 2.6 - Matriz de planejamento de experimento fatorial fracionário 2^{k-1} 23

Tabela 2.7 - Símbolos utilizados para condução dos fracionários 24

Tabela 2.8 - Análise de variância para o ajuste do modelo 24

$$\hat{Y} = 68,00 - 5,25x_1 + 4,25x_2$$

Tabela 2.9 - Matriz de planejamento dos ensaios realizados na trajetória de maximização máxima 26

Tabela 2.10 - Matriz de planejamento de experimento 2^k com três réplicas no ponto central (35,125) 38

Tabela 2.11 - Análise de variância para ajuste do modelo 38

$$\hat{Y} = 85,71 - 0,25x_1 + 2,00x_2$$

Tabela 2.12 - Matriz de planejamento do experimento cubo-central 40

LISTA DE TABELAS

	Página
Tabela 2.1. Notações geométrica e clássica (para três fatores)	10
Tabela 2.2 - Matriz de planejamento do exemplo 1 com réplica dos ensaios.	13
Tabela 2.3 - Estimativa dos efeitos exemplo 1	15
Tabela 2.4 - Número de efeitos principais e de interações, função do número K de fatores.	19
Tabela 2.5 - Matriz de planejamento de um experimento fatorial fracionário 2^{3-1} .	21
Tabela 2.6 - Matriz de planejamento de experimento fatorial fracionário 2^{4-1} .	23
Tabela 2.7. - Sinônimos utilizados para condução dos fracionários.	24
Tabela 2.8. Análise de variância para o ajuste do modelo	34
$\hat{Y} = 68,00 - 5,25x_1 + 4,25x_2$	
Tabela 2.9- Matriz de planejamento dos ensaios realizados na trajetória de inclinação máxima.	36
Tabela 2.10 - Matriz de planejamento do experimento 2^2 cubo com triplicata no ponto central (35,125).	38
Tabela 2.11. Análise de variância para ajuste do modelo	38
$\hat{Y} = 85,71 - 1,25x_1 + 2,25x_2$	
Tabela 2.12- Matriz de planejamento do experimento cubo-estrela	40

Tabela 2.13 - Análise de variância para o ajuste do modelo $\hat{Y} = 85,71 - 1,25x_1 + 2,25x_2$	41
Tabela 3.1 - Lista de fatores à serem pesquisados	48
Tabela 3.2 - Matriz de planejamento do experimento fatorial fracionário 2^{4-1} , com replicata dos ensaios.	49
Tabela 3.3 - Estimativa dos efeitos	50
Tabela 3.4 - Análise de Variância dos Efeitos	51
Tabela 3.5 - Matriz de planejamento do experimento 2^2 com replicata (cubo)	52
Tabela 3.6 - Matriz do Planejamento Fatorial 2^2 com replicata no ponto central (cubo).	56
Tabela 3.7 - Matriz de Planejamento dos ensaios no caminho de ascensão .	59
Tabela 3.8 - Matriz de Planejamento Do Experimento cubo-estrela com replicata no ponto central.	60
Tabela 3.9 - Matriz de planejamento do experimento cubo-estrela	64
Tabela 3.10 - Matriz de planejamento do experimento cubo-estrela.	66
Tabela 3.11 - Análise de variância dos resíduos do modelo quadrático.	66
Tabela C.1 - Matriz de planejamento do experimento do exemplo 1	80
Tabela C.2 - Estimativa dos efeitos do exemplo 1	82
Tabela C.3 - Níveis dos fatores do exemplo 2	82

Tabela C.4 - Matriz de planejamento de um experimento fatorial completo 2^4	83
Tabela C.5 - Estimativa dos efeitos de um experimento fatorial completo 2^4	84
Tabela C.6 - Matriz de planejamento de um experimento fatorial fracionário 2^{4-1}	85
Tabela C.7 - Estimativa dos efeitos de um experimento fatorial 2^{4-1}	85
Tabela C.8 - Matriz de planejamento do experimento 2^2 (cubo com réplica no ponto central (50,100))	88

RESUMO

O uso de ferramentas estatísticas como o delineamento de experimentos na otimização de processos e na melhoria da qualidade tem crescido muito nos últimos anos. Neste trabalho objetivou-se maximizar um processo de gaseificação química de explosivos do tipo “Slurry” e emulsões explosivas, com o intuito de controlar a densidade do explosivo. Como análise exploratória foi utilizado um delineamento fatorial fracionário 2^{4-1} , com réplica, com as seguintes variáveis de controle e seus níveis: Temperatura do licor (55.0°C e 65.0°C); pH do licor (3.0 e 5.0); Volume de solução gaseificante (1.5 ml e 2.5 ml); Velocidade de agitação da solução (2.5 e 3.5). O volume de gás obtido foi utilizado como variável resposta. Os resultados mostraram que as variáveis de Temperatura do licor e pH foram as mais significativas no processo de gaseificação. A partir desse resultado foi utilizado um fatorial completo com experimentos no ponto central (Central Composite Design) para a aplicação da Metodologia de Superfície de Resposta, visando maximizar o volume de gás. Os resultados finais mostraram as condições ideais de ajuste das variáveis para a obtenção da melhor gaseificação e também permitiram a obtenção de um modelo aditivo de segunda ordem:

$$Y = 129,750 + 30,624 T - 25,513 \text{ pH} + 9,875 T^2 + 6,375 \text{ pH}^2 - 12,5 T * \text{pH}$$

ABSTRACT

The statistical process optimisation has increased in the last years. In this work the goal was to maximize one chemical gaseification process of **Slurry** and Emulsion Explosive, to control its the density. One 2^{4-1} factorial fractional desing was used to explore the inital conditions and the following factors and levels was adopted: Liqueur Temperature (**55.0⁰ C and 65.0⁰ C**); Liqueur pH (**3.0 and 5.0**); Volume of gaseificant solution (**1.5 ml and 2.5 ml**); agitation speed (**2.5 and 3.5**). The response factor was the Gas Volume. The results showed two significant factors: Liqueur Temperature and pH. After wards, it was used one full factorial design using central point experiments (Central Composite Design) and Response Surface Methodology to maximize the gas volume. One second order aditive mathematical model and better experimental conditions, was proposed:

$$Y = 129,750 + 30,624 T - 25,513 \text{ pH} + 9,875 T^2 + 6,375 \text{ pH}^2 - 12,5 T * \text{ pH}$$

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

1.1 Considerações iniciais

A Indústria de Material Bélico do Brasil - **IMBEL**, empresa vinculada ao Ministério do Exército, possui tradicional atuação no ramo de Material Bélico, fornecendo para as Forças Armadas do Brasil e do exterior, armamento leve, equipamentos de comunicações, munições e explosivos.

A Fábrica Presidente Vargas - **FPV**, localizada em Piquete, São Paulo, é uma filial da **IMBEL**, a qual fabrica pólvora e explosivos, sendo sua produção excedente comercializada no mercado de explosivos civis. Tais explosivos aplicam-se, principalmente, em construção de estradas, hidroelétricas e minerações.

Os governos federal e estadual são os maiores responsáveis pelos investimentos na área de grandes obras de engenharia civil, as quais consomem alta quantidade de explosivos. Estes governos pouco investiram nesta área na década de 90, tornando o mercado de explosivos quase que totalmente voltado para a área de mineração, provocando entre os fabricantes uma acirrada competição. Cabe salientar o fato do surgimento de várias pequenas indústrias de explosivos disputando este mercado retraído.

Assim sendo, a **IMBEL**, para continuar no mercado, viu-se levada a um programa de redução de custos dos seus produtos. Especificamente, a unidade de fabricação de Lama Explosiva (**SLURRY**), atingiu um elevado custo industrial, que tornou o produto sem condições de competir com o preço estabelecido pelo mercado.

Dentro do programa de redução de custo da Lama Explosiva, foram identificadas diversas oportunidades de melhorias, das quais citamos: substituição de matérias-primas, mudança do processo, alteração na disposição dos equipamentos da unidade de fabricação e estudos de viabilidade técnica e econômico para aquisição de novos equipamentos.

No presente trabalho fixou-se na pesquisa desenvolvida para substituir a Perlita “EWP”, matéria-prima responsável pelo controle da densidade do explosivo, agente físico, pelo nitrito de sódio (NaNO_2), como agente químico. Escolheu-se a técnica de Planejamento de Experimentos como ferramenta de auxílio à pesquisa, tendo em vista a economia de tempo e material na realização dos experimentos, sua eficácia na convergência dos resultados e a facilidade proporcionada pela utilização dos meios computacionais disponíveis.

1.2 Processo de Fabricação de Lama Explosiva na IMBEL FPV

Para a produção de Lama Explosiva a FPV possui uma unidade de fabricação originalmente adquirida da NITRO NOBEL - Suécia, e que entrou em produção em 1972 com uma capacidade de 100t/mês/turno.

Em 1989, a planta sofreu uma ampliação, passando sua capacidade máxima para 400t/mês/turno. Passou a utilizar uma nova formulação desenvolvida com base nas formulações norte-americanas. Basicamente o processo, mostrado na figura 1.1, consiste das seguintes operações:

- 1- Dosagem Nitrato de Monoetanolamina - NMEA;
- 2- Pesagem de Sais (NH_4NO_3 e NaNO_3);
- 3- Dosagem de H_2O ;

- 4- Estas matérias primas são dissolvidas e misturadas em um tanque com aquecimento, até formarem um licor a temperatura de 65°C ;
- 5- Bombeamento de licor para um tanque dosador;
- 6- Peneiração e pesagem de aditivos entre os quais a Perlita expandida EWP;
- 7- Peneiração e pesagem de sais;
- 8- Num misturador, com velocidade de agitação e temperatura controladas são misturados o licor, os aditivos e os sais citados nos itens 5, 6 e 7;
- 9- A massa de aspecto gelatinoso, resultante da misturação é transferida para um silo pulmão, pois o processo é feito em bateladas, para posteriormente ser encartuchada manualmente em película de filme plástico, com diâmetro que varia de 1 a 3,5 polegadas;

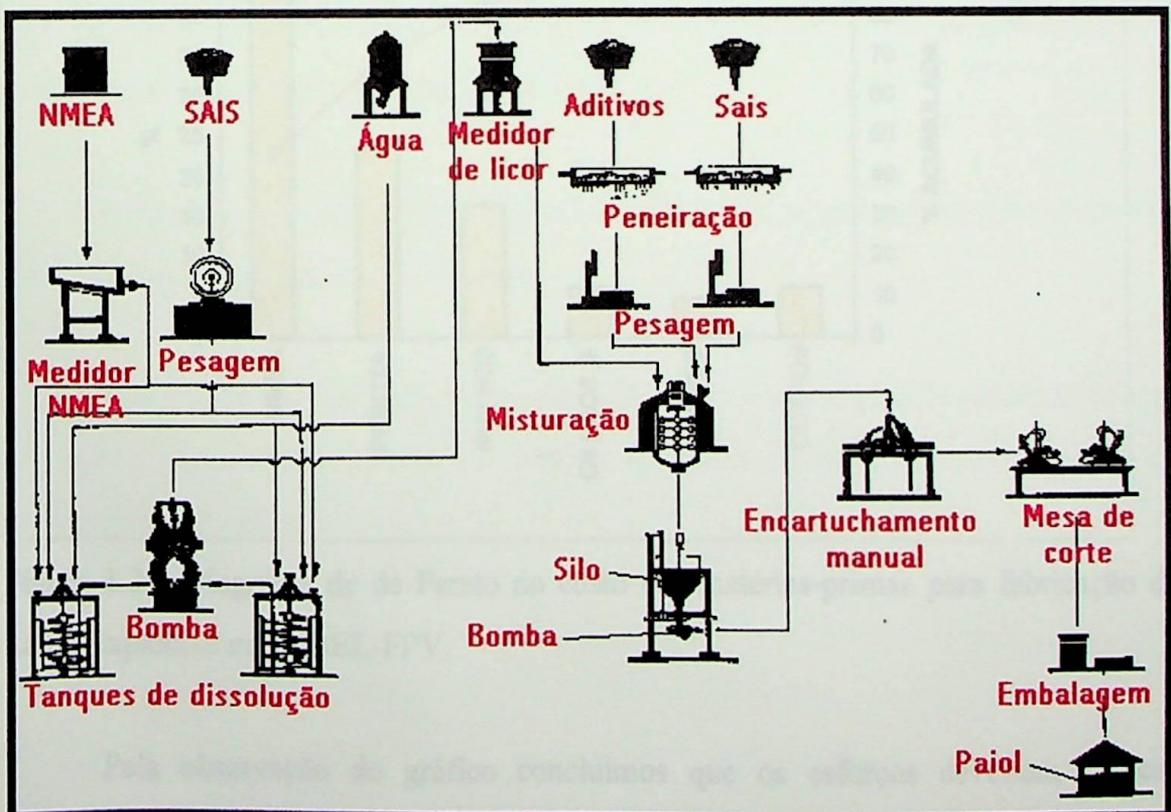


Figura 1.1 - Diagrama de engenharia do processo de fabricação da Lama Explosiva na IMBEL-FPV.

10- Os cilindros formados pelas películas de plástico cheios com a massa explosiva são transportados para uma mesa de corte onde são cortados no comprimento de 12 ou 24 polegadas, tendo suas extremidades grampeadas;

11- Embalagem da lama explosiva em caixas de 25kg.

1.3 Proposta para Redução de Custos.

Grupos de trabalhos foram formados objetivando a redução de custos. Na oportunidade fez-se um levantamento dos custos das matérias-primas envolvidas na fabricação da lama explosiva, sendo o resultado transformado no gráfico de Pareto mostrado na figura 1.2.

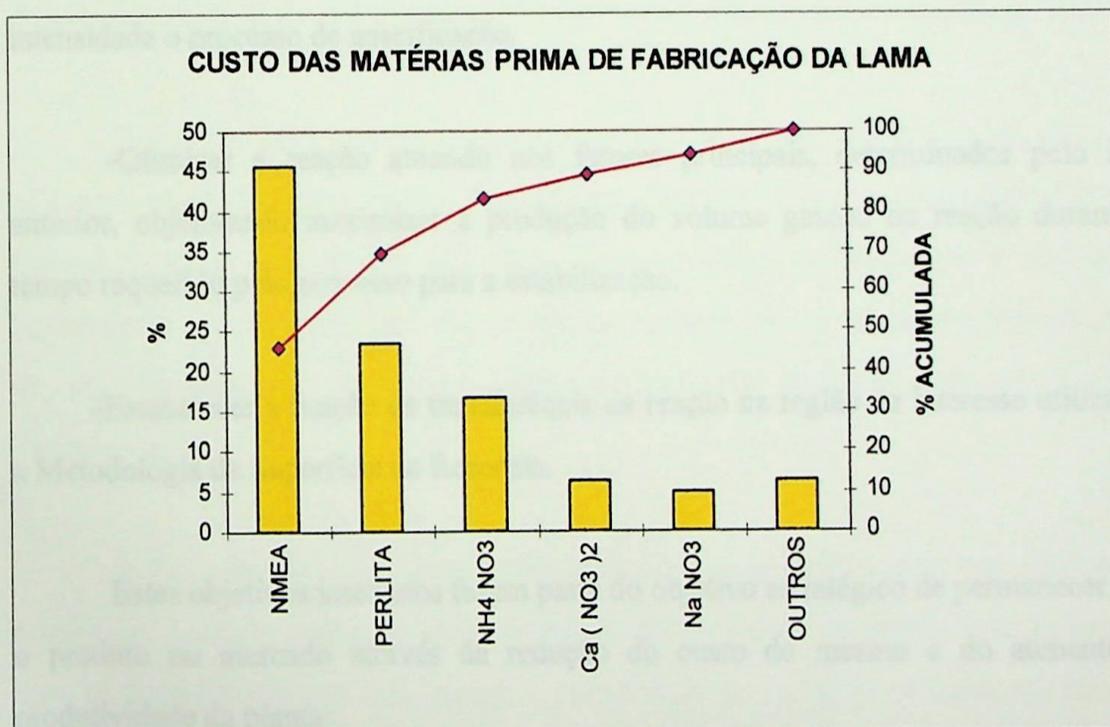


Figura 1.2 - Diagrama de de Pareto do custo das matérias-primas para fabricação da Lama Explosiva na IMBEL-FPV.

Pela observação do gráfico concluímos que os esforços deveriam focar principalmente o **NMEA** e a **Perlita**, visto que 69,2% do custo do produto recai sobre estas matérias-primas.

Dentre as medidas propostas, este trabalho trata daquela que teve por objetivo a substituição da **Perlita Expandida “EWP”**, usada no explosivo como elemento físico para diminuição da densidade e para aeração do mesmo, por uma reação química produzida pelo NaNO_3 , com produção de gás, que preso na massa do explosivo, diminua sua densidade e provoque sua aeração.

1.4 Objetivos

Os objetivos imediatos deste trabalho são :

-Utilizar a técnica do planejamento de experimento para determinar quais dos principais fatores selecionados dentro da formulação, fruto da experiência adquirida em anos de fabricação de explosivos e da literatura sobre o assunto, afetam com maior intensidade o processo de gaseificação.

-Otimizar a reação atuando nos fatores principais, determinados pelo item anterior, objetivando maximizar a produção do volume gasoso na reação durante o tempo requerido pelo processo para a estabilização.

-Estabelecer a função de transferência da reação na região de interesse utilizando a Metodologia da Superfície de Resposta.

Estes objetivos imediatos fazem parte do objetivo estratégico de permanecer com o produto no mercado através da redução do custo do mesmo e do aumento de produtividade da planta.

CAPÍTULO 2

PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS

2.1 - Técnicas de Experimentação

Alguns conceitos serão apresentados de modo a fazer um nivelamento do conhecimento em torno da técnica de planejamento de experimentos.

2.1.1 - Diferença Entre Modelos Mecanísticos e Empíricos [BARROS, B, SCARMINIO, B & BRUNS, R, 1995].

Para esclarecer a diferença entre modelos empíricos e modelos mecanísticos dos dados resultantes de um experimento ou observação veremos dois exemplos práticos:

1) Quando um astrônomo determinar a hora do próximo eclipse solar, ele o fará utilizando-se das leis da Mecânica Newtoniana. Este é um modelo mecanístico. Com ele é possível prever as trajetórias dos astros porque sabemos as causas que as provocam, conhecemos o mecanismo por trás de seu comportamento. A mecânica Newtoniana é um modelo global que permite ao astrônomo fazer suas deduções aplicando-a à suas observações.

2) Por outro lado um pesquisador encarregado de implementar um processo de fabricação, baseado numa determinada reação desenvolvida em laboratório, encontrará uma série de fatores que influenciam a reação e sobre os quais não tem um controle absoluto, tais como a temperatura e a umidade relativa do ambiente, quantidade dos reagentes, **pH** do meio e tempo de reação. Mesmo que exista um modelo cinético para a reação em questão, dificilmente o pesquisador conseguirá levar em conta a influência da variação de todos os fatores, além das variações inerentes à mudança de escala do processo, quando se passa do laboratório para a planta. Neste caso o pesquisador deve recorrer a modelos empíricos, isto é, a modelos que procuram descrever, baseado no resultado do experimento, o comportamento do processo estudado. Na verdade o que se

pretende é descrever o processo na região estudada, visto que muitas das informações necessárias ao modelo mecanístico não estão disponíveis. Isto quer dizer que os modelos empíricos são basicamente localizados.

2.1.2 - Varia Um Fixa o Resto (VIFR)

Tradicionalmente na pesquisa para melhorar as características desejadas de um produto existente ou no desenvolvimento de um novo produto são feitos vários experimentos. Usualmente emprega-se a técnica de variar um dos fatores envolvidos no processo de fabricação do produto, podendo ser este fator o tempo de reação ou a quantidade de uma das matérias-primas na formulação do produto ou a temperatura de realização do experimento, fixando-se os outros fatores. O ponto no qual as características desejadas, isto é, o resultado do experimento, apresentar melhor desempenho, passa a ser fixado para o fator estudado, nos experimentos futuros, quando um outro fator passa a ser variado. Nessa metodologia de experimentação, varia-se um fator de cada vez permanecendo fixo o restante dos fatores. Chamamos esta metodologia de Varia Um Fixa o Resto (VIFR). Este método de experimentação não permite que se tenha uma perfeita avaliação das interações entre dois ou mais fatores e o ponto de melhor desempenho (máximo ou mínimo) encontrado pode não ser o alvo do experimento[BOX, H & HUNTER, 1978].

2.1.3 - Planejamento e Otimização de Experimento

Face ao acima exposto, optou-se no presente trabalho orientar os experimentos segundo o método do Planejamento de Experimentos. Este é um método estatístico que não descarta a experiência do pesquisador, ao contrário, é de fundamental importância que o mesmo conheça o fenômeno objeto dos experimentos bem como a definição dos objetivos a serem atingidos. A diferença fundamental é o que chamamos de Varia Tudo ao Mesmo Tempo (VTMT), ou seja, todos os fatores envolvidos no experimento variam, entre níveis preestabelecidos, simultaneamente. Isto nos permite avaliar não só

os efeitos principais dos fatores, mas também a magnitude dos efeitos de interação de dois ou mais fatores [BARROS, B, SCARMINIO, B & BRUNS, R, 1995].

A estatística não entra no método apenas no tratamento dos dados resultantes dos experimentos. É importante lembrar que procuramos antes da realização do experimento garantir a independência e aleatorização na realização dos ensaios para que as respostas sejam realmente um reflexo das alterações de níveis introduzidos nos fatores, daí o nome do método “Planejamento de Experimento”, estabelecendo-se assim a relação entre fatores e respostas [BOX, H & HUNTER, 1978],[MONTGOMERY, D, 1984], [LIPSON, C & SHEITH, N, 1973],[WONNACOTT, T & WONNACOTT, R, 1980].

Uma vez estabelecido quais os principais fatores que atuam na resposta desejada, isto é, quais dos fatores envolvidos no processo nos quais uma pequena alteração introduzida provoca na resposta uma sensível alteração, passa-se para a fase de otimização do processo. Fixa-se os fatores que pouca ou nenhuma influência têm na resposta desejada e varia-se os níveis dos fatores que, por outro lado, provocam nas respostas uma sensível variação. Esta alteração far-se-á orientada pelos resultados do planejamento dos experimentos, que informam a relação de proporcionalidade entre os fatores principais e resposta, ou seja, diretamente ou inversamente proporcional a resposta desejada. Desta forma traçamos o caminho de ascensão, que vem a ser a realização de experimentos no sentido da otimização da resposta, usando a Metodologia da Superfície de Resposta (MSR), que é constituída de duas etapas distintas: a modelagem e o deslocamento. Estas etapas são repetidas quantas vezes forem necessárias para se atingir uma região ótima (máximo ou mínimo) da superfície investigada, superfície esta definida pelas repostas obtidas dos experimentos [JURAN, J, 1993],[BARROS, B, SCARMINIO, B & BRUNS, R, 1995].

A modelagem é obtida do ajuste de modelos lineares ou quadráticos aos resultados dos experimentos realizados. Estes modelos matemáticos definem o processo na região estudada, daí serem modelos locais.

2.2 Como variar tudo ao mesmo tempo

Basicamente o problema que se apresenta para o experimentador é a determinação da influência de uma ou mais variáveis sobre uma ou mais respostas de interesse. Na figura 2.1 procuramos representar esquematicamente esse problema [BARROS, B, SCARMINIO, B & BRUNS, R, 1995].

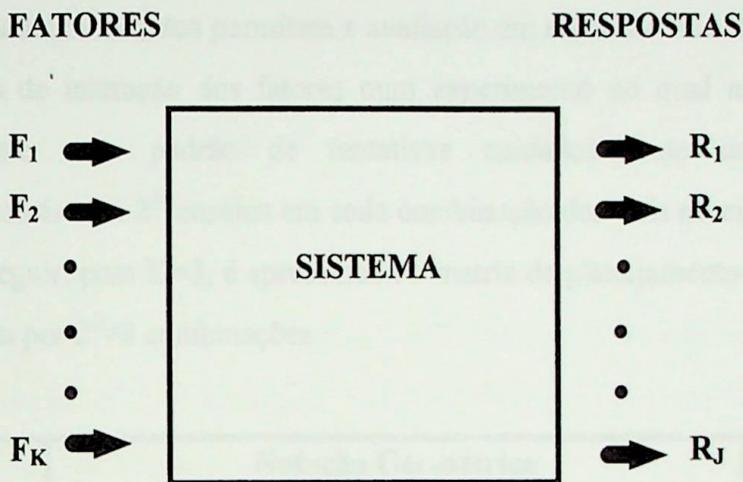


Figura 2.1 - Esquema do problema enfrentado pelo pesquisador

O Sistema é considerado uma função desconhecida, a qual se deseja determinar, e para isto serão realizados os experimentos. Atua-se nos fatores, (ou variáveis de entrada), que modificados pelo sistema (a função) produzem as respostas, (ou variáveis de saída).

Deve-se, primeiramente, no planejamento de um experimento, determinar quais os fatores e as respostas de interesse para o sistema em estudo. Posteriormente, é preciso definir o objetivo que se pretende alcançar com o experimento, pois isso determinará o tipo de planejamento experimental a ser seguido.

Dentre os Planejamentos Experimentais citados por [JURAN, J, 1993], isto é, Completamente Aleatorizado Com Um Único Fator, Fatorial, Fatorial 2^k em Blocos, Fatorial 2^k Fracionário, Blocos Aleatorizados, Blocos Incompletos Balanceados, Blocos Incompletos Parcialmente Balanceados, Quadrados Latinos, Quadrados de Youden,

Hierárquico, Metodologia da Superfície de Resposta, nos deteremos nos Planejamentos Fatoriais, Fatoriais 2^K Fracionários e na Metodologia da Superfície de Resposta.

2.3 Experimentos Fatoriais com K Fatores (cada Fator com dois níveis).

Um experimento fatorial com K fatores, cada um com dois níveis, é conhecido como experimento fatorial 2^K . Os delineamentos fatoriais 2^K possuem ampla aplicação industrial. Tais delineamentos permitem a avaliação em separado dos efeitos individuais e dos efeitos de interação dos fatores num experimento no qual os fatores variam simultaneamente num padrão de tentativas cuidadosamente organizado. Esse experimento consiste de 2^K ensaios em cada combinação dos dois níveis dos fatores. Na tabela 2.1, a seguir, para $K=3$, é apresentada a matriz de planejamento do experimento, que é composta por $2^3=8$ combinações.

Ensaio/Fator	Notação Geométrica			Notação Clássica
	A	B	C	
1	-	-	-	1
2	+	-	-	a
3	-	+	-	b
4	+	+	-	ab
5	-	-	+	c
6	+	-	+	ac
7	-	+	+	bc
8	+	+	+	abc

Tabela 2.1 - Notações geométricas e clássica (para três fatores).

Na tabela 2.1, é apresentada também as notações geométrica e clássica destas mesmas combinações. Na notação geométrica os fatores são representados por letras maiúsculas e os níveis pelos sinais mais (+) e menos (-), sendo o primeiro a indicação de que o fator está no nível superior e o sinal de (-) a indicação de que o fator está no nível inferior, ou também está ausente. Na notação clássica o número 1 indica que o fator está

no nível inferior e através da presença da letra minúscula correspondente ao fator, mostra-se que o mesmo encontra-se no nível superior. Assim em $1b1=b$ temos que o primeiro algarismo 1 indica que o fator A está no nível inferior, a letra b indica que o fator B está no nível superior e o segundo algarismo 1 indica que o fator C está no nível inferior resultando na notação simplesmente pela letra b [JURAN, J, 1993].

2.4 Estimativas dos Efeitos Principais e dos Efeitos de Interações.

Os experimentos fatoriais 2^k permitem a estimativa de todos os K efeitos principais (efeitos de primeira ordem), de todas as interações de dois fatores, (efeitos de segunda ordem), das interações de três fatores, etc. Cada efeito estimado é uma estatística da forma, $\bar{Z}_+ - \bar{Z}_-$, ou seja, é expresso pela diferença entre duas médias, cada uma contendo 2^{k-1} observações. Por exemplo, em um experimento com $K=4$ fatores o analista seria capaz de estimar, além da média geral, quatro efeitos principais, seis interações de dois fatores, quatro interações de três fatores e uma interação de quatro fatores, totalizando um total de 16 estatísticas. Todas estas estatísticas são “distintas” (ortogonais) umas das outras, isto é, a magnitude e o sinal de cada estatística não é de maneira alguma influenciada pela magnitude ou pelo sinal das demais [BARROS, B, SCARMINIO, B & BRUNS, R, 1995].

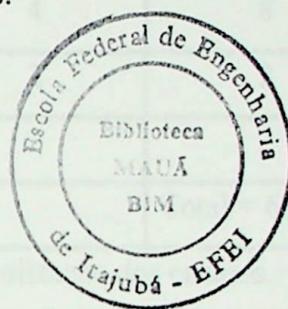
Para calcular o efeito principal de um fator qualquer, na matriz de planejamento do experimento, devemos associar a coluna dos sinais do referido fator com a coluna das respostas e em seguida obtermos a soma das respostas que foram associadas ao sinal de mais (FZ_+) e das respostas que foram associadas ao sinal de menos (FZ_-). Posteriormente obtemos as médias ${}_F\bar{Z}_+$ e ${}_F\bar{Z}_-$ dividindo as somas FZ_+ e FZ_- por $(2^k \div 2)$, metade do número de ensaios do experimento. O efeito principal de um fator será a diferença entre ${}_F\bar{Z}_+$ e ${}_F\bar{Z}_-$. Para o cálculo do efeito principal do fator F qualquer ou das interações entre fatores temos:

$$F = {}_F\bar{Z}_+ - {}_F\bar{Z}_- \quad (2.1)$$

Onde: F é o fator ou interação entre fatores que se deseja calcular;
 \bar{Z}_+ é a média do somatório dos resultados positivos do experimento relacionados a F;
 \bar{Z}_- é a média do somatório dos resultados negativos do experimento relacionados a F.

Para o cálculo da média, na matriz de planejamento do experimento, na coluna correspondente a média, assumimos todos os ensaios com sinal + e daí temos apenas um somatório de todos os ensaios. Para cálculo da média temos:

$$M = \bar{Z}_+ = \frac{Z_+}{2^k} \quad (2.2)$$



Onde: M é a média procurada;
 Z_+ é o somatório de todos os resultados obtidos no experimento.

Para melhor entendimento dos conceitos apresentados, sugere-se o acompanhamento do exemplo 1 no Anexo C.

2.5 Estimativa do Erro Experimental [BOX, H & HUNTER, 1978].

Vamos supor que no exemplo 1 (Anexo C), o pesquisador tenha realizado o experimento com réplica obtendo, assim, os resultados individuais para cada ensaio conforme a tabela 2.2 .

A partir das repetições realizadas podemos estimar o erro experimental, e daí avaliar a significância estatística dos efeitos. No nosso exemplo os rendimentos obtidos nas repetições do ensaio nº 1 foram 59 e 61. Como foram tomadas todas as medidas de aleatorização e de sistematização para a realização dos ensaios, podemos considerá-las repetições autênticas e a variância desse par de valores, que é igual a 2, pode ser considerada como uma estimativa do valor da variância devida a erros aleatórios característicos do processo experimental adotado.

Fator \ Ensaio	A	B	C	Resultados individuais dos ensaios	Diferença = d entre os ensaios	Variância de cada ensaio $S^2=d^2/2$
1	-	-	-	59 (6) 61 (13)	2	2
2	+	-	-	74 (2) 70 (4)	4	8
3	-	+	-	50 (1) 58 (16)	8	32
4	+	+	-	69 (5) 67 (10)	2	2
5	-	-	+	50 (8) 54 (12)	4	8
6	+	-	+	81 (9) 85 (14)	4	8
7	-	+	+	46 (3) 44 (11)	2	2
8	+	+	+	79 (7) 81 (15)	2	2
						Total = 64
OBS: Os números entre parênteses indicam a ordem de realização dos ensaios.						

Tabela 2.2 - Matriz de planejamento do exemplo 1 com réplica dos ensaios.

Essa estimativa corresponde a combinação de níveis dos fatores **A**, **B** e **C**, em 160°C, 20% e catalisador X, respectivamente. Admitindo que a variância populacional é a mesma em todo o espaço experimental, podemos combinar as informações das repetições de todos os ensaios e estimá-la com um número maior de graus de liberdade.

Como cada um dos nossos ensaios foi realizado apenas duas vezes isso fornece uma estimativa da variância com apenas um grau de liberdade. Para obter uma estimativa “conjunta”, com $1 + 1 + 1 + 1 + 1 + 1 + 1 + 1 = 8$ graus de liberdade, tomaremos a média ponderada de todas as estimativas, usando como peso os respectivos graus de liberdade. Incluindo as variáveis observadas nos outros ensaios, temos:

$$S^2 = \left(\frac{1 \times 2 + 1 \times 8 + 1 \times 32 + 1 \times 2 + 1 \times 8 + 1 \times 8 + 1 \times 2 + 1 \times 2}{1 + 1 + 1 + 1 + 1 + 1 + 1 + 1} \right) = \frac{64}{8} = 8$$

Tirando a raiz quadrada desse valor obtemos uma estimativa, com oito graus de liberdade, do desvio padrão associado a uma observação, isto é, do erro experimental característico do nosso processo:

$$\text{Erro } S = \sqrt{8} = 2,8$$

No nosso exemplo, em que o número de repetições é o mesmo para todos os ensaios, a estimativa da variância experimental é simplesmente a média aritmética das variâncias observadas nos ensaios individuais. Generalizando para cada ensaio repetido n_i vezes com m ensaios diferentes, teremos [WONNACOTT, T & WONNACOTT, R, 1980]:

$$S^2 = (u_1 S_1^2 + u_2 S_2^2 + \dots + u_m S_m^2) \div (u_1 + u_2 + \dots + u_m) \quad (2.3)$$

Onde: S^2 é a estimativa conjunta da variância experimental;

$u_i = n_i - 1$ é o número de graus de liberdade de S_i^2 , estimativa da variância do i -ésimo ensaio.

Para $n_i=2$ a equação 2.3 pode ser escrita:

$$S^2 = \frac{\sum_i^n d_i^2}{2n} \quad (2.3a)$$

Sabendo que cada efeito principal ou de interação é uma estatística da forma $F = \bar{Z}_+ - \bar{Z}_-$, onde cada média contém, no exemplo em tela, oito observações e admitindo a autenticidade das repetições e a aleatoriedade da ordem de realização dos ensaios, esses valores são independentes e também de mesma variância, dada por:

$$V(\text{efeito}) = V(\bar{Z}_+ - \bar{Z}_-) = \left(\frac{1}{8} + \frac{1}{8}\right) \times S^2 = \frac{1}{4} \times 8 = 2$$

Generalizando [WONNACOTT, T & WONNACOTT, R, 1980], para um total de N ensaios e suas repetições temos:

$$V(\text{efeito}) = \frac{4}{N} \times S^2 \quad (2.4)$$

No caso do exemplo em tela temos:

$$V(\text{efeito}) = \frac{4}{16} \times 8 = 2$$

Então o erro padrão dos efeitos será:

$$S(\text{efeito}) = \sqrt{v(\text{efeito})} = \sqrt{\frac{4S^2}{N}} \quad (2.5)$$

Aplicando a equação (2.5) no exemplo temos:

$$S(\text{efeito}) = \sqrt{\frac{4,8}{16}} = \pm 1,41$$

Efeito	Estimativa	Erro Padrão
A	23,0	± 1,4
B	-5,0	± 1,4
C	1,5	± 1,4
AB	1,5	± 1,4
AC	10,0	± 1,4
BC	0,0	± 1,4
ABC	0,5	± 1,4
Média	64,25	± 0,7

Tabela 2.3 - Estimativa dos efeitos exemplo 1

A tabela 2.3, apresenta o resultado dos cálculos dos efeitos principais e das interações e o erro padrão.

2.6 Interpretação dos resultados.

2.6.1 Interpretação Geométrica dos Resultados

Uma interpretação geométrica, pode ser associada aos resultados obtidos quando representamos o planejamento do experimento num sistema cartesiano em que cada eixo corresponda a um fator (quando o experimento possuir até 3 fatores). No caso do exemplo 1, que possui três fatores, podemos associar três eixos ortogonais definindo o espaço. Os resultados dos oito ensaios do experimento são representados dentro do círculo nos vértices de um cubo, conforme mostrado na figura 2.2[BOX, H & HUNTER, 1978]. Os números entre parênteses correspondem ao número do ensaio.

Os efeitos principais e as interações de dois fatores são contrastes entre dois planos, que podem ser identificados pelos coeficientes de contrastes (níveis) na tabela C.1(Anexo C).

No exemplo 1 para o cálculo do efeito principal de A temos:

$$A = {}_A\bar{Z}_+ - {}_A\bar{Z}_- = \frac{72 + 68 + 83 + 80}{4} - \frac{60 + 54 + 52 + 45}{4} = 75,75 - 52,75 = 23$$

Vemos que para o cálculo do efeito principal de A os ensaios 2, 4, 6 e 8 entram com sinal positivo e os ensaios 1, 3, 5, e 7 entram com o sinal negativo. Na figura 2.2 observa-se que os ensaios negativos estão em uma mesma face do cubo, a que é perpendicular ao eixo da temperatura, fator A, onde está situado o nível inferior deste fator. Os outros ensaios na face oposta, correspondem ao nível superior.

O efeito principal de A pode ser considerado como o contraste entre as faces opostas do cubo como ilustrado na figura 2.3. (a).[BOX, H & HUNTER, 1978], [MONTGOMERY, D, 1984].

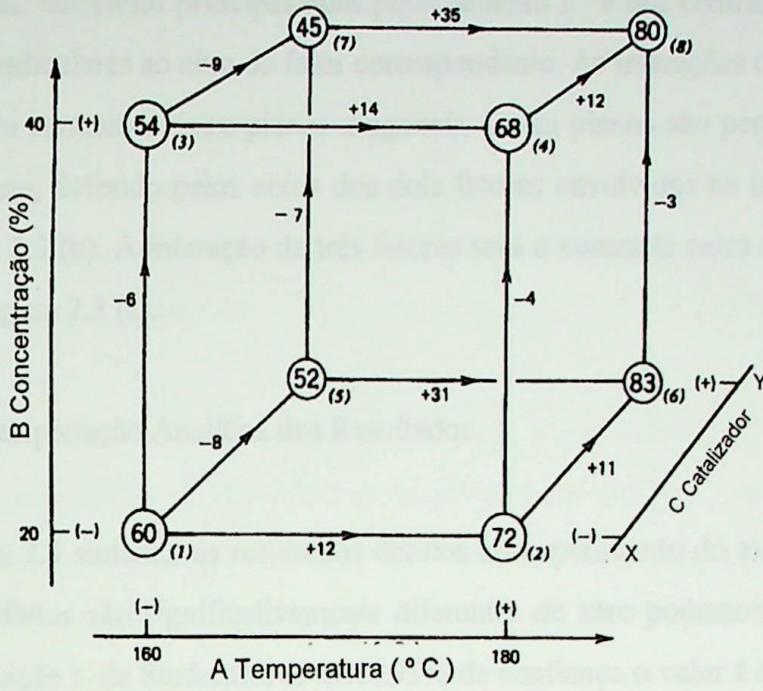


Figura 2.2 - Interpretação geométrica dos resultados do exemplo 1.

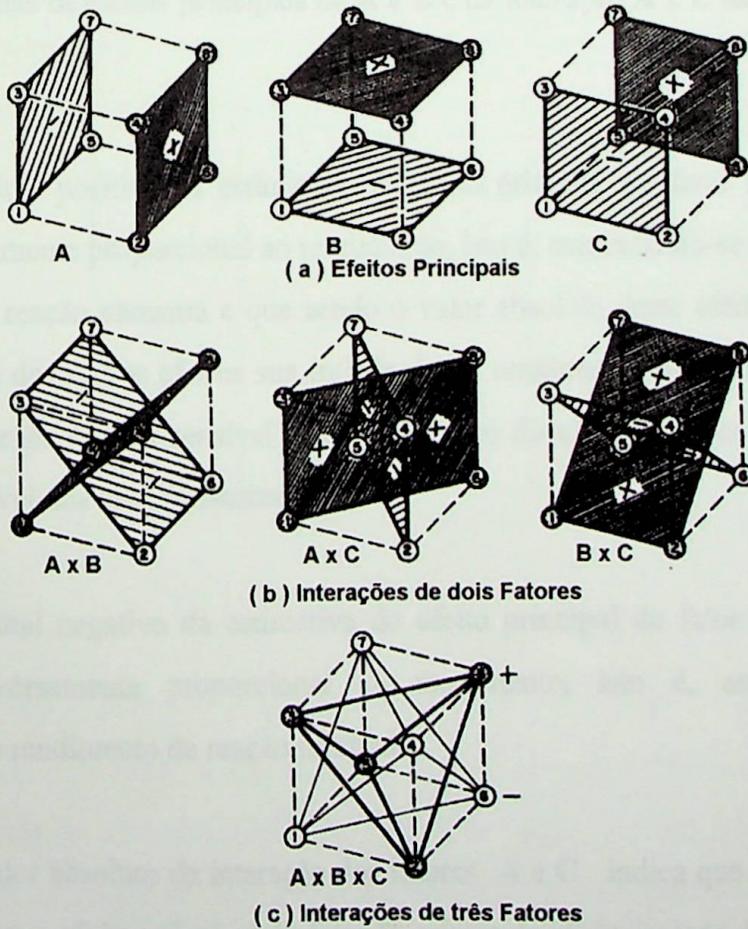


Figura 2.3 - Planos e figuras de contrastes.

Em geral, um efeito principal num planejamento 2^3 é um contraste entre faces opostas e perpendiculares ao eixo do fator correspondente. As interações de dois fatores, por sua vez, são contrastes entre planos diagonais. Esses planos são perpendiculares a um terceiro plano, definido pelos eixos dos dois fatores envolvidos na interação como mostra a figura 2.3 (b). A interação de três fatores será o contraste entre dois tetraedros mostrados na figura 2.3 (c).

2.6.2 Interpretação Analítica dos Resultados.

A tabela 2.3 sintetiza os resultados obtidos no experimento do exemplo 1. Para decidir se os efeitos são significativamente diferentes de zero podemos empregar um teste t (Distribuição t de Student). No nível 95% de confiança o valor t correspondente a 8 graus de liberdade é 2,306. No exemplo 1 isso quer dizer que só consideramos estaticamente significativo um efeito cujo valor absoluto for maior que $t_{\alpha,v} S(\text{efeito})$, ou seja, $(0 + 2,306 \times 1,4) = 4,238 \cong 4,3$. Aplicando este critério aos valores da tabela 2.3 vemos que apenas os efeitos principais de **A** e **B** e da interação **A x C** são significativos e que:

a) O Sinal positivo da estimativa do efeito principal do fator **A** indica que o mesmo é diretamente proporcional ao rendimento, isto é, aumentando-se a temperatura o rendimento da reação aumenta e que sendo o valor absoluto deste efeito maior que os demais valores dos outros efeitos sua influência no rendimento também será maior, ou seja, o rendimento é mais sensível a uma alteração de nível no fator **A** do que uma alteração no nível dos demais fatores.

b) O sinal negativo da estimativa do efeito principal do fator **B** indica que o mesmo é inversamente proporcional ao rendimento, isto é, aumentando-se a concentração o rendimento da reação diminui.

c) O valor absoluto da interação dos fatores **A** e **C** indica que a mesma é mais significativa que o efeito principal do fator **B**, apesar do efeito isolado do fator **C** pouco ou nenhuma influência ter no rendimento.

2.7 Experimentos Fatoriais Fracionários (Cada Fator com Dois Níveis).

Um Planejamento Fatorial completo 2^K tende a aumentar rapidamente o número de ensaios necessários a medida que aumentamos o número K de fatores. Para a execução de um Experimento Fatorial com $K=7$ fatores, por exemplo, seriam necessários, $2^7 = 128$ ensaios.

Podemos verificar pela tabela 2.4 [BARROS, B, SCARMINIO, B & BRUNS, R, 1995], que mostra quantos efeitos de interação existem por ordem, para cada fatorial completo 2^K , com K variando de $K = 3$ até $K = 7$ fatores, temos que para $K=7$ fatores serão obtidos 7 efeitos de interação de 1ª ordem (efeitos principais), 21 de efeitos de interação de 2ª ordem, 35 efeitos de interação de 3ª ordem, 35 efeitos de interação de 4ª ordem, 21 efeitos de interação de 5ª ordem, 7 efeitos de interação de 6ª ordem e 1 efeito de interação de 7ª ordem, num total de 127 efeitos, que somados a média perfaz o total de 128 estatísticas.

K	Ordem						
	1ª	2ª	3ª	4ª	5ª	6ª	7ª
3	3	3	1	-	-	-	-
4	4	6	4	1	-	-	-
5	5	10	10	5	1	-	-
6	6	15	20	15	6	1	-
7	7	21	35	35	21	7	1

Tabela 2.4 - Número de efeitos principais e de interações em função do número K de fatores.

Porém não é necessário que façamos todos os ensaios de um experimento fatorial completo para obter a informação desejada, pois nem todos os fatores têm a mesma influência na resposta analisada. Sabemos que a medida que o valor de K aumenta, cresce também o número de efeitos de interação de ordem alta. No exemplo 2 apresentado no Anexo C, observa-se que as interações de ordem mais alta tendem a ter valores pequenos e são destituídos de qualquer importância prática. Como na analogia

da expansão em série de uma função, os efeitos principais tendem a ser maiores que as interações de dois fatores, que por sua vez são mais importantes que as de três fatores e assim por diante. Outro motivo pelo qual não precisamos fazer todos os ensaios de um experimento fatorial completo, quando aumentamos o número de fatores, é que este aumento faz crescer a possibilidade de um ou mais fatores terem pouca ou nenhuma influência na resposta estudada, e conseqüentemente não ser necessário sua determinação exata.

2.7.1 Meias Frações de Planejamentos Fatoriais [BOX, H & HUNTER, 1978], [MONTGOMERY, D, 1984], [BARROS, B, SCARMINIO, B & BRUNS, R, 1995].

Num experimento fatorial completo, temos 2^K tentativas experimentais. Na análise de um fatorial completo, temos a média geral, K efeitos principais e $(2^K - K - 1)$ efeitos de interações. Os 2^K ensaios podem ser utilizados para fornecer estimativas independentes de todos os 2^K efeitos. Num fatorial fracionário (fração $1/2^P$), haverá apenas 2^{K-P} experimentos, portanto, 2^{K-P} estimativas independentes são possíveis. No delineamento de planos fracionários (isto é, na seleção do subgrupo ideal do total das 2^K combinações), a meta é manter cada uma das 2^{K-P} estimativas o mais livre possível de tendências ou o mais independente possível, ou seja, manter as estimativas dos efeitos principais e, se possível, das interações de segunda ordem sem tendências ou quase.

É comum na fase inicial do trabalho de pesquisa termos um número muito grande de fatores e, muitas vezes, nesta fase, o pesquisador desconhece a influência, na resposta analisada, de todas as variáveis conhecidas. Assim, faz-se mister a realização de um experimento que envolva todas as variáveis, um experimento fatorial fracionário.

Para melhor explicarmos, vejamos o exemplo da tabela 2.5, que trata de um experimento fracionário 2^{3-1} , isto é, um experimento com 2 níveis e 3 fatores (é fracionário pois o expoente é indicado por uma diferença).

Os efeitos são calculados pela equação (2.1), onde os índices menos e mais de cada fator da matriz de planejamento do experimento, identificam quais observações entram em cada média. Assim, o efeito principal de A é estimado como sendo:

$$A = {}_A\bar{Z}_+ - {}_A\bar{Z}_- = \frac{11+14}{2} - \frac{8+9}{2} = 4,0$$

Os efeitos principais de B e C são, respectivamente:

$$B = {}_B\bar{Z}_+ - {}_B\bar{Z}_- = \frac{9+14}{2} - \frac{8+11}{2} = 2,0$$

$$C = {}_C\bar{Z}_+ - {}_C\bar{Z}_- = \frac{8+14}{2} - \frac{11+9}{2} = 1,0$$

Ensaio\Fator	A	B	C	AB	AC	BC	AB C	M	Resposta (Z)
1	-	-	+	+	-	-	+	+	$Z_1 = 8$
2	+	-	-	-	-	+	+	+	$Z_2 = 11$
3	-	+	-	-	+	-	+	+	$Z_3 = 9$
4	+	+	+	+	+	+	+	+	$Z_4 = 14$

Tabela 2.5 - Matriz de planejamento de um experimento fatorial fracionário 2^{3-1} .

Agora consideremos a estimativa de uma interação de dois fatores AB. O analista descobrirá que os sinais necessários para estimar a interação AB são idênticos àqueles já empregados para estimar o efeito principal de C (Tabela 2.5). O efeito principal de C e a interação dos fatores AB se confundem. Em outras palavras, a estatística $\bar{Z}_+ - \bar{Z}_- = 1,0$ possui uma estrutura de “sinônimos”, isto é, a estatística tanto pode ser identificada como C ou como AB. Na verdade, o valor esperado da estatística é igual a C + AB, a soma dos dois efeitos, e na ausência de informações claras sobre o efeito principal de C, não somos capazes de dizer se o efeito AB é

positivo, negativo, grande ou pequeno. O leitor pode observar que a estimativa de **A** confunde-se com **BC**, assim como **B** com **AC**.

Quando alguns, ou todos, efeitos principais se confundem com interações de dois fatores, diz-se que o delineamento fatorial fracionário é de “**Resolução III**”. Quando um ou mais efeitos principais confundem-se com interações de (no mínimo) três fatores, diz-se que o fracionário é um delineamento de “**Resolução IV**”. Fracionários com efeitos principais confundidos com interações de (no mínimo) quatro fatores são de “**Resolução V**”. Na prática as resoluções mais usadas são as de três a cinco.

Como as interações de maior ordem tendem a ser menos significativas, ou seja, tendem a ter menor influência na resposta, os fracionários de maior resolução apresentam resultados mais precisos.

2.7.2 - Delineamento de Experimento Fatorial Fracionário.

Consideramos **N** igual ao número de realizações experimentais e **K** o número de fatores a serem investigados. Quando $N = 2^K$, temos um delineamento fatorial completo. Quando $N = 2^{K-p}$, temos uma fração $(1/2)^p$ do fatorial 2^k ; por exemplo, 2^{7-3} é uma fração de $(1/2)^3 = (1/8)$ de um fatorial 2^7 , contendo $2^4 = 16$ realizações. No lugar de 128 de um experimento fatorial completo.

Para elaborar um projeto de fração de um meio ($1/2$) em **N** realizações, primeiro anotamos o delineamento fatorial completo com **(k-1)** fatores. A seguir anota-se a coluna de sinais associados com a interação de ordem maior. Estes sinais são agora utilizados na definição dos níveis do **k**-ésimo fator. Por exemplo, para construir o delineamento 2^{4-1} inicia-se um fatorial 2^3 com os fatores **A**, **B** e **C** conforme ilustrado na Tabela 2.6. Ao lado das colunas para **A**, **B** e **C**, anota-se a coluna de sinais associados com a interação **ABC**. Estes sinais são utilizados na identificação dos dois níveis do fator **D**. (A outra fração de um meio é obtida invertendo os sinais da coluna **D**).

Ensaio\Fator	Gerador				Delineamento Principal				Delineamento Alternativo			
	A	B	C	ABC=D	A	B	C	D	A	B	C	D
1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+
2	+	-	-	+	+	-	-	+	+	-	-	-
3	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	-
4	+	+	-	-	+	+	-	-	+	+	-	+
5	-	-	+	+	-	-	+	+	-	-	+	-
6	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	+
7	-	+	+	-	-	+	+	-	-	+	+	+
8	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-

Tabela 2.6 - Matriz de planejamento de experimento fatorial fracionário 2^{4-1} .

Na tabela 2.6 é fácil notar que o delineamento principal é $\frac{1}{2}$ do fatorial completo e que o delineamento alternativo é outro $\frac{1}{2}$ do fatorial completo e conseqüentemente a soma dos dois é o fatorial completo.

Para construir um delineamento com replicação de um quarto $(\frac{1}{2})^2$, necessita-se de duas colunas de sinais, além do fatorial padrão de N realizações; o delineamento com fração de um oitavo $(\frac{1}{2})^3$ exige três colunas adicionais além do fatorial padrão N e assim sucessivamente. As colunas de sinais a serem utilizadas devem ser cuidadosamente escolhidas; na tabela 2.7 encontramos uma orientação de como escolher as colunas para estabelecer os sinônimos de delineamentos de até $K=7$ [JURAN, J, 1993].

2.7.3 Outro Algoritmo para Cálculo dos Efeitos

No item 2.4, Estimativas dos Efeitos Principais e dos Efeitos de Interações, é apresentado um algoritmo para cálculo destas estimativas. Com o aumento do número de fatores, este processo de cálculo torna-se trabalhoso e aumenta a probabilidade de ocorrência de erro humano.

Nº de Ensaio	Número de Fatores K				
	3	4	5	6	7
4	2^{3-1} $\pm AB=C$	OBS:	OBS:	OBS:	OBS:
8		2^{4-1} $\pm ABC=D$	2^{5-2} $\pm AB=D$ $\pm AC=E$	2^{6-3} $\pm AB=D$ $\pm AC=E$ $\pm BC=F$	2^{7-4} $\pm AB=D$ $\pm AC=E$ $\pm BC=F$ $\pm ABC=F$
16			2^{5-1} $\pm ABCD=E$	2^{6-2} $\pm ABC=E$ $\pm BCD=F$	2^{7-3} $\pm ABC=E$ $\pm BCD=E$ $\pm ACD=G$
32				2^{6-1} $\pm ABCDE=F$	2^{7-2} $\pm ABCD=F$ $\pm ABCDE=G$
64					2^{7-1} $\pm ABCDEF=G$
OBS: O número mínimo de ensaios em um experimento fatorial fracionário é igual ao número de fatores mais um (K+1).					

Tabela 2.7. - Sinônimos utilizados para condução dos fracionários .

Visando evitar ocorrência destes erros e a facilitar o cálculo e a informatização do mesmo, apresenta-se a seguir o procedimento que permite calcular qualquer efeito sem dificuldade, não importando o tamanho do planejamento. Começa-se reescrevendo a matriz de planejamento da tabela C.1, do exemplo 1, usando os sinais algébricos que identificam o nível de cada fator como inferior ou superior. Assim tem-se que os ensaios são apresentados com seus fatores A (temperatura) 160°C e 180°C, B (concentração) 20% e 40% e C(catalisador) X e Y sob a forma de uma matriz de sinais.

$$\begin{array}{c}
 \begin{array}{ccc}
 \mathbf{A} & \mathbf{B} & \mathbf{C} \\
 \hline
 160, & 20, & \mathbf{X} \\
 180, & 20, & \mathbf{X} \\
 160, & 40, & \mathbf{X} \\
 180, & 40, & \mathbf{X} \\
 160, & 20, & \mathbf{Y} \\
 180, & 20, & \mathbf{Y} \\
 160, & 40, & \mathbf{Y} \\
 180, & 40, & \mathbf{Y}
 \end{array} \\
 \\
 \begin{array}{ccc}
 \mathbf{A} & \mathbf{B} & \mathbf{C} \\
 \hline
 - & - & - \\
 + & - & - \\
 - & + & - \\
 + & + & - \\
 - & - & + \\
 + & - & + \\
 - & + & + \\
 + & + & +
 \end{array}
 \end{array}
 =
 \begin{array}{ccc}
 \mathbf{A} & \mathbf{B} & \mathbf{C} \\
 \hline
 - & - & - \\
 + & - & - \\
 - & + & - \\
 + & + & - \\
 - & - & + \\
 + & - & + \\
 - & + & + \\
 + & + & +
 \end{array}$$

À matriz de sinais acrescentaremos as colunas relativas as interações e uma coluna de sinais positivos relativa a média. Chamaremos a matriz assim formada de “tabela de coeficientes de contrastes”:

$$\begin{array}{cccccccc}
 \mathbf{M} & \mathbf{A} & \mathbf{B} & \mathbf{C} & \mathbf{AB} & \mathbf{AC} & \mathbf{BC} & \mathbf{ABC} \\
 \hline
 + & - & - & - & + & + & + & - \\
 + & + & - & - & - & - & + & + \\
 + & - & + & - & - & + & - & + \\
 + & + & + & - & + & - & - & - \\
 + & - & - & + & + & - & - & + \\
 + & + & - & + & - & + & - & - \\
 + & - & + & + & - & - & + & - \\
 + & + & + & + & + & + & + & +
 \end{array}$$

O algoritmo para cálculo dos efeitos consiste em escolher a coluna correspondente ao fator ou interação desejados, aplicar seus sinais às respostas correspondentes, fazer a soma algébrica e dividir o resultado por 2^{K-1} , que no caso do exemplo 1 fica $2^{3-1}=2^2=4$ (metade do número de ensaios realizados).

A primeira coluna é a média de todos os ensaios, e nesse caso obviamente o divisor tem que ser 2^k , no caso do exemplo 1 tem-se que $2^3=8$ (número de ensaios realizados).

Para o efeito do catalisador, por exemplo, os sinais necessários são os da quarta coluna.

$$C \begin{bmatrix} - \\ - \\ - \\ - \\ + \\ + \\ + \\ + \end{bmatrix}$$

Aplicando esses sinais à coluna das respostas,

$$C \begin{bmatrix} - \\ - \\ - \\ - \\ + \\ + \\ + \\ + \end{bmatrix} = R \begin{bmatrix} 60 \\ 72 \\ 54 \\ 68 \\ 52 \\ 83 \\ 45 \\ 80 \end{bmatrix}$$

e fazendo o resto das operações podemos escrever:

$$C = \left(\frac{1}{4}\right) * (-60 - 72 - 54 - 68 + 52 + 83 + 45 + 80)$$

$$C = \frac{1}{4} * (-254 + 260) = \frac{1}{4} * 6 = 1,5$$

Incluindo a unidade na tabela de coeficientes de contrastes, teremos:

$$\begin{bmatrix} + & - & - & - & + & + & + & - \\ + & + & - & - & - & - & + & + \\ + & - & + & - & - & + & - & + \\ + & + & + & - & + & - & - & - \\ + & - & - & + & + & - & - & + \\ + & + & - & + & - & + & - & - \\ + & - & + & + & - & - & + & - \\ + & + & + & + & + & + & + & + \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 \\ 1 & 1 & -1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 \\ 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & 1 & -1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 \\ 1 & -1 & -1 & 1 & 1 & -1 & -1 & 1 \\ 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 \\ 1 & -1 & 1 & 1 & -1 & -1 & 1 & -1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \end{bmatrix}$$

Podemos colocar o cálculo dos efeitos na forma de uma equação matricial. Então teremos que cada efeito será dado, a menos de um divisor, pelo produto escalar do seu vetor na matriz de coeficientes de contraste pelo vetor das respostas. Assim temos que para o efeito do catalisador, que acabamos de calcular, a seguinte expressão:

$$C = \left(\frac{1}{4}\right) * \left\{ \left[-1 -1 -1 -1 +1 +1 +1 +1 \right] * \begin{bmatrix} 60 \\ 72 \\ 54 \\ 68 \\ 52 \\ 83 \\ 45 \\ 80 \end{bmatrix} \right\} = 1,5$$

Fazendo:

$$X_C = \begin{bmatrix} -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \end{bmatrix} \quad Y = \begin{bmatrix} 60 \\ 72 \\ 54 \\ 58 \\ 52 \\ 83 \\ 45 \\ 80 \end{bmatrix}$$

Podemos representar sinteticamente o cálculo do efeito do catalisador pela equação a seguir [BARROS, B, SCARMINIO, B & BRUNS, R, 1995]:

$$C = \left(\frac{1}{2^{K-1}} \right) * X_c^t * Y \quad (2.6)$$

Onde X_c^t é o vetor linha obtido pela transposição do vetor coluna X_c . Esta formulação pode ser estendida a qualquer efeito de qualquer planejamento fatorial de dois níveis. Representando-se a matriz completa de coeficientes de contraste por X, os efeitos serão, a menos da falta dos divisores, os elementos do vetor coluna resultante do produto $X^t Y$. No nosso exemplo temos:

$$X^t Y = \begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ -1 & 1 & -1 & 1 & -1 & 1 & -1 & 1 \\ -1 & -1 & 1 & 1 & -1 & -1 & 1 & 1 \\ -1 & -1 & -1 & -1 & 1 & -1 & 1 & 1 \\ 1 & -1 & -1 & 1 & 1 & -1 & -1 & 1 \\ 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & 1 & -1 & 1 \\ 1 & 1 & -1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 \\ -1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & 1 \end{bmatrix} * \begin{bmatrix} 60 \\ 72 \\ 84 \\ 68 \\ 52 \\ 83 \\ 45 \\ 80 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 514 \\ 92 \\ -20 \\ 6 \\ 6 \\ 40 \\ 0 \\ 2 \end{bmatrix}$$

Dividindo o primeiro por $2^K=2^3=8$ e os demais por $2^{K-1}=2^{3-1}=2^2=4$ obtemos:

$$\begin{bmatrix} M \\ A \\ B \\ C \\ AB \\ AC \\ CD \\ ABC \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 64,25 \\ 23 \\ -5 \\ 1,5 \\ 1,5 \\ 10 \\ 0 \\ 0,5 \end{bmatrix}$$

Cabe ressaltar que a matriz de coeficiente de contraste, na forma contendo as unidades é ortogonal, isto é, o produto escalar de duas linhas ou colunas quaisquer é zero. Isso significa que, a partir dos valores experimentais independentes que compõe o vetor Y, obteremos ao fazer o produto $X^t \cdot Y$ e aplicar os divisores apropriados, novos valores também independentes, que são a média global, os efeitos principais e os efeitos das interações do experimento.

2.8 Metodologia de Superfície de Resposta

A Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) é uma técnica de otimização, baseada no emprego de planejamentos fatoriais, que tem sido utilizada com sucesso na modelagem de diversos processos industriais.

Esta metodologia de superfície de resposta é constituída de duas fases distintas: a modelagem e o deslocamento, que são repetidas tantas vezes quanto forem necessárias até que se atinja a região desejada (um máximo ou um mínimo) da superfície investigada, superfície esta definida como o lugar geométrico das respostas obtidas dos experimentos, que poderá ser plana, inclinada ou não, ou ondulada.

2.8.1 Determinação dos fatores principais.

Primeiramente faz-se o planejamento do experimento definindo o número de fatores a serem pesquisados, o número de ensaios a serem realizados, os valores a serem estabelecidos para os níveis dos fatores e a aleatorização da ordem de realização dos ensaios. Em seguida realizam-se os ensaios. Em seguida faz-se a análise dos resultados visando determinar os dois fatores que mais interferem na resposta pesquisada. Uma vez determinados os dois fatores de maior influência passa-se a realização de um experimento cubo com replicação no ponto central. O experimento cubo é um experimento fatorial completo 2^2 , isto é, com N=4 ensaios, com 2 ou 3 ensaios realizados no centro do experimento.

Para determinar-se as coordenadas das variáveis faz-se a conversão dos valores de cada nível dos fatores pela aplicação da fórmula a seguir:

$$x = \frac{U - \bar{U}}{\frac{\Delta U}{2}} \quad (2.7)$$

onde: x = valor da coordenada codificada

U = Valor original do nível inferior ou superior do fator

\bar{U} = Média dos valores dos níveis superior e inferior do fator

ΔU = Diferença entre os valores originais dos níveis dos fatores

Determina-se assim 3 valores de x , um para o nível superior, um para o nível inferior e outro para o nível médio. Desta forma estabelece-se um novo sistema de coordenadas relacionado pela formula 2.7 com o original porém com a origem no centro dos ensaios. Ver exemplo 3, anexo C.

2.8.2 . Modelo de 1ª ordem

Admitindo-se que a superfície que concentra as respostas é uma região plana e com função linear dos fatores podendo ser estimada pela equação [BOX, H & UNTER, 1978]:

$$\hat{Y} = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 \quad (2.8)$$

onde b_0 , b_1 e b_2 são estimativas dos parâmetros do modelo e x_1 e x_2 e representam as variáveis codificadas. Para a obtenção dos valores de b_0 , b_1 e b_2 utilizamos, o método dos mínimos quadrados, com a formulação matricial a seguir [BARROS, B, SCARMINIO, B & BRUNS, R, 1995], [BOLDRINIC, C & WELTZLER, F, 1980]:

$$b = (X^t X)^{-1} X^t Y \quad (2.9)$$

No caso do exemplo 3, anexo C, a matriz X será dada por:

$$X = \begin{bmatrix} 1 & -1 & -1 \\ 1 & 1 & -1 \\ 1 & -1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$



Onde: a primeira coluna corresponde a média (b_0) e os outros valores codificados das variáveis independentes (x_1 e x_2) conforme Tabela C.8.

A matriz Y será o Vetor coluna das respostas da Tabela C.8.

$$Y = \begin{bmatrix} 69 \\ 59 \\ 78 \\ 67 \\ 68 \\ 66 \\ 69 \end{bmatrix}$$

Operando temos:

$$X^t \cdot X = \begin{bmatrix} 7 & 0 & 0 \\ 0 & 4 & 0 \\ 0 & 0 & 4 \end{bmatrix} \quad \text{e} \quad X^t \cdot Y = \begin{bmatrix} 476 \\ -21 \\ 17 \end{bmatrix}$$

Usando a equação 2.9 temos:

$$b = (X^t \cdot X)^{-1} X^t \cdot Y = \begin{bmatrix} 1/7 & 0 & 0 \\ 0 & 1/4 & 0 \\ 0 & 0 & 1/4 \end{bmatrix} * \begin{bmatrix} 476 \\ -21 \\ 17 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 68,00 \\ -5,25 \\ 4,25 \end{bmatrix}$$

ou seja $b_0 = 68,00$ $b_1 = -5,25$ e $b_2 = 4,25$

Para os três ensaios repetidos no ponto central temos que a variância é dada pela equação:

$$S^2 = \frac{\sum_{i=5}^7 (Y_i - \bar{Y}_0)^2}{n - 1} \quad (2.10)$$

Onde: Y_i = valor da resposta do i -ésimo ensaio (com i variando de 5 a 7)

\bar{Y}_0 = média das respostas dos ensaios 5, 6 e 7

n = número de ensaios no ponto central no presente experimento

Temos então:

$$\bar{Y}_0 = \frac{68 + 66 + 69}{3} = \frac{203}{3} = 67,67$$

$$S^2 = \frac{(68 - 67,67)^2 + (66 - 67,67)^2 + (69 - 67,67)^2}{2} = \frac{4,66}{2} = 2,33$$

Para obtermos uma estimativa da variância dos elementos do vetor \mathbf{b} usa-se a equação:

$$\hat{V}(\mathbf{b}) = (\mathbf{x}'\mathbf{x})^{-1} \cdot S^2 \quad (2.11)$$

$$\hat{V}(\mathbf{b}) = \begin{bmatrix} 1/7 & 0 & 0 \\ 0 & 1/4 & 0 \\ 0 & 0 & 1/4 \end{bmatrix} * 2,33 = \begin{bmatrix} 0,38 \\ 0,58 \\ 0,58 \end{bmatrix}$$

Tirando-se as raízes quadradas obtem-se os erros padrão de “ b_0 , b_1 e b_2 ” e pode-se escrever a equação do modelo ajustado:

$$\hat{Y} = 68,00 - 5,25x_1 + 4,25x_2 \quad (2.12)$$

$$(\pm 0,57) \quad (\pm 0,76) \quad (\pm 0,76)$$

Pode-se dizer que devido ao pequeno valor dos erros esse modelo é significativo, o que é confirmado pela análise da variância para o ajuste mostrado na tabela 2.8 [WERKEMA, M & AGUIAR, S, 1996],[WONNACOTT, T & WONNACOTT, R, 1980]. Como o valor do quociente da média quadrática da falta de ajuste pela média quadrática do erro puro $\left(\frac{MQ_{faj}}{MQ_{ep}} = \frac{0,417}{2,335} = 0,18 \right)$ não é estatisticamente significativo, não há evidência de falta de ajuste do modelo. Portanto a equação 2.12 descreve satisfatoriamente essa região da superfície de resposta, que é um plano conforme a figura 2.5.

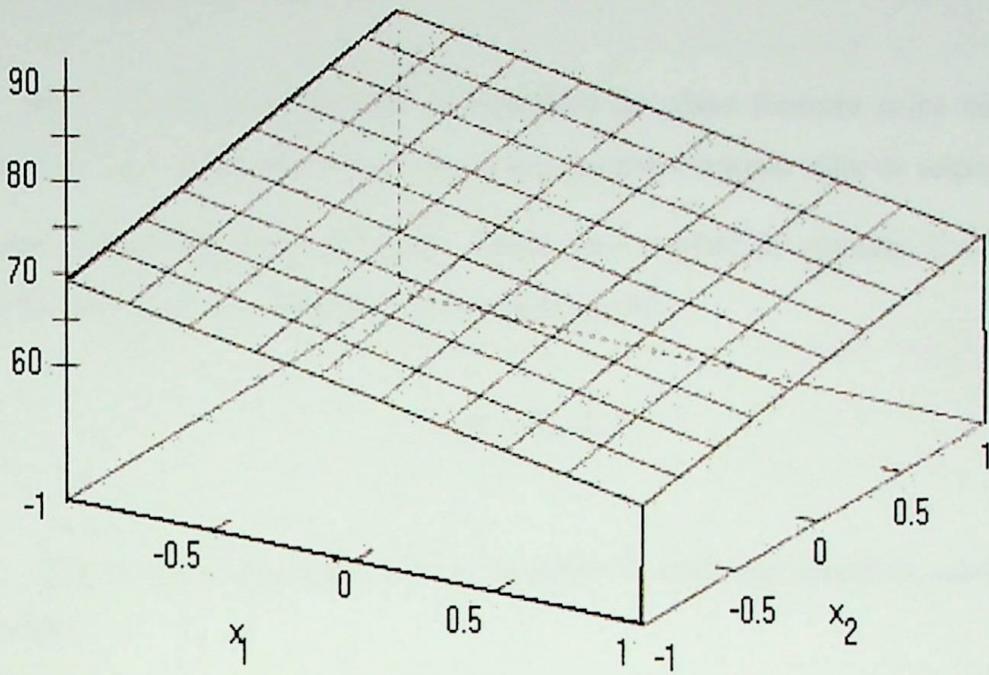


Figura 2.4 - Plano descrito pela equação $\hat{Y} = 68,00 - 5,25x_1 + 4,25x_2$

Fonte de Variação	Soma Quadrática	Nº de g. l.	Média Quadrática
Regressão	185,50	2	91,25
Resíduos	5,50	4	1,375
Falta de ajuste	0,834	2	0,417
Erro puro	4,667	2	2,335
Total	188,00	6	
% de variação explicado: 97,07			
% de variação explicado: 97,07			
% máxima de variação explicável: 97,52			

Tabela 2.8. Análise de variância para o ajuste do modelo

$$\hat{Y} = 68,00 - 5,25x_1 + 4,25x_2$$

2.8.3. Caminho de Ascensão

Para obter-se uma projeção da superfície no plano formado pelos eixos das variáveis x_1 e x_2 , basta que se trace as curvas que têm o mesmo valor de resposta, que no caso de superfície plana são retas. Assim para o nível de resposta $\hat{Y} = 70$, por exemplo na equação 2.11 chegamos a expressão da reta:

$$x_2 = 1,24x_1 + 0,47 \quad (2.13)$$

Tem-se então, para cada nível de resposta \hat{Y} , uma reta associada, conforme a figura 2.6:

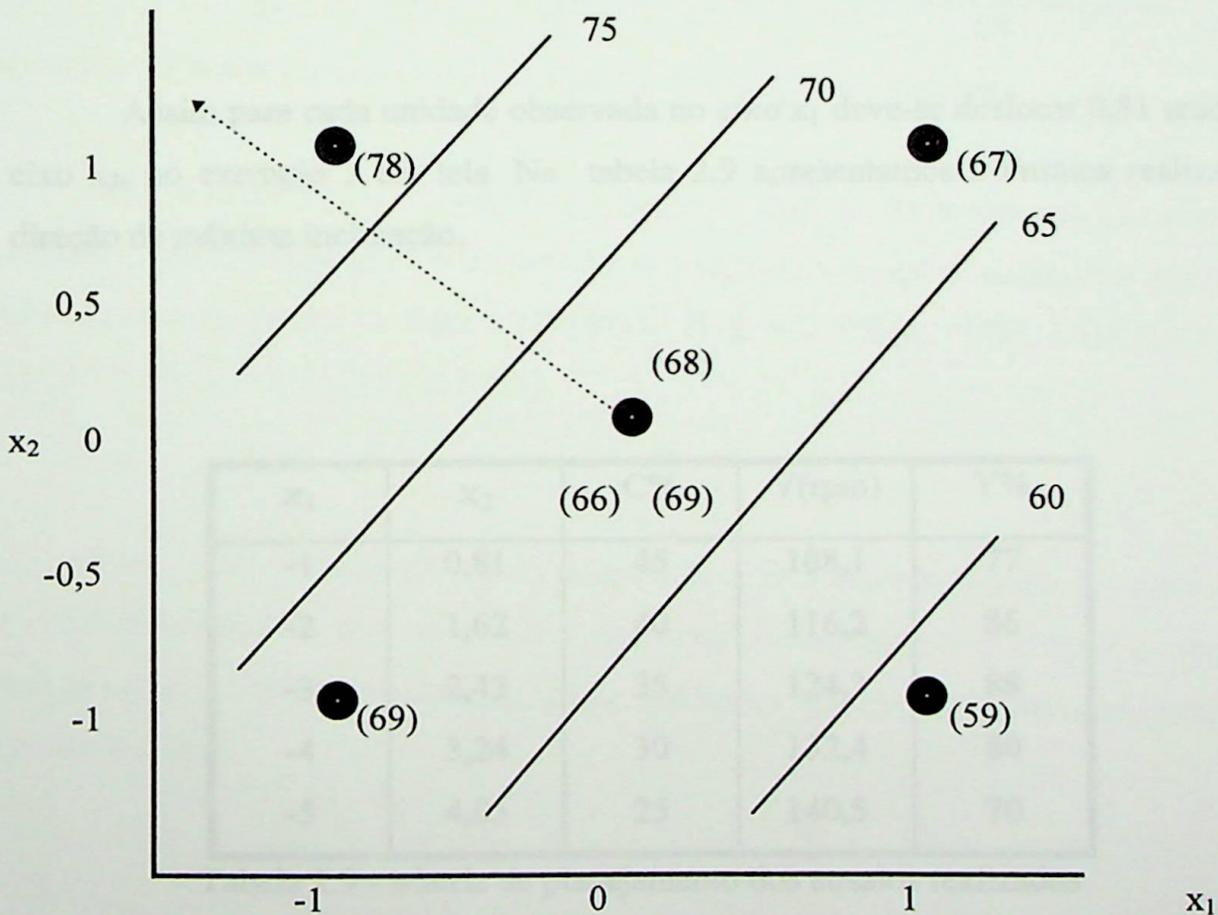


Figura 25 - Curvas de nível do plano descrito por $\hat{Y} = 68,00 - 5,25x_1 + 4,25x_2$. A linha tracejada indica o caminho de ascensão.

Da observação das figuras 2.5 e 2.6, nota-se que a superfície é um plano e que o mesmo encontra-se inclinado em relação ao plano formado pelos eixos das variáveis x_1 e x_2 , e que a medida que diminui-se o valor de x_1 e aumenta-se o valor de x_2 aumenta-se, também, o valor da resposta, indicando o caminho de ascensão ou de máxima inclinação como a direção perpendicular às curvas de níveis.

Na figura 2.6 está indicada a direção de máxima inclinação por uma linha pontilhada. Pode-se determinar esta direção algebricamente, pelos coeficientes do modelo. Para manter-se a direção de máxima inclinação os deslocamento ao longo dos eixos x_1 e x_2 devem ser feitos na proporção:

$$\frac{b_2}{b_1} = \frac{4,25}{-5,25} = -0,81 \quad (2.14)$$

Assim para cada unidade observada no eixo x_1 deve-se deslocar 0,81 unidade no eixo x_2 , no exemplo 3 em tela. Na tabela 2.9 apresentamos 5 ensaios realizados na direção de máxima inclinação.

x_1	x_2	C%	V(rpm)	Y%
-1	0,81	45	108,1	77
-2	1,62	40	116,2	86
-3	2,43	35	124,3	88
-4	3,24	30	132,4	80
-5	4,05	25	140,5	70

Tabela 2.9 - Matriz de planejamento dos ensaios realizados na trajetória de inclinação máxima.

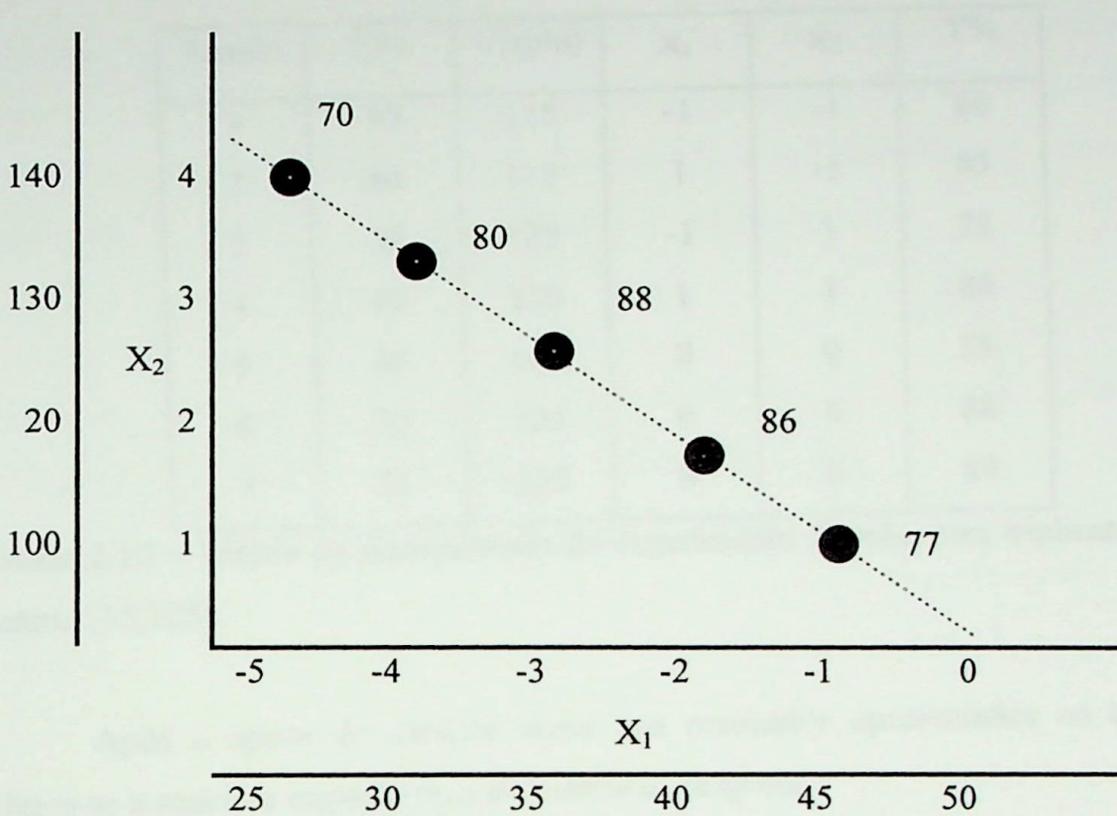


Figura 2.6 - Resultados dos ensaios realizados na direção de ascensão.

Feita a modelagem o pesquisador passa a fase de deslocamento planejando e executando vários experimentos na direção de máxima inclinação, conforme a tabela 2.9 e visualizados na figura na figura 2.7 [BOX, H & HUNTER, 1978], [BARROS, B, SCARMINIO, B & BRUNS, R, 1995].

Observando a última coluna da tabela 2.9, coluna correspondente aos resultados dos ensaios, verifica-se que os mesmos começam aumentando e que após o terceiro ensaio as respostas tendem a diminuir, o que nos leva a crer que estejamos passando por um ponto máximo.

Nesse ponto volta-se a realizar um planejamento fatorial completo 2^2 com réplica no ponto central, conforme a tabela 2.10, para que se possa ter um maior detalhamento da região onde ocorre o pico.

Ensaio	C%	V(rpm)	x_1	x_2	Y%
1	30	115	-1	-1	86
2	40	115	1	-1	85
3	30	135	-1	1	78
4	40	135	1	1	80
5	35	125	0	0	88
6	35	125	0	0	88
7	35	125	0	0	89

Tabela 2.10 - Matriz de planejamento do experimento 2^2 cubo com triplicata no ponto central (35,125).

Após o ajuste do modelo linear aos resultados apresentados na tabela 2.10 obtém-se a seguinte equação para superfície de resposta.

$$\hat{Y} = 85,71 - 1,25x_1 + 2,25x_2$$

$(\pm 0,49)$ $(\pm 0,65)$ $(\pm 0,65)$

Fator de variação	Soma quadrática	Nº g.l	Média quadrática
Regressão	26,50	2	13,25
Resíduos	70,93	4	17,73
Falte de ajuste	68,93	2	34,46
Erro puro	2,00	2 ₁	1,00
Total	97,42	6	
% de variação explicada: 27,2			
% máxima de variação explicável: 97,95			

Tabela 2.11. Análise de variância para ajuste do modelo

$$\hat{Y} = 85,71 - 1,25x_1 + 2,25x_2$$

Nota-se que em comparação aos valores dos coeficientes, os erros são bem mais significativos do que na equação 2.12 e a dependência linear da resposta em relação a x_1

e x_2 passa a ser duvidosa. Refazendo a análise de variância, tabela 2.11, verificamos que a porcentagem de variação explicada é apenas 27,2%, e o valor de Mq_{faj}/MQ_{ep} subiu para 34,46. No nível de 95% de confiança $F_{2,2}=19$, o que significa que a superfície de resposta não se adequa mais ao modelo linear na região estudada.

2.8.4. Modelo de 2ª ordem [BARROS, B, SCARMINIO, B & BRUNS, R, 1995], [BARROS, B, SCARMINIO, B & BRUNS, R, 1995].

Assim sendo adota-se um modelo quadrático, cuja expressão geral, para duas variáveis, é:

$$\hat{Y} = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{12}x_1x_2 \quad (2.16)$$

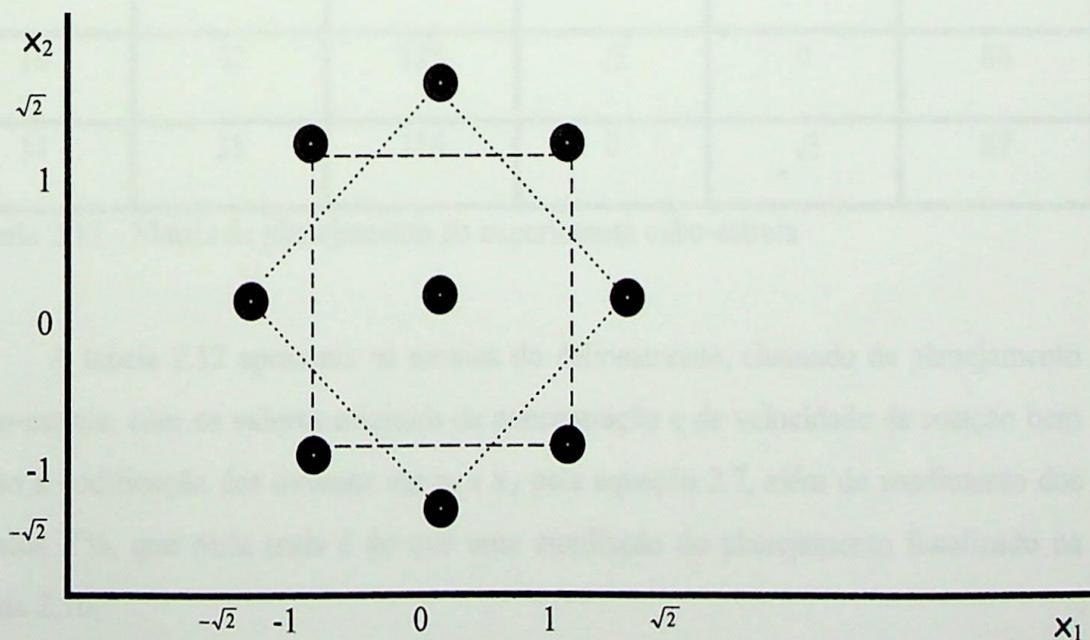


Figura 2.7 Planejamento cubo-estrela

Como pode-se observar o modelo quadrático apresenta seis parâmetros no lugar dos três do modelo linear e o nosso planejamento fatorial completo 2^2 com triplicada no ponto central apresenta apenas cinco níveis, ou seja, cinco diferentes combinações de valores da concentração e da velocidade de agitação. Assim ampliaremos o

planejamento inicial acrescentando mais quatro ensaios, porém girados de 45 graus em relação aos anteriores, conforme a figura 2.8, que mostra uma distribuição octogonal com uma triplicada central.

Ensaio	C%	V(rpm)	x_1	x_2	Y%
1	30	115	-1	-1	86
2	40	115	1	-1	85
3	30	135	-1	1	78
4	40	135	1	1	84
5	35	125	0	0	90
6	35	125	0	0	88
7	35	125	0	0	89
8	28	125	$\sqrt{2}$	0	81
9	35	139	0	$\sqrt{2}$	80
10	42	125	$\sqrt{2}$	0	86
11	35	119	0	$-\sqrt{2}$	87

Tabela 2.12 - Matriz de planejamento do experimento cubo-estrela

A tabela 2.12 apresenta os ensaios do delineamento, chamado de planejamento cubo-estrela, com os valores originais da concentração e de velocidade de rotação bem como a codificação dos mesmos em x_1 e x_2 pela equação 2.7, além do rendimento dos ensaios Y%, que nada mais é do que uma ampliação do planejamento focalizado na tabela 2.10.

O vetor coluna Y agora possui onze valores e a matriz X terá a dimensão 11x6, com as seis colunas correspondentes aos seis termos do modelo quadrático. As colunas referentes aos termos x_1^2, x_2^2 e x_1x_2 são obtidos elevando-se ao quadrado ou multiplicando-se as colunas na matriz de planejamento da tabela 2.12. Assim podemos escrever:

$$X = \begin{bmatrix} 1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & -1 & 1 & 1 & -1 \\ 1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & \sqrt{2} & 0 & 2 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & \sqrt{2} & 0 & 2 & 0 \\ 1 & \sqrt{2} & 0 & 2 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & \sqrt{2} & 0 & 2 & 0 \end{bmatrix} \quad e \quad Y = \begin{bmatrix} 86 \\ 85 \\ 78 \\ 84 \\ 90 \\ 88 \\ 89 \\ 81 \\ 80 \\ 86 \\ 87 \end{bmatrix}$$

Resolvendo as equações 2.9, 2.10 e 2.11 obtemos:

$$\hat{Y} = 89,00 + 1,51x_1 - 2,36x_2 - 2,81x_1^2 - 2,81x_2^2 + 1,75x_1x_2 \quad (2.17)$$

$(\pm 0,75) \quad (\pm 0,46) \quad (\pm 0,46) \quad (\pm 0,54) \quad (\pm 0,54) \quad (\pm 0,65)$

Fonte de variação	Soma quadrática	Nº g.l.	Média quadrática
Regressão	144,15	5	28,83
Resíduos	2,76	5	0,55
F. ajuste	0,76	3	0,25
Erro puro	2,00	2	1,00
Total	146,91	10	
% de variação explicada: 98,12.			
% máxima de variação explicável: 98,64.			

Tabela 2.13 - Análise de variância para o ajuste do modelo $\hat{Y} = 85,71 - 1,25x_1 + 2,25x_2$

A tabela 2.13 apresenta a análise da variância para esse caso. O valor de $M_{q_{faj}}/M_{q_{ep}}$ agora é apenas 0,25, estatisticamente não significativo, não evidenciando falta de ajuste no modelo quadrático.

A figura 2.9 mostra a superfície em perspectiva e a figura 2.10 mostra as curvas de níveis após a projeção da superfície no plano x_1 e x_2 , onde podemos observar a existência de um ponto máximo, situado aproximadamente em $x_1=0,18$ e $x_2=-0,37$, isto é, a concentração igual a 36% e a velocidade a 121 rpm obtendo um rendimento de 89,6%, ou seja, 32% acima dos 68% iniciais.

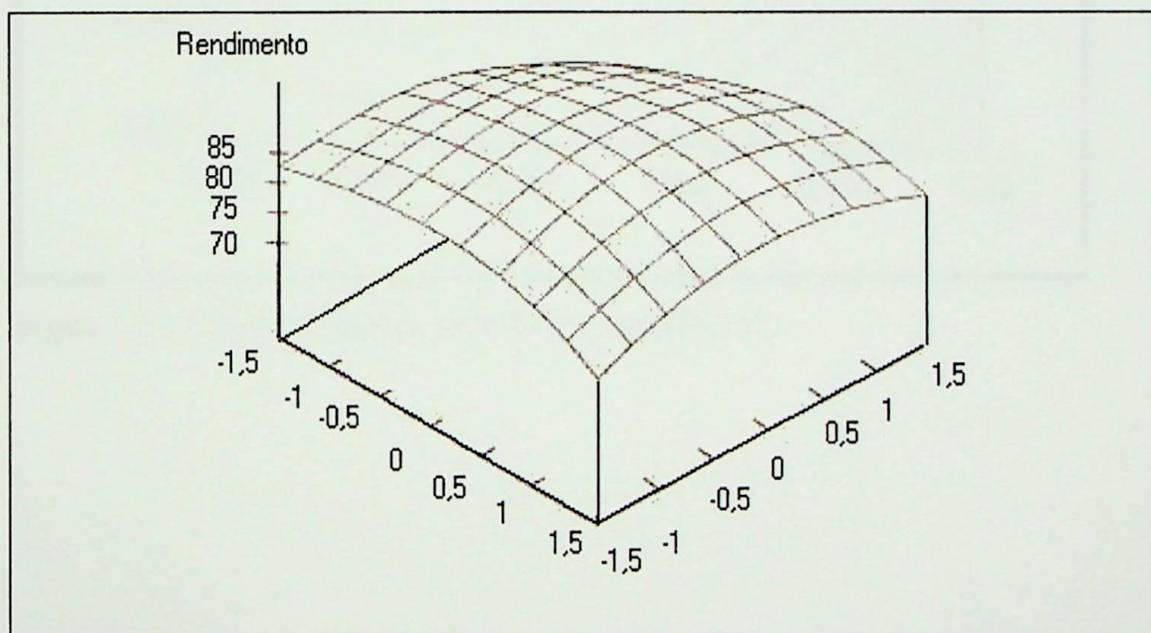


Figura 2.8 - Superfície descrita pela equação 2.17

Caso houvesse uma nova superfície inclinada no lugar de um ponto máximo, prosseguiríamos em busca do mesmo através do caminho de máxima inclinação, repetindo o processo de modelagem - deslocamento - modelagem, quantas vezes forem necessárias para atingirmos a região procurada.

Cabe salientar que a Metodologia da Superfície de Resposta (MSR) aplica-se a qualquer número de variáveis independentes e pode modelar simultaneamente várias respostas, porém só representaremos no máximo três dimensões (variáveis) [BARROS, B, SCARMINIO, B & BRUNS, R, 1995].

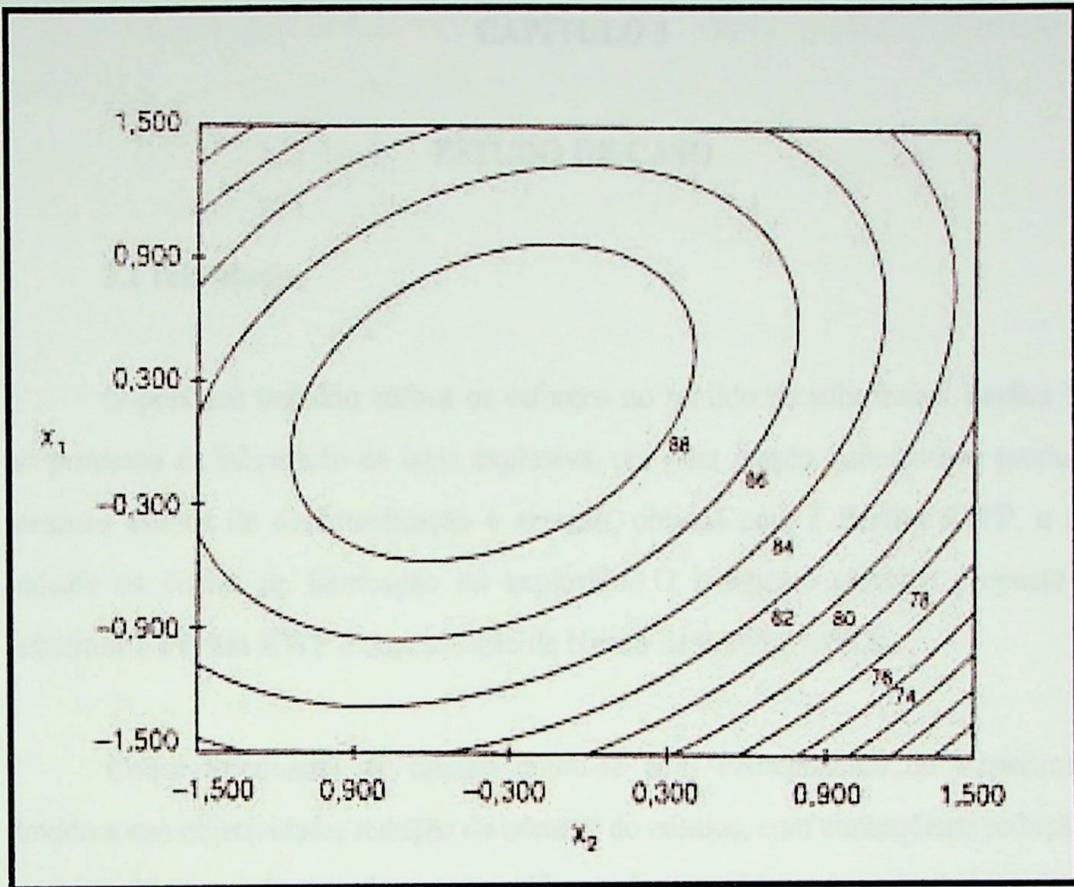


Figura 2.9 - Curvas de nível da superfície da equação 2.17.

CAPÍTULO 3

ESTUDO DE CASO

3.1 Introdução

O presente trabalho enfoca os esforços no sentido de substituir a **Perlita EWP** no processo de fabricação de lama explosiva, por uma reação química que produza os mesmos efeitos de desdensificação e aeração, obtidos com a **Perlita EWP**, e assim reduzir os custos de fabricação do explosivo. O composto químico proposto para substituir a **Perlita EWP** é uma solução de Nitrito de Sódio (NaNO_2).

Como ferramenta de cálculo optou-se pelo Planejamento de Experimentos, devido a sua objetividade, redução do número de ensaios, com conseqüente redução dos custos e do tempo de experimentação, além de facilitar a interpretação dos resultados e proporcionar rápida convergência na otimização dos mesmos.

3.2 Objetivos

Visando a redução dos custos de fabricação da lama explosiva estabeleceu-se os seguintes objetivos para o presente trabalho:

- Utilizar a técnica de Planejamento de Experimentos para planejar e executar os ensaios que determinarão quais dos fatores selecionados na formulação estudada, apresentam maior influência na reação de gaseificação.

- Otimizar a reação através da atuação nos fatores determinados pelo objetivo anteriormente citado, visando maximizar a produção do volume de gás oriundo da reação, no tempo de 180 segundos, tempo este requerido no processo para a estabilização da reação.

- Estabelecer a função de transferência da reação na região de interesse da superfície de respostas dos ensaios.

3.3 Descrição do Ensaio

Basicamente o ensaio reproduz a operação número 8, citada no item 1.3 - Processo da Fabricação de Lama Explosiva (SLURRY) na IMBEL-FPV, Capítulo 1, com a substituição da **Perlita “EPW”** por uma solução de Nitrito de Sódio (NaNO_2).

Para realização dos ensaios foi utilizado o seguinte material, apresentado na figura 3.1, que será discriminado por colunas da esquerda para direita :

Placa Magnética com aquecimento; grau de 2000ml; garra com suporte; cronômetro; tubo de vidro em “L”; mangueira de látex; kitassato de 500mL; barra magnética; rolha perfurada; seringa com agulha; termômetro e proveta de 250mL.



Figura 3.1 - Material utilizado para execução dos ensaios.

Nos ensaios foram utilizados os seguintes reagentes:



Solução oxidante (licor), composta pelo nitrato monoetanolamina (NMEA); nitrato de amônio ($\text{NH}_4 \text{NO}_3$); nitrato de sódio (NaNO_3) e água (H_2O);

Solução de nitrito de sódio (NaNO_2) e água (H_2O).

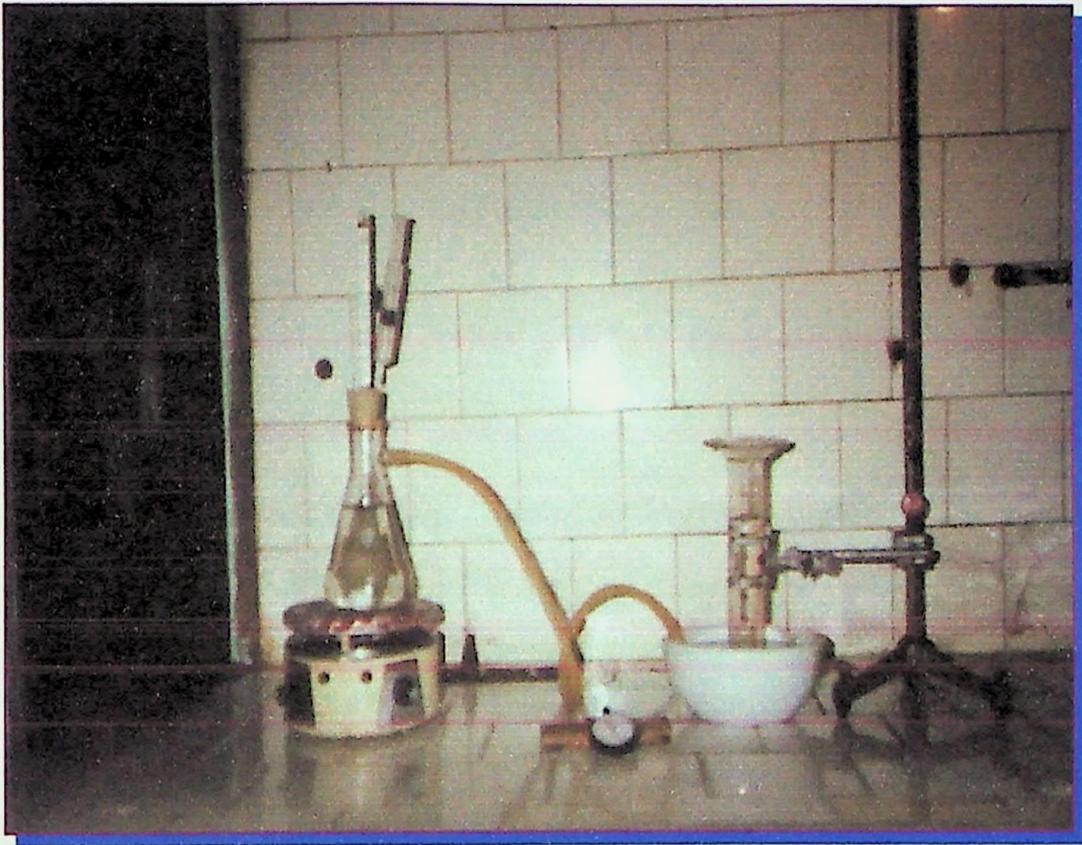


Figura 3.2 - Montagem dos equipamentos para execução dos ensaios.

Na figura 3.2 é apresentado a seqüência de eventos para a realização dos ensaios:

1º passo - Corrigir o **pH** do licor, com **HNO_3** (ácido nítrico) ou **NaOH** (hidróxido de sódio) até o **pH** desejado;

2º passo - Ligar a placa aquecedora, regulando a temperatura e a velocidade desejadas:

3º passo - Colocar água na proveta;

4º passo - Colocar água no grau até o meio do mesmo;

5º passo - Virar a proveta com água de boca para baixo, dentro do grau, não deixando a mesma esvaziar, fixando-a na garra do suporte em posição perpendicular ao nível da água no grau;

6º passo - Conectar a mangueira de látex a proveta através do tubo em "L" numa extremidade, sendo a outra conectada ao kitassato;

7º passo - Colocar 200ml de solução oxidante (licor) e a barra magnética no kitassato, colocando-o sobre a placa aquecedora com velocidade de agitação controlada;

8º passo - Tampar o kitassato após a solução oxidante ter alcançado a temperatura desejada;

9º passo - Medir na seringa a quantidade de solução de nitrito de sódio (NaNO_2) desejada e introduzir a agulha na rolha;

10º passo - Injetar a solução contida na seringa no kitassato; e

11º passo - Concomitantemente, acionar o cronômetro, observando o volume de gás deslocado na proveta, no período de 180 segundos, registrando-o .

3.4 Planejamento e Realização do Experimento Inicial

Considerando:

O conhecimento adquirido na fabricação de lama explosiva desde 1972 pela IMBEL-FPV;

Os dados bibliográficos sobre fabricação de explosivo tipo SLURRY [SEYMOUR M. KAYE & HENRY L. HERMAN; T. URBANSKI, TADEUZS];

Visitas técnicas realizadas em fábricas congêneres na Europa (NITRO NOBEL);

Foram levantadas como fatores (variáveis) a serem observadas e manipulados, entre dois níveis, a temperatura de licor (fator A), o pH do licor (fator B), o volume da

solução de NaNO_2 (fator C) e a velocidade de agitação (fator D). Como resposta (variável dependente) a ser controlada e analisada no processo produtivo, temos o volume gasoso produzido, no período de 180 segundos.

A tabela 3.1 apresenta os fatores escolhidos e os respectivos níveis superior e inferior e as unidades de medida dos mesmos. Os níveis foram estabelecida próximos dos utilizados no processo industrial em vigor, à época dos experimentos.

Fatores	Nível Inferior	Nível Superior	Unidade
A - Temperatura do licor	55	65	°C
B - pH do licor	3	5	Adimensional
C. Volume de NaNO_2	1,5	2,5	mL
D - Velocidade de agitação	2,5	3,5	Adimensional

Tabela 3.1 - Lista de fatores à serem pesquisados.

Com 4 fatores a 2 níveis tem-se um planejamento fatorial completo 2^k com $K=4$, número de fatores, resultando uma condição de $2^4=16$ ensaios. Pode-se utilizar também, um planejamento fatorial fracionário $2^{4-1}=8$ ensaios, com réplica, visando levantar dados para o cálculo do erro de medida e do erro padrão.

Para estabelecer a matriz de planejamento apresentada na tabela 3.2, utiliza-se a tabela 2.7, cruzando o número de fatores $K=4$ com número de ensaios $N=8$, obtendo-se a informação de que a coluna do fator $D=ABC$.

A tabela 3.2 apresenta as condições de realização dos ensaios com réplica, a aleatorização da ordem de realizações dos ensaios, bem como as respostas encontradas, a média das respostas por ensaio, suas diferenças e na última coluna o quadrado da diferença entre as respostas encontradas.

É importante salientar que, na fase de planejamento dos ensaios, visando bloquear outras variações além daquelas introduzidas nos níveis dos fatores, as matérias-primas necessárias à fabricação dos reagentes foram separadas de um mesmo

lote para realização de todos ensaios e na fase de execução todos os ensaios foram realizados em ambiente climatizado, pelos mesmos técnicos e supervisionados pelo mesmo engenheiro.

ENSAIO n°	FATORES				ORDEM DE REALIZAÇÃO DOS ENSAIOS		RESPOSTA		\bar{z}	d=Z ₁ - Z ₂	d ²
	A	B	C	D			Z ₁	Z ₂			
1	-	-	-	-	4°	13°	44	42	43	2	4
2	+	-	-	+	8°	12°	68	68	68	0	0
3	-	+	-	+	1°	16°	22	22	22	0	0
4	+	+	-	-	9°	10°	56	56	56	0	0
5	-	-	+	+	7°	14°	60	54	57	6	36
6	+	-	+	-	5°	11°	92	98	95	-6	36
7	-	+	+	-	6°	15°	16	20	18	-4	16
8	+	+	+	+	2°	3°	58	62	60	-4	16

Tabela 3.2 - Matriz de planejamento do experimento fatorial fracionário 2^{4-1} , com réplica dos ensaios.

Aplicando a equação 2.3a temos que o erro de medida é:

$$S^2 = \frac{\sum_i d_i^2}{2N} = \frac{108}{2.8} = \frac{108}{16} = 6,75$$

$$S = \sqrt{6,75} = \pm 2,6$$

Aplicando a equação 2.5 temos que o erro padrão é:

$$S(\text{efeito}) = \sqrt{\frac{4S^2}{N}} = \sqrt{\frac{4 * 6,75}{16}} = \pm 1,30$$

Para o cálculo dos efeitos recorremos a equação 2.1, obtendo:

$$A = \bar{Z}_+ - \bar{Z}_- = \frac{(68 + 56 + 95 + 69)}{4} - \frac{(43 + 22 + 57 + 18)}{4} = \frac{279 - 140}{4} = \frac{139}{4} = 34,75$$

Os valores dos efeitos principais e das interações, após calculados pela equação 2.1, são apresentados na tabela 3.3 a seguir, junto com o erro padrão.

Fatores	Valor do efeito	Erro padrão
A + BCD	34,75	± 1,30
B + ACD	-26,75	± 1,30
C + ABD	10,25	± 1,30
D + ABC	-1,25	± 1,30
AB + CD	3,25	± 1,30
AC + BD	5,25	± 1,30
AD + BC	-10,25	± 1,30
Média + ABCD	52,38	± 0,65

Tabela 3.3 - Estimativa dos efeitos

Da análise dos resultados encontrados para os efeitos principais das interações, tabela 3.3, pode-se afirmar que os efeitos principais dos fatores **A** (Temperatura do Licor) e **B** (pH do licor) são os que apresentam maior significância entre todos os fatores, pois possuem os maiores valores absolutos e são significativamente maiores que o erro padrão e, conseqüentemente, pouco influenciados pelos mesmos. Tal afirmação é confirmada tanto pela Análise de Variância dos Efeitos (ANOVA), apresentada na tabela 3.4, onde verificamos que o fator **A** e o fator **B** apresentam $F_{1,3,95}$ calculado maior que o $F_{1,3,95}$ tabelado = 10,13, quanto pelo Gráfico de Probabilidade Normal, figura 3.3, onde os fatores **A** e **B** apresentam-se destacados da normal. Pode-se afirmar ainda, que o fator **A** é diretamente proporcional ao volume de gás produzido e que o fator **B** é inversamente proporcional ao mesmo. Conseqüentemente alterações nos níveis dos

fatores A e B provocam maiores alterações no volume de gás produzido do que alterações nos níveis dos fatores C e D.

ANOVA Análise de Variância					
Projeto Exp.	2**(4-1) Experimento de Resolução R = IV				
	Média = 52.38		Desvio Padrão = 24.92		
Efeitos	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	F	p
Fator A	2415.13	1	2415.13	25.3003100	.01514245
Fator B	1431.13	1	1431.13	14.9921400	.03048702
Fator C	210.13	1	210.13	2.2012220	.23454490
Fator D	3.13	1	3.13	.0327368	.86795330
Resíduo	286.38	3	95.46		

Tabela 3.4 - Análise de Variância dos Efeitos

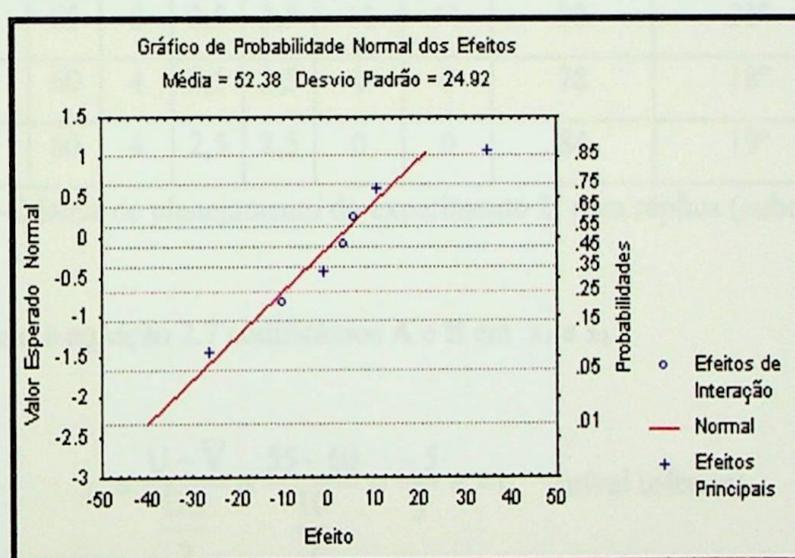


Figura 3.3 - Gráfico de Probabilidade Normal de Efeitos

3.5 Experimento de Confirmação e Metodologia de Superfície de Resposta.

Para confirmar nossas observações foi feito um experimento fatorial completo com 2 fatores em 2 níveis e réplica no ponto central, um experimento cubo, dando início a Metodologia de Superfície de Resposta (MSR). Os níveis dos fatores A e B foram os mesmos dos ensaios anteriores porém observou-se que os melhores resultados apresentados na tabela 3.2 foram os ensaios de nº 2, cuja resposta foi 68, e de nº 6, cuja resposta foi 95. Ambos apresentaram o fator A no nível (+) e o fator B no nível (-). Deduz-se que a diferença foi provocada pelos níveis de C e D. Assim sendo neste

experimento cubo adota-se para o fator **C** o nível (+) e para o fator **D** o nível (-) que é a combinação de níveis de **C** e **D** da resposta do ensaio de nº 6, que é a maior. Os níveis de **C** e **D** não foram manipulados, são mantidos constantes em todos os ensaios. A tabela 3.5 apresenta a matriz de planejamento do experimento, bem como as respostas encontradas e a aleatorização na ordem de realização dos ensaios.

ENSAIO nº	A °C	B	C ml	D	x ₁	x ₂	Resposta Vol.(ml)	Ordem de realizações
9	55	3	2,5	2,5	-1	-1	80	20º
10	65	3	2,5	2,5	+1	-1	122	17º
11	55	5	2,5	2,5	-1	+1	34	22º
12	65	5	2,5	2,5	+1	+1	80	21º
13	60	4	2,5	2,5	0	0	78	18º
14	60	4	2,5	2,5	0	0	84	19º

Tabela 3.5 - Matriz de planejamento do experimento 2^2 com réplica (cubo)

Usando a equação 2.7 codificamos **A** e **B** em **x₁** e **x₂**:

$$x_1 = \frac{U - \bar{V}}{\frac{DU}{2}} = \frac{55 - 60}{\frac{10}{2}} = \frac{-5}{5} = -1 \quad (\text{nível inferior})$$

$$x_1 = \frac{65 - 60}{\frac{10}{2}} = \frac{5}{5} = +1 \quad (\text{nível superior})$$

$$x_2 = \frac{3 - 4}{\frac{2}{2}} = \frac{-1}{1} = -1 \quad (\text{nível inferior})$$

$$x_2 = \frac{5 - 4}{\frac{2}{2}} = \frac{1}{1} = +1 \quad (\text{nível superior})$$

3.6 Modelo de Primeira Ordem.

O próximo passo é verificar se a hipótese de um modelo linear de primeira ordem, equação 2.8, comporta as respostas do experimento da tabela 3.5. Assim sendo, temos:

$$\hat{Y} = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2$$

Para determinarmos b_0 , b_1 e b_2 usaremos a equação 2.9:

$$b = (X'X)^{-1} X'Y$$

Temos que:

$$X = \begin{bmatrix} 1 & -1 & -1 \\ 1 & +1 & -1 \\ 1 & -1 & +1 \\ 1 & +1 & +1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad Y = \begin{bmatrix} 80 \\ 122 \\ 34 \\ 80 \\ 78 \\ 84 \end{bmatrix}$$

$$X'X = \begin{bmatrix} 6 & 0 & 0 \\ 0 & 4 & 0 \\ 0 & 0 & 4 \end{bmatrix} \quad X'Y = \begin{bmatrix} 478 \\ 88 \\ -88 \end{bmatrix}$$

$$b = \begin{bmatrix} 1/6 & 0 & 0 \\ 0 & 1/4 & 0 \\ 0 & 0 & 1/4 \end{bmatrix} * \begin{bmatrix} 478 \\ 88 \\ -88 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 79,67 \\ 22 \\ -22 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} b_0 \\ b_1 \\ b_2 \end{bmatrix}$$

$$\hat{Y} = 79,67 + 22x_1 - 22x_2$$

Para calcularmos a variância dos ensaios realizados no ponto central utilizamos a equação 2.10, daí:

$$S^2 = \frac{\sum_{i=5}^6 (Y_i - \bar{Y}_0)^2}{n-1}$$

No presente caso $n=2$, então:

$$\bar{Y}_0 = \frac{78 + 84}{2} = 81$$

$$S^2 = \frac{(78-81)^2 + (84-81)^2}{2-1} = \frac{9+9}{1} = 18$$



Para obtermos a variância dos elementos do vetor b usamos a equação 2.11:

$$\hat{V}(b) = (X^t X)^{-1} * S^2$$

$$\hat{V}(b) = \begin{bmatrix} 1/6 & 0 & 0 \\ 0 & 1/4 & 0 \\ 0 & 0 & 1/4 \end{bmatrix} * 18 = \begin{bmatrix} 3 \\ 4,5 \\ 4,5 \end{bmatrix}$$

Extraindo a raiz quadrada do vetor coluna b obtemos os erros padrões de b_0 , b_1 e b_2 . A equação do nosso experimento passa a ter a seguinte forma:

$$\hat{Y} = \begin{matrix} 79,67 & + & 22x_1 & - & 22x_2 \\ (\text{1,73}) & (\text{2,12}) & (\text{2,12}) & & \end{matrix}$$

Dado a significância dos coeficientes de **b** quando comparados com o erro padrão correspondente, sendo os coeficientes mais de dez vezes o valor dos erros, a hipótese de que as respostas do experimento estejam localizadas no plano $\hat{Y} = 79,67 + 22x_1 - 22x_2$ é estatisticamente aceitável.

Cabe salientar que com o avanço da informática, o mercado oferece uma série de programas computacionais, que auxiliam e abreviam a sistemática de cálculo na área da Estatística, de um modo geral, e na área de Projeto de Experimentos, em particular.

Foi feito o uso do programa STATISTICA FOR WINDOWS, REALISE 4.3, 1993, como ferramenta na solução dos cálculos da presente pesquisa envolvendo Planejamento de Experimentos. O programa apresenta uma interface amigável e de fácil operação. Ao iniciar, na tela de entrada, (figura 3.4), opta-se por “Experimental Design”:

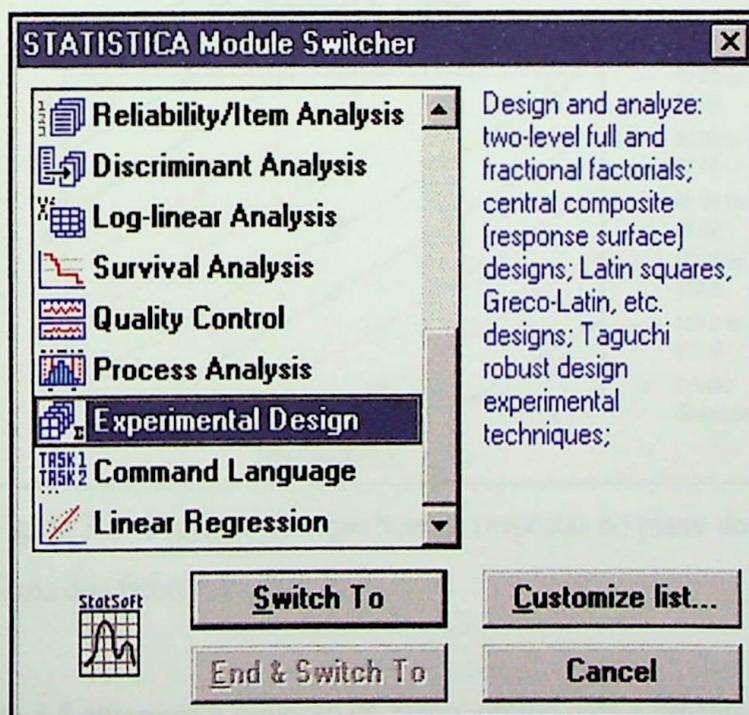


Figura 3.4 - Tela de entrada do programa STATISTICA.

Em seguida introduziu-se os dados da tabela 3.5, colunas Ensaio, x_1 , x_2 e resposta, na matriz de planejamento do programa, tabela 3.6. Após o processamento

destes dados, o programa oferece uma série de informações, inclusive gráficos, que possibilitam maior segurança ao pesquisador no processo de tomada de decisão.

Data: STAT2X2.STA 3v = 6c			
Matriz de Planejamento			
Case	1 FATOR_A	2 FATOR_B	3 VOLUME
9	-1.00	-1.00	80.00
10	1.00	-1.00	122.00
11	-1.00	1.00	34.00
12	1.00	1.00	80.00
13	0.00	0.00	78.00
14	0.00	0.00	84.00

Tabela 3.6 - Matriz do Planejamento Fatorial 2^2 com réplica no ponto central (experimento cubo).

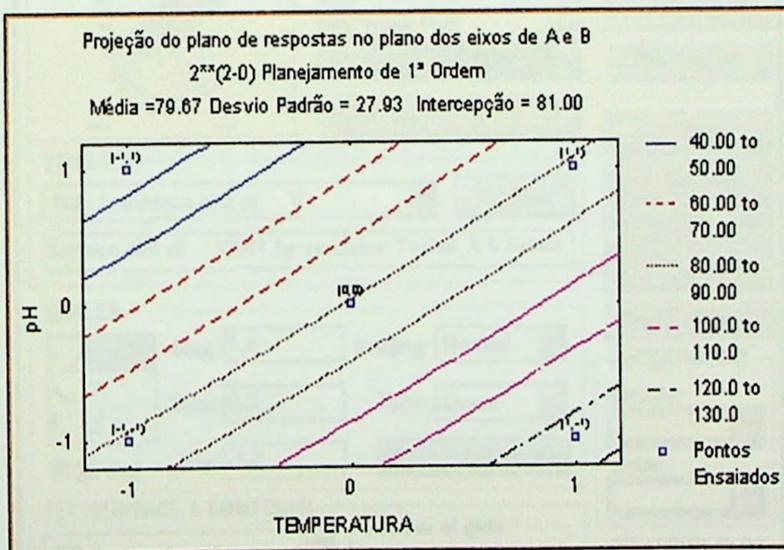


Figura 3.5 - Projeção da superfície de respostas no plano dos eixos dos fatores A e B

A figura 3.5 apresenta a projeção do plano obtido para a hipótese de um modelo linear de primeira ordem, dado pela equação $\hat{Y} = 79,67 + 22x_1 - 22x_2$, mostrando a localização dos ensaios de nº 9 a 14. Pode-se notar que o valor das curvas de nível aumenta à medida que aumenta o valor do fator A e diminui o valor do fator B, na direção perpendicular às curvas de nível.

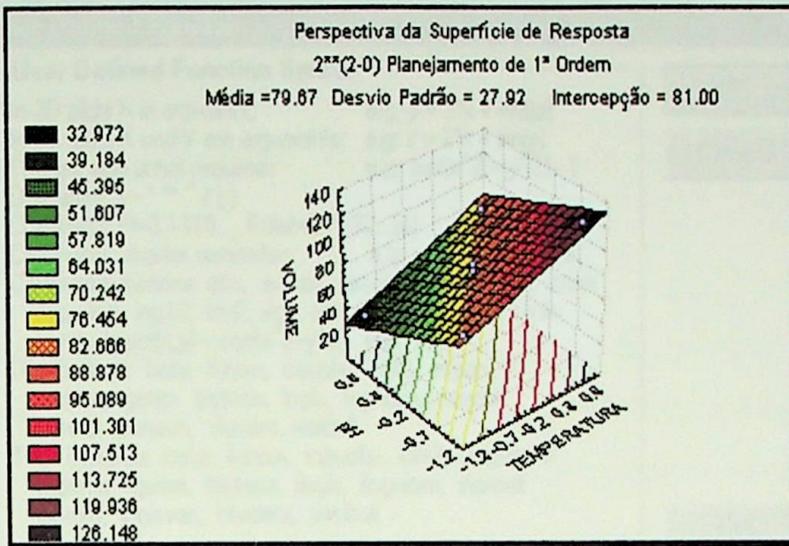


Figura 3.6 - Perspectiva da superfície de respostas

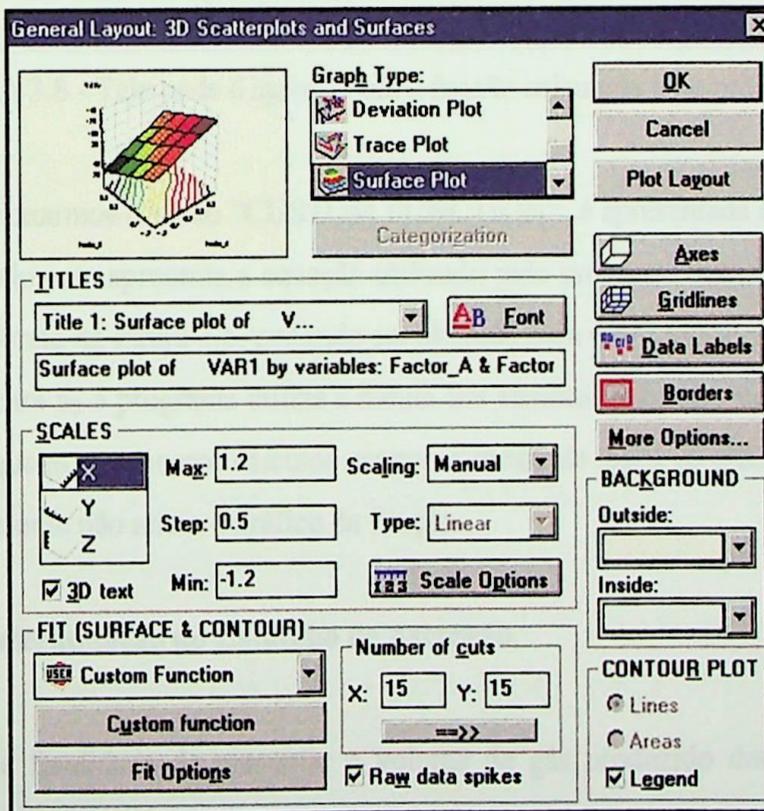


Figura 3.7 - Tela usada para modificar as características das figuras geradas pelo programa STATISTICA.

Uma visão em perspectiva do plano é apresentada na figura 3.6, onde fica evidente a inclinação do plano, a direção e o sentido de aumento do volume. Para customizar, ou seja, traduzir os textos do gráfico, mudar as fontes, mudar as cores ou executar qualquer outra mudança na figura, atua-se na tela apresentada na figura 3.7.

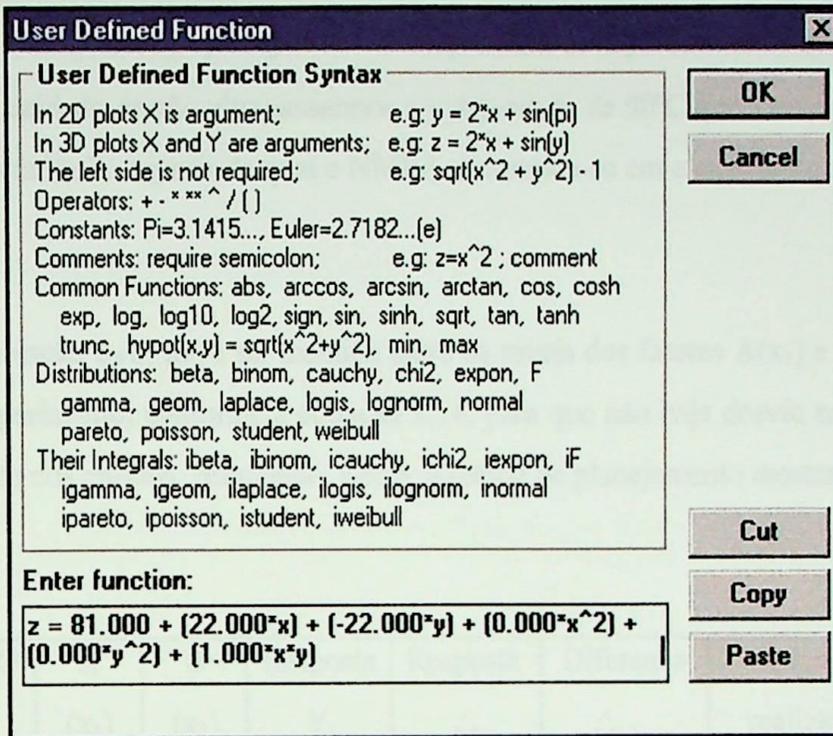


Figura 3.8 - Tela onde é apresentada a função calculada pelo programa.

Ao acionarmos o botão “CUSTOM FUNCTION” é apresentada a tela da figura 3.8, que inicialmente apresenta a equação utilizado pelo programa para traçar o gráfico do plano mostrado na figura 3.6, podendo ser alterada para outra função, caso se deseje. Nota-se que para b_0 o programa utiliza a média dos ensaios realizados no ponto central, $b_0=81,00$, enquanto nos nossos cálculos usamos a média de todos os ensaios, $b_0=79,67$, o que praticamente não altera o gráfico da função.

3.7 Determinação do Caminho de Ascensão.

Com a finalidade de aumentar o volume de gás produzido durante a reação, realizou-se mais quatro ensaios na direção de ascensão facilmente determinada por:

$$\text{Tg}\alpha = \frac{b_1}{b_2} = \frac{-22}{22} = -1$$

$$\text{arcTg} - 1 = -45$$

$$\alpha = -45$$

Com $\alpha = -45^\circ$, perpendicular as curvas de níveis do plano $\hat{Y} = 79,67 + 22x_1 - 22x_2$ planejou-se os experimentos apresentados na tabela 3.7, tomando o cuidado de não ultrapassarmos a temperatura de 90°C que, como já foi dito, é a temperatura limite a partir da qual o NMEA decompõe-se em elementos com perigo de explosão.

A relação b_2/b_1 deve ser mantida entre os níveis dos fatores **A**(x_1) e **B** (x_2), num mesmo experimento, conforme a equação 2.14, para que não haja desvio na direção de alinhamento dos ensaios, resultando, assim, a matriz de planejamento mostrada na tabela 3.7 :

ENSAIO	A (x_1)	B (x_2)	Resposta Y_i	Resposta \hat{Y}	Diferença $\hat{Y} - Y_i$	Ordem de realização
15	1	-1	90	123,67	33,67	23°
16	2	-2	140	167,67	27,67	24°
17	3	-3	170	211,67	41,67	25°
18	4	-4	244	255,67	11,67	26°

Tabela 3.7 - Matriz de Planejamento dos ensaios no caminho de ascensão .

Os fatores **C** e **D** permanecem com seus níveis inalterados como nos ensaios de nº 9 ao nº 14. Observando-se a coluna das respostas encontradas Y_i na tabela 3.7, constata-se que o volume de gás produzido aumenta a cada ensaio realizado na direção do caminho de ascensão, confirmando desta forma, que a atuação nos fatores temperatura do licor (**A**) e **pH** do licor (**B**) levam a otimização da reação, conforme os objetivos propostos. Constata-se também que a diferença entre as respostas calculadas pela equação $\hat{Y} = 79,67 + 22x_1 - 22x_2$ e as que realmente foram encontradas quando da realização dos ensaios não é constante, o que indica que as encontradas não se localizam em um plano.

3.8 Modelo Quadrático

Com o intuito de obter-se um modelo mais elaborado, que represente com maior fidelidade a distribuição das respostas no espaço, apesar de já termos atingindo o objetivo proposto de maximizar o volume de gás, experimentou-se utilizar o modelo quadrático preconizado na equação 2.16:

$$\hat{Y} = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_{11} x_1^2 + b_{12} x_1 x_2$$

ENSAI O n°	A	B	x ₁	x ₂	Resposta Vol(ml)	Ordem de realização
19	65	1	-1	-1	116	29°
20	75	1	+1	-1	214	32°
21	65	3	-1	+1	104	31°
22	75	3	-1	+1	152	28°
23	70	2	0	0	131	27°
24	70	2	0	0	128	30°
25	63	2	$-\sqrt{2}$	0	114	38°
26	77	2	$\sqrt{2}$	0	184	37°
27	70	0,6	0	$-\sqrt{2}$	188	34°
28	70	3,4	0	$\sqrt{2}$	96	33°
29	70	2	0	0	130	36°
30	70	2	0	0	130	35°

Tabela 3.8 - Matriz de Planejamento Do Experimento cubo-estrela com réplica no ponto central.

Para validar a hipótese planejou-se e executou-se 12 ensaios (Central Composite Design), sendo os 6 primeiros um experimentos cubo 2², com réplica no ponto central, e os outros 6 ensaios um experimento estrela com réplica no ponto central, conforme a tabela 3.8.

Nosso ponto central agora é o ponto onde **A**, temperatura do licor, é 70°C e **B**, pH do licor, é 2. Aplicando a equação 2.7 ao novo ponto central definiremos os novos níveis dos fatores **A** e **B**:

Para o fator **A** temos

$$x_1 = \begin{cases} -1 & \text{para o nível inferior do experimento cubo} \\ +1 & \text{para o nível superior do experimento cubo} \\ -\sqrt{2} & \text{nível inferior do experimento estrela} \\ +\sqrt{2} & \text{nível superior do experimento estrela} \end{cases}$$

$$\frac{DU}{2} = 5 \quad \bar{U} = 70^\circ\text{C}$$

$$U = \pm X_1 * \frac{DU}{2} + \bar{U}$$

$$U = \begin{cases} -1 * 5 + 70 = 65 \\ +1 * 5 + 70 = 75 \end{cases}$$

$$U = \begin{cases} -\sqrt{2} * 5 + 70 = 62,928 \cong 63 \\ +\sqrt{2} * 5 + 70 = 77,071 \cong 77 \end{cases}$$

Para o fator **B** temos:

$$x_2 = \begin{cases} -1 & \text{para o nível inferior do experimento cubo} \\ +1 & \text{para o nível superior do experimento cubo} \\ -\sqrt{2} & \text{nível inferior do experimento estrela} \\ +\sqrt{2} & \text{nível superior do experimento estrela} \end{cases}$$

$$\frac{DU}{2} = 1 \quad \bar{U} = 2$$

$$U = \pm x_2 * \frac{DU}{2} + \bar{U}$$

$$U = \begin{cases} -1 * 1 + 2 = 1 \\ +1 * 1 + 2 = 3 \end{cases}$$

$$U = \begin{cases} -\sqrt{2} * 1 + 2 = 0,585 \cong 0,6 \\ \sqrt{2} * 1 + 2 = 3,414 \cong 3,4 \end{cases}$$

De posse da matriz de planejamento dos ensaios, tabela 3.8, e após a realização dos mesmos, com os cuidados de aleatorização e bloqueio que garantiram a sua independência e de posse das respostas de cada ensaio passou-se ao cálculo dos coeficientes da equação do modelo quadrático.

Para a tarefa de determinação dos coeficientes, utilizamos o programa STATISTICA FOR WINDOWS, REALISE 4.3, 1993. Na tela mostrada na figura 3.9, escolhe-se “Central Composite Designs (response surface methods)” que nos leva ao experimento fatorial cubo-estrela com réplica no ponto central. Na próxima tela, figura 3.10, vamos alterar o número de fatores para 2, gerando uma matriz de experimentos com as colunas das respostas em branco, no nosso caso apenas uma coluna. Passamos os dados das respostas da tabela 3.8 para esta matriz conforme mostrado na tabela 3.9.

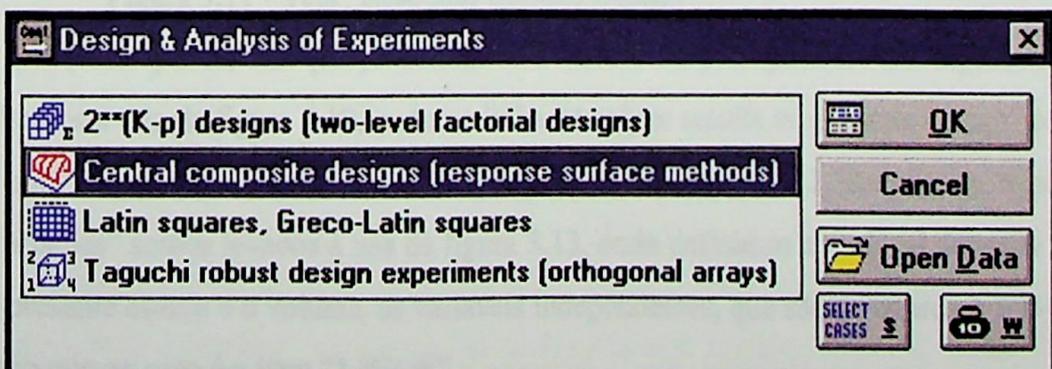


Figura 3.9 - Tela “Design Analysis of Experiments” do programa STATISTICA.

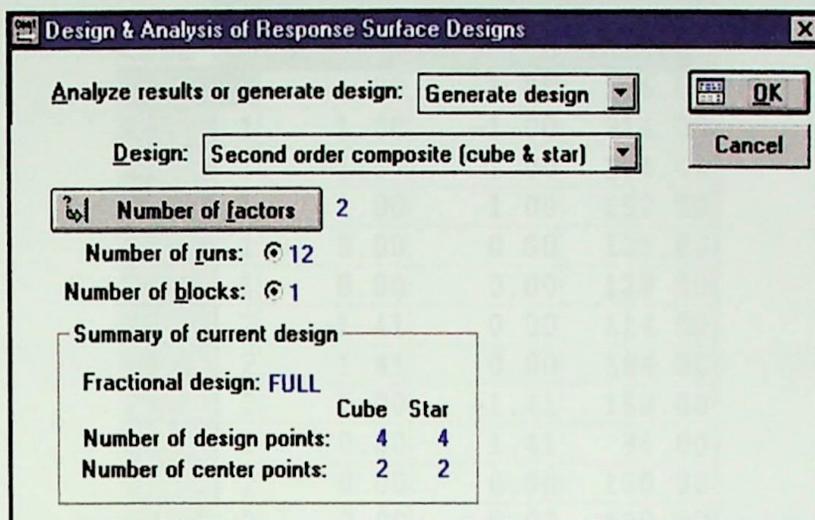


Figura 3.10 - Tela “Design & Analyses of Response Surface Designs” do programa STATISTICA.

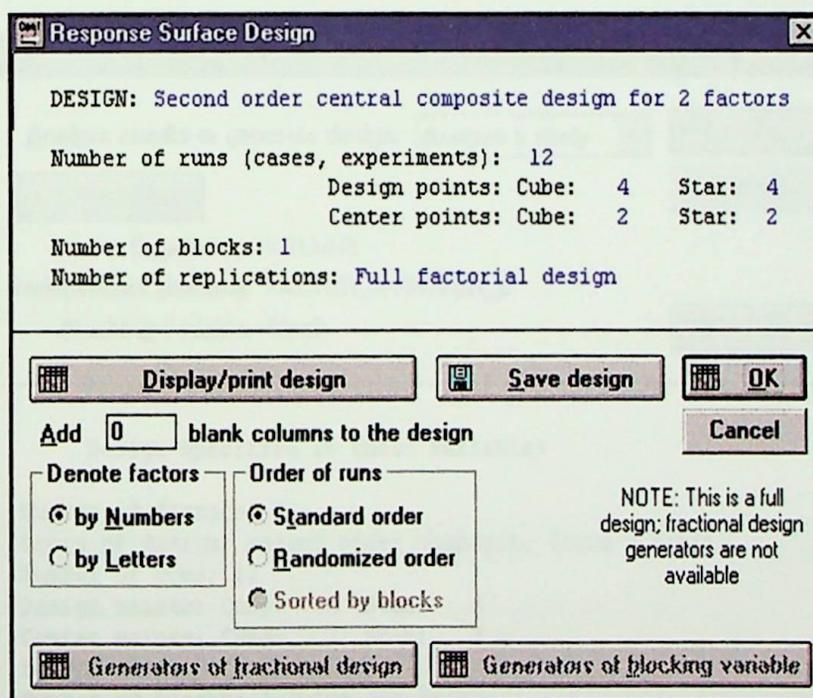


Figura 3.11 - Tela “Response Surface Design”

Neste ponto, em que já definimos a matriz de planejamento do experimento, voltamos a tela da figura 3.10, onde na linha “Analyze results or generate design” opta-se por “Analyze a study”, o que nos levará a tela da figura 3.12. Acionando o botão “Variables” somos levados a tela da figura 3.13, onde definimos a variável dependente que no presente estudo é o volume, as variáveis independentes, que são os fatores A e B e o bloco que no caso é o item “1-Block”.

Case	1	2	3	4
	BL	FACTOR_A	FACTOR_B	VOLUME
19	1	-1.00	-1.00	116.00
20	1	1.00	-1.00	214.00
21	1	-1.00	1.00	104.00
22	1	1.00	1.00	152.00
23	1	0.00	0.00	131.00
24	1	0.00	0.00	128.00
25	2	-1.41	0.00	114.00
26	2	1.41	0.00	184.00
27	2	0.00	-1.41	188.00
28	2	0.00	1.41	96.00
29	2	0.00	0.00	130.00
30	2	0.00	0.00	130.00

Tabela 3.9 - Matriz de planejamento do experimento cubo-estrela

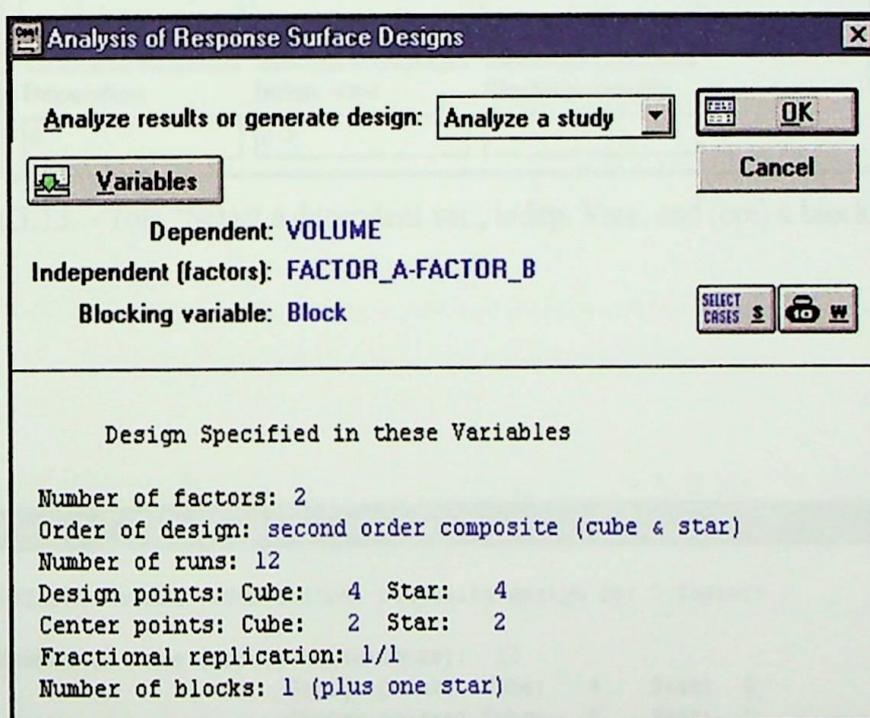


Figura 3.12. - Tela “Analysis of Response Surface Designs”

A figura 3.14, apresenta as diversas opções de informações que se pode obter após o processamento pelo programa STATISTICA da matriz de planejamento. Acionando o botão “Display /print design” obtém-se a matriz de planejamento do experimento cubo-estrela, acrescida da coluna “bloco”, onde os ensaios do experimento cubo recebem o número 1 e os ensaios do experimento estrela número 2, tabela 3.10. Acionando o botão “parameter estimates & ANOVA” obteremos a análise da variância dos parâmetros, tabela 3.11, onde verificamos que os fatores A e B apresentam o $F_{1,6,95}$

cálculo para os mesmos, maior que o $F_{1,6,95}$ tabelado = 5,99, indicando que é estatisticamente aceitável a hipótese de uma superfície quadrática no ajuste das respostas encontradas.

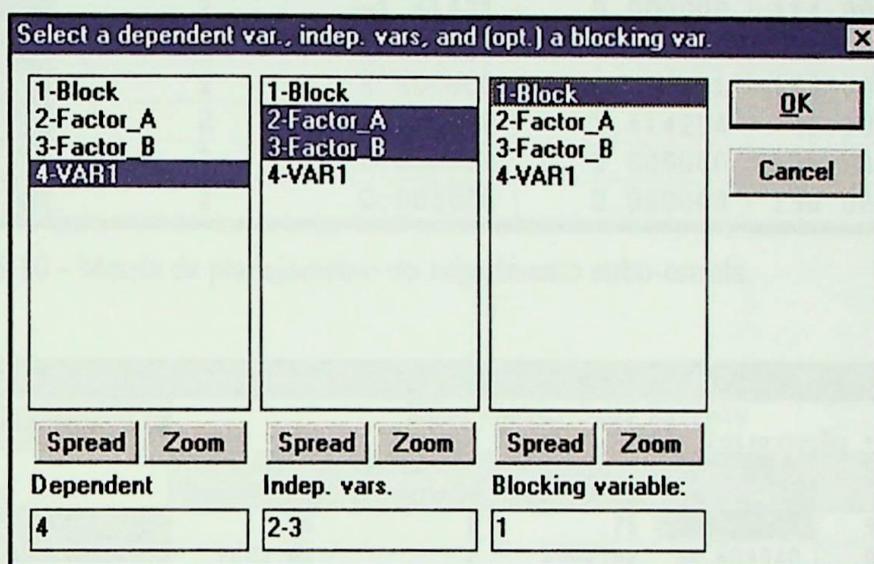


Figura 3.13. - Tela “Select a dependent var., indep. Vars, and (opt) a blockin var”.

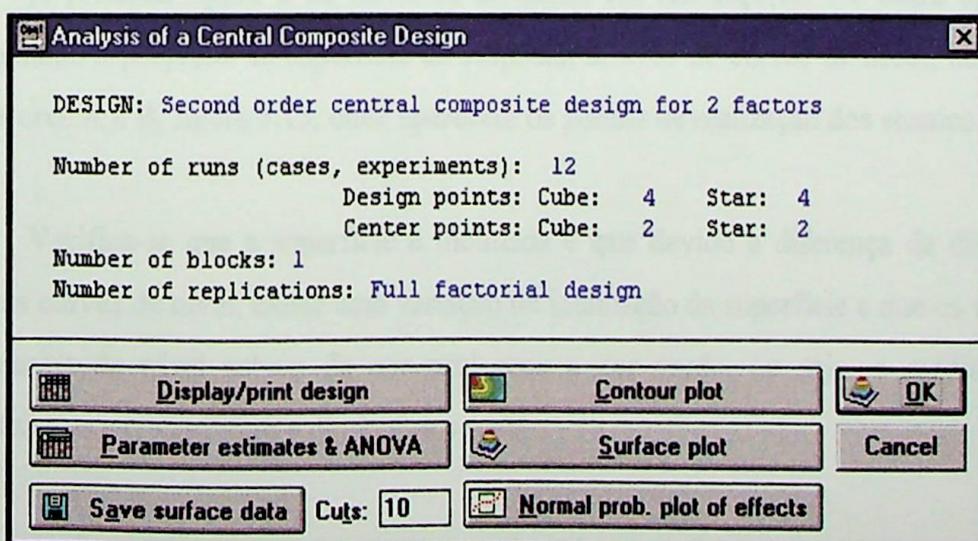


Figura 3.14 - Tela “Analysis of a Composite Design”

Experimento Cubo x Estrela				
Média =140.58 Desvio Padrão = 36.63				
Ensaio	Bloco	Fator A Temperatura	Fator b pH	VOLUME
19	1	-1.00000	-1.00000	116.0000000
20	1	1.000000	-1.00000	214.0000000
21	1	-1.00000	1.000000	104.0000000
22	1	1.000000	1.000000	152.0000000
23	1	0.000000	0.000000	131.0000000
24	1	0.000000	0.000000	128.0000000
25	2	-1.41421	0.000000	114.0000000
26	2	1.414214	0.000000	184.0000000
27	2	0.000000	-1.41421	188.0000000
28	2	0.000000	1.414214	96.0000000
29	2	0.000000	0.000000	130.0000000
30	2	0.000000	0.000000	130.0000000

Tabela 3.10 - Matriz de planejamento do experimento cubo-estrela.

Análise de Variância; Variável Volume					
Experimento Cubo-Estrela					
Média =140.58 Desvio Padrão= 36.63 Interceção = 129.75					
Continue...	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	F	p
Cubo x Estrela	.75	1	.75	.003460	.9550063
Fator A	7502.82	1	7502.82	34.609940	.0010692
Fator B	5207.49	1	5207.49	24.021770	.0027076
Fator A**2	624.10	1	624.10	2.878927	.1406713
Fator B**2	260.10	1	260.10	1.199822	.3153665
Residual	1300.69	6	216.78		

Tabela 3.11 - Análise de variância dos resíduos do modelo quadrático.

A próxima opção é de salvar-se os dados em um arquivo. Na outra opção é apresentada a projeção da superfície de resposta, através de curvas de nível, no plano dos fatores A e B, figura 3.15, onde aparecem os pontos de realização dos ensaios.

Verifica-se que a superfície é inclinada e que devido a diferença de distância entre as curvas de nível, existe uma variação na inclinação da superfície e que os valores das curvas de nível sobem da cor azul para a cor verde, ou seja, a medida que aumentamos a temperatura e diminuimos o pH.

A figura 3.16 apresenta a perspectiva da superfície de resposta mostrando também os locais dos ensaios dos experimentos cubo, estrela e o ponto central. Observa-se que este modelo expressa mais fielmente a superfície de resposta, que a superfície

definida pelo modelo linear, figura 3.6, porém guarda uma certa semelhança com a mesma, daí o sucesso dos experimentos realizados na direção do caminho de ascensão, que em ambos os modelos têm a mesma direção geral.

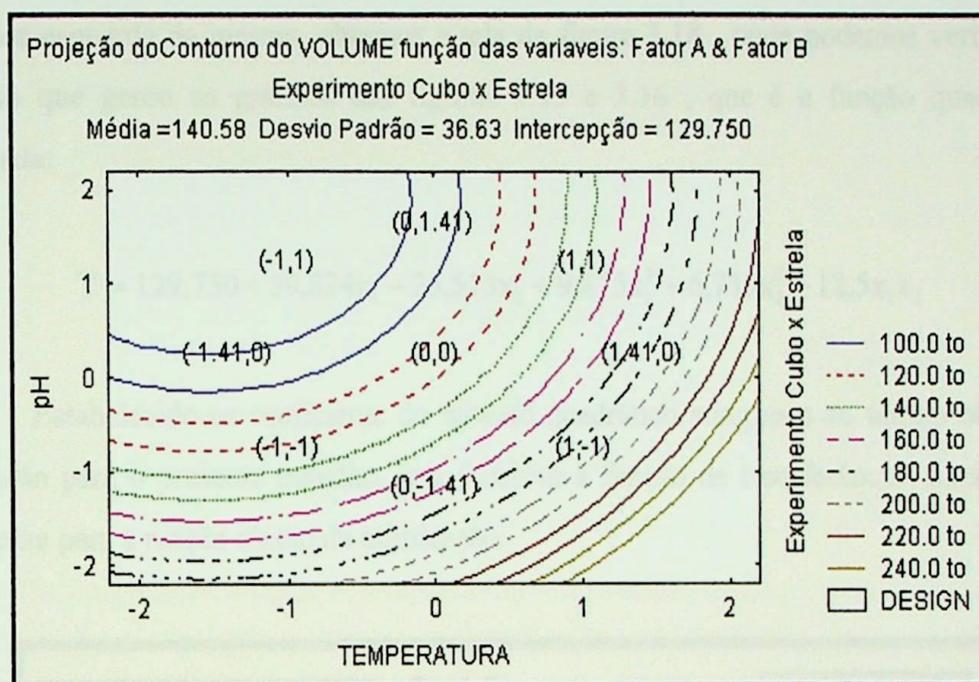


Figura 3.15 - Projeção da superfície de respostas no plano dos eixos dos fatores A e B

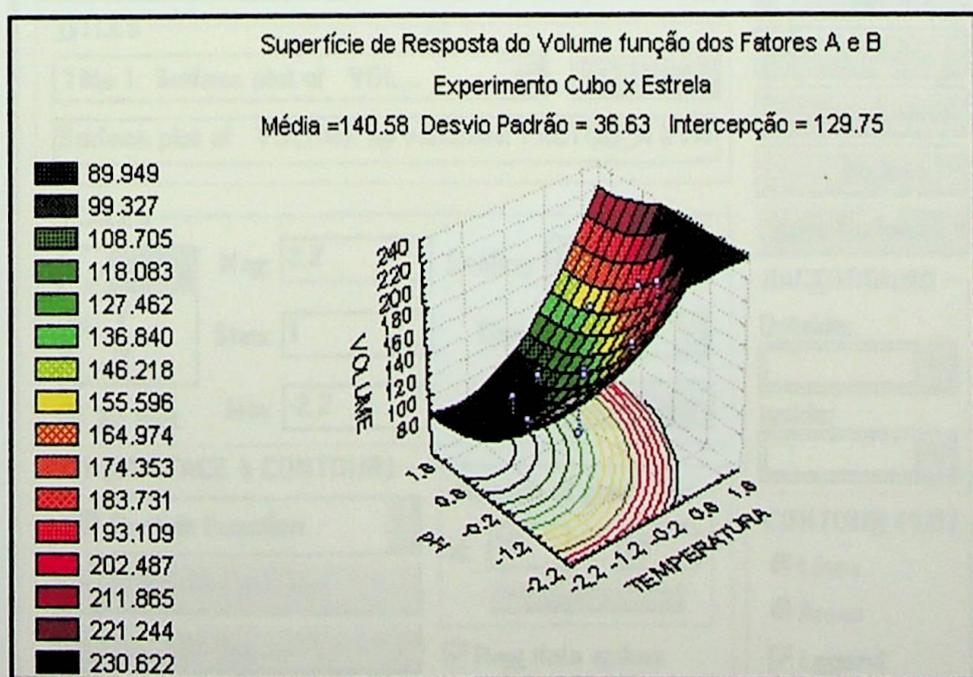


Figura 3.16 - Perspectiva da superfície de resposta do experimento.

Na tela da figura 3.16 , se acionarmos o botão direito do “mouse” com o cursor apontado para a parte amarela da figura, será apresentado uma nova tela, Figura 3.17 , na qual podemos traduzir os textos, mudar a fonte, alterar escalas, enfim, customizar o gráfico aos nossos interesses. Nesta tela ao selecionarmos “Custom Function” na parte inferior esquerda da mesma, obtemos a tela da figura 3.18 , onde podemos verificar a função que gerou os gráficos das figuras 3.15 e 3.16 , que é a função quadrática desejada:

$$Y = 129,750 + 30,624x_1 - 25,513x_2 + 9,875x_1^2 + 6,735x_2^2 - 12,5x_1x_2$$

Estabelecido os coeficiente do modelo quadrático atingimos ao último objetivo proposto para o presente trabalho, que é definir a função de transferência na área de interesse para a reação objeto da otimização.

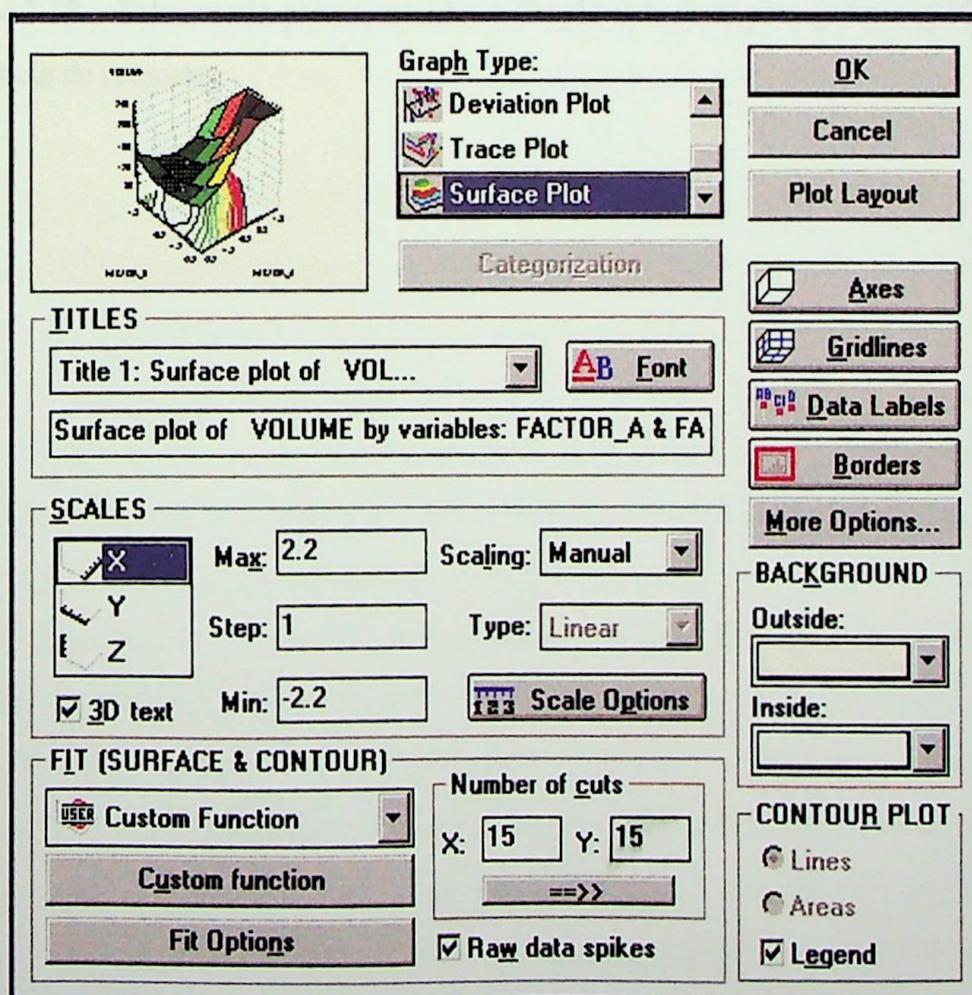


Figura 3.17 - Tela de customização das figuras geradas no programa STATISTICA

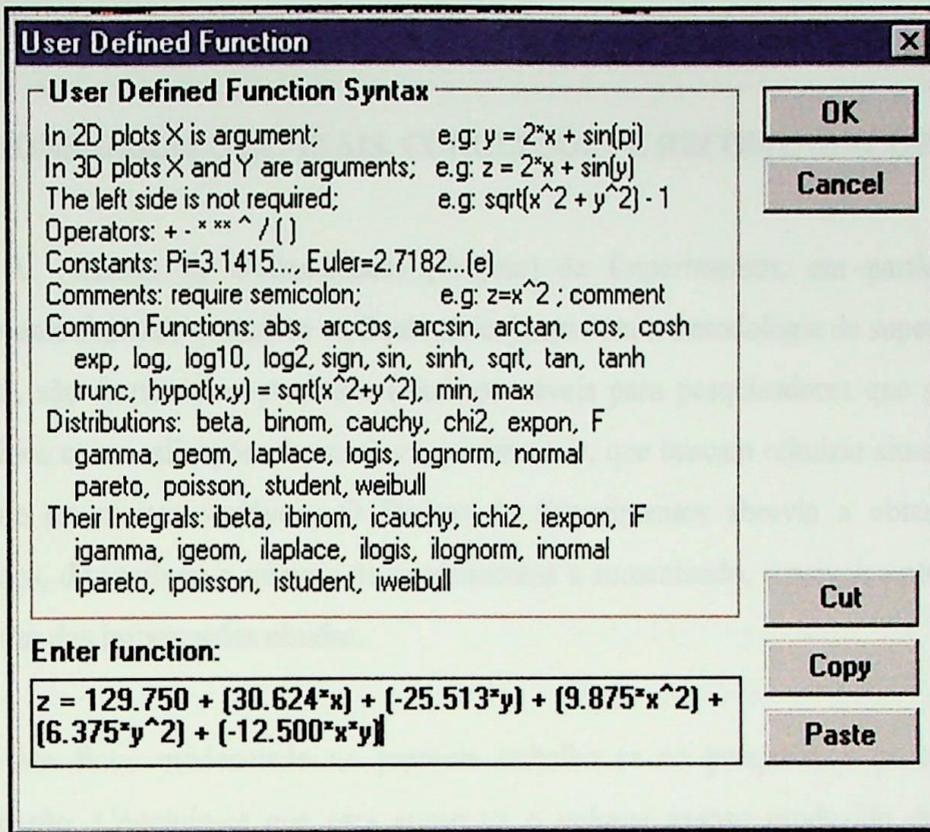


Figura 3.18 - Tela usada para apresentar a função calculada para gerar o gráfico da superfície de resposta .

CAPÍTULO 4

CONSIDERAÇÕES FINAIS, CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

A técnica de Delineamento (Projeto) de Experimentos, em particular, o experimento fatorial, completo ou fracionário, junto com a metodologia de superfície de resposta, são ferramentas preciosas e indispensáveis para pesquisadores que se vêem envolvidos com realizações de ensaios experimentais, que buscam otimizar situações no ambiente de muitas variáveis. O Projeto de Experimentos abrevia a obtenção de resultados, diminuindo o número de experimentos e aumentando, sensivelmente o grau de certeza das informações obtidas.

Isto ficou evidenciado no presente trabalho se ao pesquisar o processo de gaseificação. Concluiu-se que para aumentar o volume gasoso produzido durante a reação para um valor máximo, no tempo de 180 segundos, deve-se atuar na temperatura do licor, elevando-o (sem ultrapassar 90°C) e no pH do licor, reduzindo-o.

O programa STATISTICA nos propicia uma gama de gráficos e informações que nos esclarecem sobremaneira o fenômeno ora em estudo, possibilitando uma visão mais abrangente dos efeitos de cada fator e de suas interações.

Cabe ressaltar que as ferramentas apresentadas no presente trabalho focalizaram o ambiente de experimentação dos laboratórios, nos quais o pesquisador tem um controle mais acurado das variáveis em estudo. No entanto com os devidos cuidados estas técnicas podem ser aplicadas no ambiente da produção. Sabemos que uma fábrica raramente opera em condições ótimas. Via de regra todo processo produtivo costuma ser desenvolvido em escala reduzida, geralmente em laboratório e algumas vezes em uma planta piloto. Ao ser implementada, a planta passa a incorporar uma série de fatores não previstos, devido principalmente ao aumento da escala. Itens como velocidade de agitação, transferência de material, eficiência do equipamento etc..., acabam fazendo com que a planta opere fora do ponto de maior rendimento. Não nos esqueçamos dos ruídos, ou seja, dos fatores sobre os quais não há possibilidade de controle, tais como

desgaste de ferramentas, condições climáticas etc...e com os quais o processo de produção convive e com o envelhecimento do processo, que desloca o ponto ótimo do processo na superfície de respostas.

Na prática o que ocorre é que os engenheiros responsáveis pelo projeto e implementação da planta, após o “start up”, acompanham a operação da mesma até que ela atinja os parâmetros especificados, ou de projeto, que na maioria das vezes são dados teóricos, ou obtidos em escala reduzida. Esse modo de agir é chamado de Operação Estática em contraste com Operação Evolucionária.

Na Operação Evolucionária, também conhecida pela sigla EVOP, de evolutionary operation [BOX, H & HUNTER, 1978], parte-se da premissa de que a situação acima descrita é verdadeira e que é necessário modificar deliberadamente as condições de operação em larga escala, ou seja, as condições de operação da planta.

Não é nosso intuito discorrer sobre o assunto, porém mostrar o enorme campo de aplicação para esta técnica, uma vez que sua utilização representa o objetivo de todo sistema produtivo, ou seja diminuir perdas operando no ponto de máximo rendimento com conseqüente aumento da lucratividade.

No nosso estudo de caso, em conseqüência da pesquisa realizada, foi implementado no processo de Lama Explosiva pela IMBEL, a substituição da Perlita EWP pela solução de Nitrito de Sódio (NaNO_2), com redução dos custos de produção em torno de 12%.

Além desta modificação outros trabalhos foram realizados visando diminuir os custos de produção. Pesquisa utilizando a técnica de Projeto de Experimentos, visando a redução do Nitrato de Monoetamina (NMEA), foi objeto de dissertação de mestrado a ser apresentada na Faculdade de Engenharia de Guaratingueta- UNESP, no corrente ano, pelo Engenheiro Wagner Carine da IMBEL e a automação com a substituição da Perlita EWP pelo NaNO_2 , possibilitaram reduções no custo de produção em torno de

40%, o que viabilizou a produção da Lama Explosiva até a presente data, com melhorias no desempenho balístico do produto.

EXPLOSIVOS

1 - Definição

Um explosivo é um material sólido, que sob um estímulo apropriado, rapidamente muda de sólido ou líquido para o estado gasoso, com liberação de calor. A pressão exercida ao redor do material pela expansão dos gases constitui uma explosão.

Confinando um explosivo conseguimos gradualmente sua potência para densificar e incrementamos a velocidade de reação. Por exemplo, pólvora ou pólvora negra, confinada dentro do invólucro de papel de uma "bambolina de São João", explode quando iniciada (inflamada) porém a mesma pólvora simplesmente sublima, sem confinamento, quando aquecida inicialmente. Durante a reação de combustão, relativamente lenta, a pressão dos gases aumenta até um certo ponto a tal ponto que haja uma explosão, caso exista a pressão suficiente.

Apesar de muitos materiais, em várias formas, podem explodir, como vapor de gasolina e o gás hidrogênio, o pó de carvão ou o grão de pórcia não possuem características específicas, porém possuem algumas características, especificamente produzidas para provocar uma explosão, são chamadas de explosivos.

Esses podem ser divididos em dois tipos: explosivos propolantes, como pólvora, e explosivos de detonação, como o Trinitroclorato - TNT e a dinamite.

2 - Explosivos Propolantes

A pólvora, que foi descoberta pelos chineses no século X, e pelas Árabes, independentemente, mais tarde posteriormente, o primeiro explosivo usado em escala de fogo. Em 1841 a nitrocelulose explosiva chamada de algodão-pólvora foi introduzida na

ANEXO A

EXPLOSIVOS

1 - Definição

Um explosivo é um material estável, que sob um estímulo apropriado, rapidamente muda de sólido ou líquido para o estado gasoso, com liberação de calor. A pressão exercida ao redor do material pela expansão dos gases constitui uma explosão.

Confinando um explosivo aumentamos grandemente sua propensão para detonar e incrementamos a velocidade da reação. Por exemplo, pólvora ou pólvora negra, confinada dentro do invólucro de papel de uma “bombinha de São João”, explode quando iniciada (inflamada), porém a mesma pólvora simplesmente salpicada, sem confinamento, queima quando iniciada. Durante a reação de combustão, relativamente lenta, a pressão dos gases quentes não aumenta rápido o suficiente para que haja uma explosão, caso ocorra a queima sem confinamento.

Apesar de muitas substâncias, em várias formas, poderem explodir, como vapor de gasolina e o gás hidrogênio, o pó de carvão ou o grão de poeira são também substâncias explosivas, porém somente algumas substâncias, especificamente produzidas para provocar uma explosão, são chamadas de explosivos.

Eles podem ser divididos em dois tipos: explosivos propelentes, como pólvora, e explosivos de detonação, como o Trinitrotolueno - TNT e a dinamite.

2 - Explosivos Propelentes

A pólvora, que foi descoberta pelos chineses no século X e pelos Árabes, independentemente, tornou-se posteriormente, o primeiro explosivo usado em armas de fogo. Em 1841 a nitrocelulose explosiva chamada de algodão-pólvora foi introduzida na

composição da pólvora, uma vez que provou ser também eficiente como propelente para armas de fogo, todavia, resultaram satisfatórios os resultados da pólvora sem fumaça, a qual por volta de 1880, virtualmente suplantou a pólvora negra como propelente, nos 20 anos seguintes. Com o advento da era espacial, muitos explosivos especiais foram desenvolvidos para uso em propulsão de foguetes.

3 - Explosivo de Detonação

Explosivos de detonação podem ser divididos em Explosivos de Iniciação e Auto Explosivos. O Explosivo de Iniciação deve ser manuseado com extremo cuidado, pois é o mais sensível dos dois. Materiais como Fulminado de Mercúrio explodem instantaneamente quando queimados ou iniciados e são utilizados na produção de espoletas, artefato empregado na iniciação dos Auto Explosivos.

Os Auto explosivos são menos sensíveis e podem queimar sem produzir uma explosão. Eles somente podem ser detonados por um choque severo, o qual é produzido por outro explosivo (usualmente uma espoleta) colocado dentro ou perto do auto explosivo. Já que eles são relativamente estáveis, uma grande quantidade de auto explosivos podem ser deslocados e manuseados sem perigo.

Em 1846 o Italiano Pecanio Sobero inventou a nitroglicerina, um explosivo tão sensível que foi impossível sua utilização. Ela tornou-se importante posteriormente, quando em 1867 o inventor sueco Alfred Nobel combinou-a primeiramente com areia e posteriormente com polpa de madeira para produzir dinamite, viabilizando assim sua utilização com segurança, tornando-a um produto comercial.

O Trinitrotolueno -TNT , foi usado primeiramente em meados de 1900, tornando-se padrão para medida de outros explosivos. Ele foi usado também em misturas com outros ingredientes explosivos para produzir muitos subtipos de explosivos com diferentes desempenhos.



4 - Explosivos Modernos

Os modernos explosivos de detonação incluem o Nitropenta - **PETN**, que é usado em espoletas e cordel detonante; o **RDX** (também conhecido como ciclonite), o qual é combinado com outros explosivos e cera para produção dos conhecidos explosivos plásticos; Nitrato de Amônio - **NH₄NO₃**, um explosivo de baixa velocidade de detonação que é usado quando se deseja um esforço de lançamento no lugar de um efeito de brisância (estilhaçamento); e anatól, uma mistura de **NH₄NO₃** com **TNT** que é usado como carga de rebentação.

Explosivos são usados em uma variedade de aplicações civis e militares. A construção de túneis, abertura de clareiras e abertura de minas a céu aberto e subterrâneas, empregam grande quantidade de explosivos. Eles são usados como propelentes para armas de fogo e foguetes, como carga de rebentação de bombas, minas, projéteis de artilharia, torpedos, granadas de mão e em trabalhos gerais de engenharia e de demolição. Na metalurgia metais podem ser prensados, moldados, estrudados ou soldados por meio de explosões, e novas ligas metálicas tem sido criadas por este método. Explosivos também são usados na produção de poeira de diamante a partir do grafite.

5 - Explosivo Tipo Lama (SLURRY) [Urbansky,1984], [Kaye, S & Herman, H,1980].

Nos últimos trinta anos houve um rápido crescimento no uso dos explosivos gel-aquáticos, também chamados de explosivo tipo Lama ou Slurry. Inicialmente empregados nas minerações de metais, a lama, teve sua aplicação difundida para outros tipos de minerações. A rápida aceitação pelo mercado das minerações se deve principalmente as seguintes características apresentadas pelas lamas explosivas:

- a) Resistente a água, isto é, pode ser aplicada em furos na presença de água, pois apresenta na sua composição um percentual significativo de **H₂O**.

- b) Não provoca cefaléia, característica encontrada nos explosivos a base de nitroglicerina, que é um vaso dilatador.
- c) Baixo custo quando comparado aos explosivos nitroglicerinaados.
- d) Segurança no manuseio, armazenagem e transporte.
- e) Reduz a formação dos gases tóxicos provocados pela explosão.

Diversas são as patentes existentes de explosivos tipo **Slurry**, porém basicamente compõem-se de Nitrato de Amônio NH_4NO_3 , Nitrato de Sódio NaNO_3 , Nitrato de Cálcio $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, Trinitrotolueno **TNT**, **Goma Guar**, Água H_2O e Alumínio **AL**.

ANEXO B

Definições[JURAN, J, 1993].

Fator (Variável independente): Um “fator” é uma das variáveis controladas ou não que exercem influência sobre a resposta (variável dependente) que está sendo estudada no experimento. Um fator pode ser quantitativo. Por exemplo a temperatura em graus, o tempo em segundos. Um fator pode, também, ser qualitativo, por exemplo ter diferentes máquinas, diferentes operadores, interruptor ligado ou desligado.

Nível: Os “ Níveis ” de um fator são os valores do fator examinados no experimento. Para os fatores quantitativos, cada valor escolhido constitui um nível, isto é, se o experimento deve ser conduzido em quatro temperaturas diferentes, então o fator “ temperatura ” possui quatro “ níveis ”. No caso dos fatores qualitativos, “ o interruptor ligado ou desligado ” representa dois níveis para o fator interruptor. Caso esteja sendo utilizada seis máquinas por três operadores, então o fator “ máquina ” tem seis níveis, enquanto o fator “ operador ” tem três níveis.

Tratamento: Um “ Tratamento ” é um nível atribuído a um fator único durante um experimento, por exemplo, a temperatura a 800 graus. Uma “combinação de tratamentos” é o conjunto de níveis para todos os fatores num dado ensaio. Por exemplo, um experimento utilizando temperatura de 800 graus, máquina 3, operador A, e interruptor desligado constituir-se-ia numa combinação de tratamentos.

Unidades Experimentais: As “ Unidades Experimentais ” consistem em objetos, materiais ou unidades aos quais se aplicam tratamentos. Podem ser entidades biológicas, materiais naturais, produtos manufaturados, etc.

Ambiente Experimental: O “ Ambiente Experimental ” compreende as condições que podem vir a influenciar os resultados do experimento de modo conhecido ou desconhecido.

Bloco: Um fator num experimento que exerce influência como fonte de variabilidade é chamado “ bloco ”. A palavra deriva de seu antigo uso na agricultura, na qual os blocos de terra eram as fontes de variabilidade. Um bloco é uma porção do material experimental que apresenta uma probabilidade maior de homogeneidade em si mesma do que entre porções diferentes. Por exemplo, amostras de um único lote de material têm maior probabilidade de serem uniformes do que amostras de lotes diferentes. Um grupo de amostras de um único lote é considerado um bloco. As observações feitas num mesmo dia têm maior probabilidade de homogeneidade (variação menor) do que observações feitas por dias a fio, “dias” torna-se, então, um fator de blocagem.

Planejamento de Experimento: O plano formal para a condução do experimento é chamado “planejamento de experimento”, “delineamento de experimento” ou “ modelo experimental”. Ele inclui a escolha de respostas, fatores, níveis, blocos e tratamentos, além da utilização de determinadas ferramentas como agrupamento planejado, aleatorização e replicação.

Aleatorização: A seqüência de ensaio e/ou a atribuição de amostras a diferentes combinações de tratamento de maneira puramente casual é denominada “Aleatorização”. Tal atribuição aumenta a probabilidade de que o efeito de variáveis incontroláveis seja eliminado. Também aprimora a validade das estimativas da variância dos erros experimentais e torna possível a aplicação de testes estatísticos de significância, além da construção de intervalos da confiança. Sempre que possível, a aleatorização deve fazer parte do experimento.

Replicação: A “ Replicação ” é a repetição de uma observação ou medição de forma a aumentar a precisão ou fornecer os meios para medir a precisão. Proporciona uma oportunidade para que se eliminem os efeitos de fatores incontroláveis ou de fatores desconhecidos pelo experimentador e assim, com a aleatorização, atua como ferramenta diminuidora de tendências. A replicação também ajuda a detectar erros graves nas medições. Nas replicações de grupos de experimentos, utiliza-se diferentes aleatorizações para cada grupo.

ANEXO C

Ensaio: Experiência realizada com os fatores em níveis preestabelecidos. Qualquer mudança em um nível de um fator caracteriza um novo ensaio.

Exemplo

Experimento: Conjunto de ensaios diferentes, definidos segundo um padrão, com aleatorização e definição das respostas desejadas.

Exemplo: Fatores, X ou Y, com um nível determinado (exemplo, nível de concentração é melhor, 20% ou 40%, e qual a temperatura ideal para o processo, 140°C ou 180°C) (BOX, H & HUNTER, 1978).

Exemplo 2

Podemos então utilizar um experimento com três fatores (catalisador, concentração e temperatura), $K=3$ e dois níveis, perfazendo um total de $2^3 = 8$ ensaios. Os níveis superiores (+) são Y, 40% e 180°C e os níveis inferiores (-) são X, 20% e 140°C respectivamente para o catalisador, a concentração e a temperatura, conforme a tabela C.1.

Fatorial/fator	A	B	C	AB	AC	BC	ABC	Med	resposta(Z)
									%
1	-	-	-	+	+	-	-	+	40
2	+	-	-	-	-	+	+	+	71
3	-	+	-	-	+	-	+	+	54
4	+	+	-	+	-	-	-	+	66
5	-	-	+	+	-	-	+	-	50
6	+	-	+	-	+	-	-	+	83
7	-	+	+	-	-	+	-	+	65
8	+	+	+	+	+	+	+	+	80

Tabela C.1 - Modelo de planejamento para o experimento do exemplo 1.

Então, conforme a Tabela C.1 acima, podemos ver os fatores são representados pelas letras maiúsculas A (concentração), B (temperatura) e C (catalisador), os níveis

ANEXO C

Exemplos

Exemplo 1: Deseja-se saber quais entre 2 catalisadores, X ou Y, usar em uma determinada reação, qual concentração é melhor, 20% ou 40%, e qual a temperatura ideal para o processo, 160°C ou 180°C [BOX, H & HUNTER, 1978].

Pode-se então utilizar um experimento com três fatores (**catalisador, concentração e temperatura**), $K=3$ e dois níveis, perfazendo um total de $2^3 = 8$ ensaios. Os níveis superiores (+) são Y, 40% e 180° C e os níveis inferiores (-) são X, 20% e 160° C respectivamente para o catalisador, a concentração e a temperatura, conforme a tabela C.1.

Ensaio/fator	A	B	C	AB	AC	BC	ABC	Méd	resposta(Z) %
1	-	-	-	+	+	+	-	+	60
2	+	-	-	-	-	+	+	+	72
3	-	+	-	-	+	-	+	+	54
4	+	+	-	+	-	-	-	+	68
5	-	-	+	+	-	-	+	+	52
6	+	-	+	-	+	-	-	+	83
7	-	+	+	-	-	+	-	+	45
8	+	+	+	+	+	+	+	+	80

Tabela C.1 - Matriz de planejamento do experimento do exemplo 1.

Esclarecendo a Tabela C.1 acima, notamos que os fatores são representados pelas letras maiúsculas A (temperatura), B (concentração) e C (catalisador), os níveis

são quantitativos para os fatores **A** (160°C e 180°C) e **B** (20% e 40%) e são qualitativos para o fator **C** (catalisador X e catalisador Y) e os níveis são representados pelos sinais (+) e (-), daí temos que: o ensaio 7 será realizado com o fator **A** - Temperatura, no nível menos, isto é, 160° C, o fator **B** - Concentração, no nível mais, isto é, 40 % e fator **C** - Catalisador, no nível mais, isto é catalisador Y. Na coluna resposta (**Z**) é apresentado o rendimento da reação. Aplicando a equação (2.1), para o cálculo do efeito principal de **A** obtemos :

$$A = {}_A \bar{Z}_+ - {}_A \bar{Z}_- = \frac{72 + 68 + 83 + 80}{4} - \frac{60 + 54 + 52 + 45}{4} = 75,75 - 52,75 = 23$$

A Tabela C.1 apresenta os sinais correspondentes aos efeitos principais e também os sinais correspondentes as interações. Nota-se que os sinais das colunas das interações originou-se do produto dos sinais das colunas dos efeitos principais da referida interação, isto é, o ensaio número 1, por exemplo, tem o fator **A** no nível (-) , o fator **B** no nível (-) o fator **C** o nível (-) , em conseqüência a interação **AB**, (-) com (-) , será (+) e a interação **ABC**, (-) com (-) com (-) , será (-) , e assim sucessivamente, para os outros ensaios. No exemplo 1, para o cálculo do efeito de interação **ABC**, usando também a equação (2.1), temos:

$$ABC = {}_{ABC} \bar{Z}_+ - {}_{ABC} \bar{Z}_- = \frac{72 + 54 + 52 + 80}{4} - \frac{60 + 68 + 83 + 45}{4} = 64,5 - 64 = 0,5$$

Para o cálculo da média, usando a equação (2.2), obtemos:

$$M = \frac{60 + 72 + 54 + 68 + 52 + 83 + 45 + 80}{8} = 64,25$$

Efeito	Estimativa
A	23,0
B	-5,0
C	1,5
AB	1,5
AC	10,0
BC	0,0
ABC	0,5
M	64,25

Tabela C.2 - Estimativa dos efeitos do exemplo 1.



Exemplo 2 - Neste exemplo os pesquisadores desejam otimizar um procedimento analítico para determinar traços de molibdênio (Mo) em plantas. Fruto da experiência dos pesquisadores, foram escolhidos dentre os fatores existentes quatro considerados de maior importância: H_2SO_4 (Fator A), KI (Fator B) e H_2O (Fator C) além do tempo de reação (Fator D) dessas espécies com o Mo [BARROS, B, SCARMINIO, B & BRUNS, R, 1995]. Os níveis dos fatores estão estabelecidos na tabela C.2.

Fator/Nível	-	+	Unidades
A	0,16	0,32	Molalidade
B	0,015	0,030	Molalidade
C	0,0020	0,0040	Molalidade
D	90	130	Segundos

Tabela C.3 - Níveis dos fatores do exemplo 2.

Para executar o planejamento fatorial completo é preciso fazer $2^4=16$ ensaios.

Consultando a tabela 2.7 verificamos que para $K=4$ temos também a possibilidade de realizar um experimento fatorial fracionário com $N=2^{4-1}=2^3=8$ ensaios que se enquadra nas possibilidades do momento. Ainda verificamos na tabela 2.7 que o

vetor de sinais mais e menos associados a interação **ABC** será utilizado para definir os níveis do fator **D**.

Ensaio\Fator	A	B	C	D	Resposta (x 1000)
1	-	-	-	-	52
2	+	-	-	-	61
3	-	+	-	-	124
4	+	+	-	-	113
5	-	-	+	-	85
6	+	-	+	-	66
7	-	+	+	-	185
8	+	+	+	-	192
9	-	-	-	+	98
10	+	-	-	+	86
11	-	+	-	+	201
12	+	+	-	+	194
13	-	-	+	+	122
14	+	-	+	+	139
15	-	+	+	+	289
16	+	+	+	+	286

Tabela C.4 - Matriz de planejamento de um experimento fatorial completo 2^4

No intuito de melhor ilustrar o experimento fatorial fracionário vamos supor que existam dois grupos de pesquisadores e que o primeiro realizou o experimento fatorial completo, conforme tabela C.4 e cujo os resultados dos efeitos foram colocados na tabela C.5. O segundo grupo realizou o experimento fatorial fracionário conforme tabela C.6 e os resultados foram colocados na tabela C.7.

A matriz apresentada na tabela C.4, do experimento fatorial fracionário 2^{4-1} foi obtida a partir da tabela 2.7, onde a relação de sinônimos apresentada é $D=\pm ABC$. Para obtenção dos demais contrastes multiplicamos ambos os termos da expressão por **D**,

assim temos que, $DD = \pm ABCD$ ou $D^2 = \pm ABCD$. Agora adota-se a regra de se substituir o símbolo que aparece ao quadrado por um I, a identidade, um símbolo equivalente ao numeral 1. Tem-se agora a relação geradora $I=ABCD$. Para o contraste do efeito principal de A devemos multiplicar ambos os termos por A, daí $A=BCD$, para B, teremos $B=ACD$, para CD, $CD = AB$ e assim por diante, pois $I.CD=ABCD.CD$. $\Rightarrow CD=ABC^2D^2=ABII=AB$, e assim por diante [BOX, H & HUNTER, 1978], [BARROS, B, SCARMINIO, B & BRUNS, R, 1995].

Fator	Estimativa do Efeito	Erro
A	- 2,38	$\pm 4,9$
B	109,38	$\pm 4,9$
C	54,38	$\pm 4,9$
D	67,13	$\pm 4,9$
AB	- 1,13	$\pm 4,9$
AC	2,88	$\pm 4,9$
AD	1,13	$\pm 4,9$
BC	25,63	$\pm 4,9$
BD	21,88	$\pm 4,9$
CD	9,88	$\pm 4,9$
ABC	2,63	$\pm 4,9$
ABD	- 2,63	$\pm 4,9$
ACD	5,38	$\pm 4,9$
BCD	0,13	$\pm 4,9$
ABCD	8,88	$\pm 4,9$
Média	143,31	$\pm 2,45$

Tabela C.5 - Estimativa dos efeitos de um experimento fatorial completo 2^4 .

Ensaio\ Fator	A	B	C	D	AB	AC	AD	BC	BD	CD	ABC	ABD	ACD	BCD	ABCD	Média	Resposta (x1000)
1	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+	+	52
2	+	-	-	+	-	-	+	+	-	-	+	-	-	+	+	+	86
3	-	+	-	+	-	+	-	-	+	-	+	-	+	-	+	+	201
4	+	+	-	-	+	-	-	-	-	+	-	-	+	+	+	+	113
5	-	-	+	+	+	-	-	-	-	+	+	+	-	-	+	+	122
6	+	-	+	-	-	+	-	-	+	-	-	+	-	+	+	+	66
7	-	+	+	-	-	-	+	+	-	-	-	+	+	-	+	+	185
8	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	286

Tabela C.6 - Matriz de planejamento de um experimento fatorial fracionário 2^{4-1} .

Fator	Sinônimo	Estimativa do Efeito
A	\pm BCD	-2,25
B	\pm ACD	114,75
C	\pm ABD	51,75
D	\pm ABC	69,75
AB	\pm CD	8,75
AC	\pm BD	24,75
AD	\pm BC	26,75
Média	\pm ABCD	138,88

Tabela C.7 - Estimativa dos efeitos de um experimento fatorial fracionário 2^{4-1} .

Analisando a tabela C.5 (Estimativa dos efeitos de um Experimento Fatorial Completo 2^4), verificamos que o fator que mais influência tem no resultado pesquisado é o fator **B** e que o resultado é diretamente proporcional ao mesmo. Na seqüência de maior significância temos os fatores **D**, **C** e **A** sendo que este último é inversamente proporcional ao resultado. Com relação as interações de 2ª ordem notamos que aquelas

em que o fator **B** participa são as mais significativas e naquelas em que o fator **A** participa são as menos significativas, notamos também que as interações de 2ª ordem tendem a ser menores que os efeitos principais. Com relação as interações de 3ª ordem observamos que estas apresentam resultados inferiores as interações de 2ª ordem, e conseqüentemente, menores que os efeitos principais. Podemos afirmar que a medida que aumenta a ordem da interação diminui a sua significância no resultado pesquisado.

Passamos agora a analisar os resultados para os contraste apresentados na tabela C.7 (Estimativa dos efeitos de um Experimento Fatorial Fracionário 2^{4-1}). Verificamos que o fator que mais influência tem no resultado pesquisado é o fator **B** e que o resultado é diretamente proporcional ao mesmo. Na seqüência de maior significância temos os fatores **D**, **C** e **A**, sendo que este último é inversamente proporcional ao resultado, no entanto, apesar das conclusões tiradas da análise destes resultados serem as mesmas que aquelas tiradas da análise da tabela C.5 (Estimativa dos efeitos de um Experimento Fatorial Completo 2^4), os resultados são diferentes. Isto ocorre face a utilização de sinônimos, isto é, colunas que apresentam a mesma seqüência de sinais na sua definição. Podemos observar, na tabela C.6, que os sinais utilizados na caracterização do fator **B** são os mesmos utilizados para caracterizar a interação de 3ª ordem **ACD**. Temos então na tabela C.7, o resultado do cálculo de um fator (ou interação) mais ou menos uma interação (sinônimo). Assim no caso do fator **B**, temos na realidade o contraste do fator **B** mais ou menos a interação de 3ª ordem **ACD**. Como foi observado anteriormente que o valor das interações de ordem mais elevadas tendem a ser mais desprezíveis, podemos afirmar que o contraste apresentado deve-se, basicamente, a significância do fator **B**.

Na fração 2^{4-1} os contraste não misturam efeitos principais com interações de dois fatores, e sim com interação de 3ª ordem, que são menos significativas do que aquelas. Fica fácil, observando as tabelas C.5 e C.7, constatar que os resultados dos efeitos principais comparados com os seus contrastes são bastantes aproximados. Confirmando a hipótese de que as interações de 3ª ordem são mesmo desprezíveis. Entretanto, os resultados apontados pelos contrastes para as interações de 2ª ordem são na realidade o somatório de 2 sinônimos de 2ª ordem, ficando desta forma

comprometida a análise destas interações. Dizemos assim que o experimento tem sua resolução comprometida.

A resolução do experimento está relacionada na ordem das interações utilizadas no contraste com os efeitos principais, ou seja, é determinada pela relação geradora do fatorial. O Número de fatores que compõem o termo mais curto presente nessa relação é, por definição, a resolução do planejamento.

No nosso exemplo de um experimento fatorial fracionário 2^{4-1} , temos como contrastes para os efeitos principais interações de 3ª ordem, isto é, relação geradora $I = ABCD$ ou seja de resolução IV, cuja notação passa a ser experimento fatorial fracionário 2^{4-1}_{IV} , sendo a base a indicação do número de níveis utilizados, o expoente a indicação do número de fatores empregados e a fração utilizada no experimento e o índice em algarismo romano, quando houver, a indicação da resolução do experimento, se o mesmo for fracionário.

Exemplo 3 - Vamos supor que um pesquisador esteja investigando um determinado processo de fabricação que envolve sete fatores. Então, num primeiro estágio, opta por um planejamento fatorial fracionário do tipo 2^{7-4} o que exige a realização de 8 ensaios. Após a realização dos ensaios e a análise dos resultados, ele seleciona os 2 fatores que mais influenciam no rendimento do processo. Estes fatores (variáveis) são a concentração de um reagente e sua velocidade de agitação. Nosso pesquisador resolve então fazer um experimento de confirmação o que lhe permitirá uma investigação da superfície de resposta em torno das condições estabelecidas para funcionamento do processo, usando um planejamento fatorial completo 2^2 com réplica no ponto central (figura C.1). Este experimento é chamado de experimento cubo e tem 3 ensaios no ponto central.

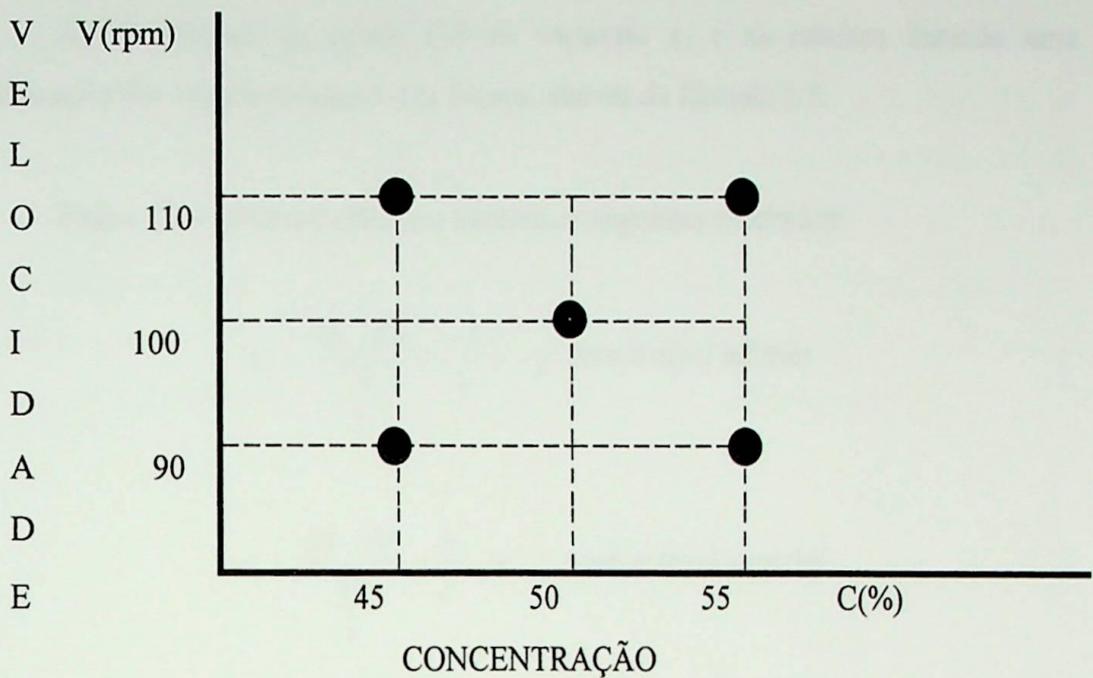


Figura C.1 - Experimento fatorial 2^2 com réplica no ponto central

Com o ponto central teremos 3 níveis de variáveis e não somente dois, o que nos permitirá verificar se há ou não falta de ajuste para um modelo linear, pois com apenas dois níveis esta verificação seria impossível.

A tabela C.8 mostra a matriz de planejamento do experimento e os rendimentos observados em cada combinação de níveis (em cada ensaio). Ao todo foram realizados sete ensaios, sendo três deles repetições no ponto central.

Ensaio	C(%)	V (rpm)	x_1	x_2	Y (%)
1	45	90	-1	-1	69
2	55	90	1	-1	59
3	45	110	-1	1	78
4	55	110	1	1	67
5	50	100	0	0	68
6	50	100	0	0	66
7	50	100	0	0	69

Tabela C.8 - Matriz de planejamento do experimento 2^2 (cubo com réplica no ponto central (50,100)).

Ao incluirmos na tabela C.8 as variáveis x_1 e x_2 estamos fazendo uma codificação dos valores originais dos fatores, através da fórmula 2.7.

Para o fator concentração (x_1) teremos os seguintes resultados:

$$x_1 = \frac{45 - 50}{\frac{10}{2}} = \frac{-5}{5} = -1 \quad \text{para o nível inferior}$$

$$x_1 = \frac{55 - 50}{\frac{10}{2}} = \frac{5}{5} = 1 \quad \text{para o nível superior}$$

$$x_1 = \frac{50 - 50}{\frac{10}{2}} = \frac{0}{5} = 0 \quad \text{para o nível médio}$$

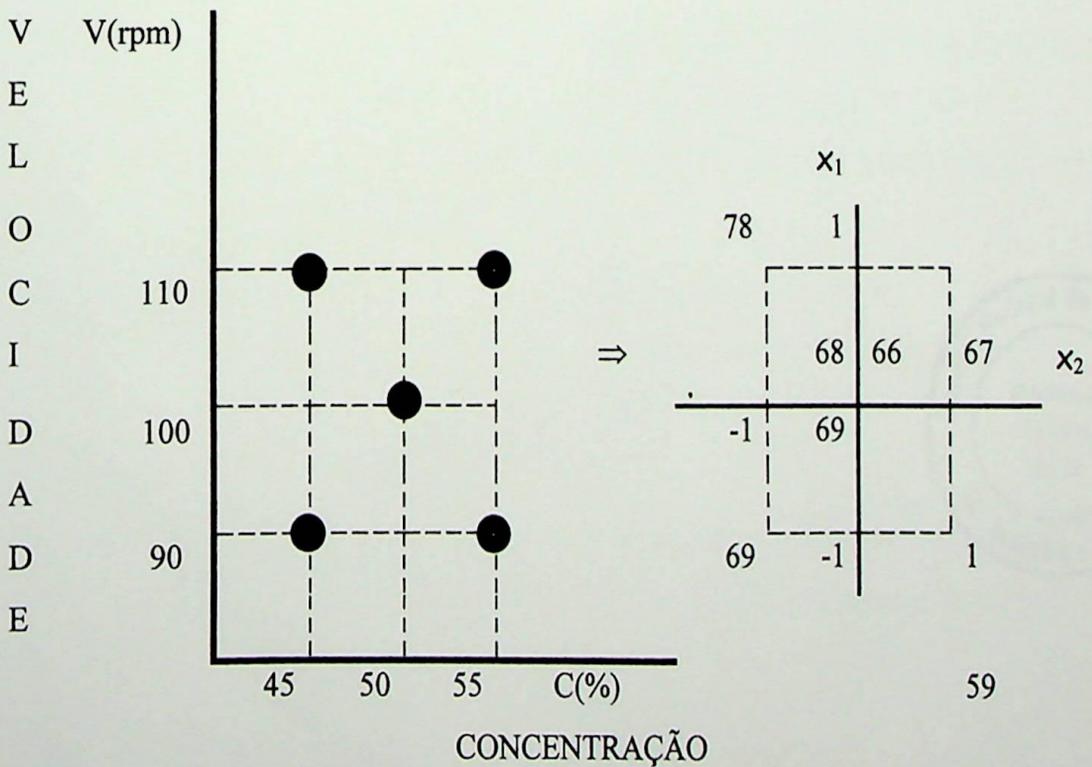


Figura C.5 - Deslocamento de origem para o ponto central através da codificação das unidades

Essa codificação, na prática, leva a origem do eixo da concentração para o valor médio de 50%, e modifica a escala que passa cada unidade de x_1 a valer 5% de concentração sendo a diferença de -1 para 1 igual a 2 unidades que representam 10% de concentração. Quando a variável for qualitativa (catalisador X ou Y) a origem ficará a meio caminho entre X e Y, como se fosse o nível zero, sem qualquer significado físico porém algebricamente podemos representar essa codificação na figura C.2, onde x_1 e x_2 são as variáveis concentração (%) e velocidade (rpm) após a codificação.



Referências Bibliográficas

- BENÍCIO DE BARROS,
IEDA SPACINO SCARMINIO &
ROY EDWARD BRUNS
Planejamento e Otimização de
Experimentos, Editora UNICAMP,
1995.
- BOX, HUNTER & HUNTER
Statistics for Experimenters (An
Introduction to design, Data
Analysis, and Model Building)
John Wiley & Sons, 1978.
- CHARLES LIPSON &
NARENDRA J. SHETH
Statistical Design and Analysis of
Engineering Experiments, Mcgraw-Hill
Book Company, 1973.
- JURAN, J.M
Controle da Qualidade, Métodos Especiais
de Apoio à Qualidade, Volume VII,
MAKRON Books do Brasil, Editora, 1993.
- MONTGOMERY, D. C.
Designs and Analysis of
Experiments. John Wiley & Sons,
1984.
- PAUL L. MEYER
Probabilidade: Aplicações à Estatística,
Editora Livros Técnicos e Científicos S.A,
1984.
- PHILLIP J. ROSS
Aplicações das Técnicas Taguchi
na Engenharia da Qualidade, Editora
Makron, MacGraw-Hill Ltda, 1991.
- SEYMOUR M. KAYE &
Encyclopedia of Explosives and Related

- HENRY L. HERMAN
 Itens - Vol 9 - U S Army Research and
 Development Command Large Caliber -
 Weapon Systems Laboratory - Dover
 New Jersey - 1980
- T. URBANSKI, TADEUZS
 Chemistry and Technology of Explosives
 Pergamon Press Book LTD - Vol 4 - 1984
- WERKEMA, MARIA CRISTINA
 CATARINO & SILVIO AGUIAR
 Planejamento e Análise de
 Experimentos: como identificar
 as Principais Variáveis Influentes em um
 Processo, Editora Eletrônica - Azul
 Computação Gráfica Ltda - 1996.
- WONNACOTT, T. H. &
 WONNACOTT, R.J
 Introdução à Estatística. LTC
 - Livros Técnicos e Científicos,
 Editora S.A, 1980.

BIBLIOGRAFIA COMPLEMENTAR

- A. I. KHURI
 Response Surface Models with Randon
 Block Effects, Technometrics, February
 1992, Vol. 34, No1.
- COSTA, BOLDRINI &
 WELTZLER, FIGUEIREDO
 Álgebra Linear, Editora Harper & Row
 do Brasil, 1980.
- DEVID E. COLEMAN,
 DOUGLAS & MONTGOMERY
 A systematic Approach to Planing for
 a Designed Industrial Experiment,
 Technometrics, February 1993, Vol. 35,
 No. 1.
- G. GEOFFREY VINING,
 A Grafical Approach for Evaluating

- RAYMOND H. MYERS
Response Surface Designs in terms of
the Mean Squared Error of Prediction,
Technometrics, August 1991, Vol 33, No 3
- LAPPONI, JUAN CARLOS
Estatística usando EXCELL, Lapponi
Treinamento e Editora Ltda 1995
- MICHAEL J. MAZU
Product Improvement Trough Desing of
Experiment, ASQC 50th Annual Quality
Congress Procedings, 1993.
- STATSOFT, INC
STATISTICA FOR WINDOWS,
REALISE 4.3, 1993.
- SPIEGEL, MURRAY R.
Estatística, Editora Mkron, MacGrae-Hill
do Brasil Ltda, 1974.
- STIG O. OLOFSSOH
Applied Explosives Technology for
Construction and Minig - Ärla - Sweden
- June 1990.