

Viabilidade de uso do delineamento composto central

Nazaré Barata Mateus^{1*}, Décio Barbin² e Armando Conagin³

¹Departamento de Estatística, Universidade Estadual de Maringá, Av. Colombo, 5790, 87020-900, Maringá, Paraná, Brasil.

²Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo. ³Instituto Agronômico de Campinas. *Author for correspondence.

RESUMO. O delineamento composto central é um delineamento simétrico e de segunda ordem, constituído de duas partes: o fatorial 2^k , com um ou mais pontos centrais, e a parte axial. O objetivo deste trabalho foi o de verificar, com simulações, a viabilidade do uso desse tipo de delineamento nas áreas de pesquisas de campo, como em Agronomia; em laboratórios de Fitopatologia, Virologia e Entomologia, em pesquisas onde o coeficiente de variação não é superior a 6%; e na indústria química, com coeficiente de variação abaixo de 3%. Através das simulações, verificou-se que seu uso não é conveniente em áreas de pesquisa, cujo coeficiente de variação seja superior a 6%, quando se buscam estimativas de resposta e dos pontos ótimos e também em pesquisas de campo, como na Agronomia, mesmo quando se repetem todos os tratamentos, pois se observam muitas respostas e pontos bem longe do esperado.

Palavras-chave: delineamento composto central, delineamento de segunda ordem, superfície de resposta.

ABSTRACT. Viability of center composite design. The center composite design is symmetrical, of second order, and constituted of two parts: the factorial 2^k , with one or more central points, and the axial. The aim of this research has been to verify, through simulations, the design type in field experiments, for instance, in Agronomy; in laboratory bioassays in Phytopathology, Virology and Entomology with variation coefficient not superior to 6%; and in chemical industry experiments with variation coefficient inferior to 3%. It has been verified that its use is not recommended when variation coefficient is over 6% when best points are expected; likewise, in field research, even with repetition of treatments, since responses and points do not meet expected values.

Key words: center composite design, design of second order, response surface.

A partir de delineamentos de tratamentos mais complexos, que utilizam todas as combinações dos fatores em estudo, várias tentativas têm sido feitas para redução do número de pontos experimentais, através de técnicas como a de confundimento e de repetição fracionada. Além destas técnicas, com o objetivo da redução do número de pontos experimentais, foi criada a técnica que utiliza os delineamentos compostos. Eles foram desenvolvidos, inicialmente, por Box e Wilson (1951) para estudo de funções polinomiais de resposta na indústria, onde o erro experimental, em geral, é bem pequeno, e as condições do experimento são mais facilmente controláveis. Nessas condições, é comum repetir apenas um tratamento, no caso, o relativo ao ponto central. Posteriormente, foram adaptados a outros ramos da ciência. Várias modificações têm sido propostas tendo como base os delineamentos compostos centrais e não centrais.

Dentre os delineamentos padrões, o Delineamento Composto Central (DCC) é considerado um delineamento ótimo. De acordo com Atkinson e Donev (1992), os delineamentos compostos pertencem a uma família de delineamentos eficientes, os quais requerem poucos ensaios para sua realização. Quanto às medidas de eficiência, Lucas (1976) e Donev e Atkinson (1988), mostram que o DCC se comporta bem de acordo com os critérios D e G de otimização.

Além disso, ele possui características interessantes para a busca do ponto que dê a resposta ótima, que são: um número menor de tratamentos em relação aos fatoriais completos e pode ser realizado seqüencialmente, de forma a caminhar no sentido da otimização do sistema, isto é, através da execução de uma parte do experimento (aplicando experimentos fatoriais 2^k ou fração-experimento de primeira ordem) através da "técnica do caminhamento ascendente ótimo (steepest ascent)".

Isso consiste em chegar à região que contém o ótimo e, então, comparar a parte do delineamento, que consiste dos pontos axiais, com o objetivo de avaliar a parte curvilínea aí existente, de forma a chegar à solução ótima, que maximiza os resultados do sistema.

Esta última característica é uma das mais interessantes do delineamento, pois, segundo Montgomery e Myers (1995) e Khury e Corneli (1987), a maioria das aplicações da metodologia de superfície de resposta é de natureza seqüencial.

O objetivo deste trabalho, apresentado na forma de dissertação (Mateus, 2001), foi o de verificar, através de simulações, a viabilidade do uso desse tipo de delineamento nas áreas de pesquisas de campo, como em Agronomia, em que o coeficiente de variação muitas vezes é superior a 10%; em laboratórios de Fitopatologia, Virologia e Entomologia, em pesquisas onde o coeficiente de variação não é superior a 6%; e na indústria química, com coeficiente de variação abaixo de 3%.

Inicialmente, em um trabalho de pesquisa, buscam-se quais fatores ou variáveis prováveis são importantes no estudo de superfície de resposta. Isto conduz, normalmente, a um delineamento experimental que relacione esses fatores com o objetivo de eliminar as variáveis sem importância. Este tipo de experimento é chamado de experimento de “filtragem” - “screening experiment” (escolha das variáveis que são importantes na análise e descartar as que não têm influência na resposta que se pretende estudar). Além disso, é necessário definir a região que contém o ótimo. É esta a situação que torna o DCC um delineamento bastante interessante.

Duas situações distintas podem ocorrer, segundo Myers (1971): o caso em que a região experimental usada é na vizinhança do ótimo e aquele em que o ótimo real está longe da região experimental.

Na prática, porém, o pesquisador espera que esta última situação não ocorra. Neste caso, o pesquisador prudente certamente planejaria sua pesquisa de forma que os ensaios estivessem na região experimental na qual ele acha que o ótimo esteja localizado. Entretanto, ele poderia iniciar seu trabalho com completa ignorância a respeito da região adequada e, então, poderia desenvolver um plano experimental de forma a caminhar de uma região distante do verdadeiro ótimo para a região que contivesse as condições desejáveis. Como muitas pesquisas demandam tempo e muitas vezes o número de ensaios é grande, isto, na maioria das vezes, torna essas pesquisas inviáveis em termos econômicos.

De acordo com Davies (1954), nem sempre é possível a pesquisa de uma região completa, principalmente quando o erro experimental é muito grande, pois é necessário um grande número de ensaios para se obter a precisão adequada para a exploração da região completa, a qual é muito grande. Já no caso em que o erro experimental se torna pequeno, como por exemplo, nas pesquisas em laboratórios ou certos tipos de processos na indústria, onde essas condições que afetam o experimento podem ser controladas dentro de pequenos intervalos, é possível o estudo em uma pequena região. Logo, apresentando-se esta situação (erro experimental pequeno) e o pesquisador não conhecendo a vizinhança do ótimo, não é necessário explorar toda região que contém esse ótimo. Basta, através de experimentos seqüenciais, descobrir a região vizinha que contém esse ponto.

Sabendo-se que o delineamento composto central (DCC) possibilita ao pesquisador, para um determinado número de fatores, escolher entre os tipos ortogonais, não ortogonais e/ou rotacionais permitindo ainda a sua divisão ortogonalmente em blocos, bem como se poder trabalhar com um número bem menor de combinações entre fatores com seus respectivos níveis do que os fatoriais completos, este trabalho tem como um dos objetivos, tentar mostrar, através da revisão bibliográfica, que se trata de um delineamento bastante flexível.

Batista (1976) verificou também que os experimentos fatoriais constituídos por muitos tratamentos proporcionam maior número de graus de liberdade para a estimativa do desvio do modelo, o qual, na maioria das vezes, não é significativo.

Haaland (1989), na área de Biotecnologia, dentro de imunologia, diz que, no desenvolvimento de anticorpos monoclonais, é comum a escolha do conjunto de variáveis baseada na experiência e preferência pessoal. Contudo, com o fim de viabilidade comercial da produção destes anticorpos, é necessária uma aproximação que otimize o processo de produção. Segundo este autor, muitas variáveis com seus níveis requerem muitas unidades experimentais, devido à complexidade do processo que, no caso, é fisiológica e implica que os resultados experimentais sejam objeto de variabilidade inerente. Quando diz isto, o autor está fazendo referência ao uso de unidades como ratos, por exemplo, os quais devem ser preparados, e isto significa que, muitas vezes, do início do processo até a obtenção do resultado experimental, é demandado certo tempo, além da necessidade de alojá-los e alimentá-los adequadamente. Podem decorrer até várias semanas,

o que torna caro o processo de produção de anticorpos neste tipo de experimento. Portanto, segundo ele, há necessidade, primeiro, de uma “filtragem”, ou seja, da escolha das variáveis realmente importantes para otimização do processo e, segundo, da necessidade de poucos pontos experimentais para análise das respostas. Em suas aplicações, Haaland (1989) indica, para escolha de fatores, o fatoriais 2^k ou 2^{k-p} e, para análise de superfície de resposta, o delineamento composto central, o delineamento cubo de face centrada (o DCC de $\alpha = 1$) e o delineamento Box-Behnken; e para cada um, ele indica o número de pontos centrais adequados.

Segundo Jorge e Freitas (1987), embora tenham sido criadas extensões do DCC, aumentando-se os pontos, para ensaios agrônomicos, a utilização deste delineamento, em preferência aos fatoriais, foi questionada por Yates (1951). Pois, embora se concorde com as vantagens dos delineamentos de Box sobre os fatoriais, tais como o menor número de unidades experimentais, a adaptabilidade à experimentação seqüencial, a menor sensibilidade a afastamentos do modelo assumido para a superfície de resposta, ele diz, segundo estes autores, que essas vantagens só seriam relevantes na experimentação industrial, onde os erros são pequenos.

Também, Draper e Herzberg (1968), ao se referirem aos muitos delineamentos compostos disponíveis para estudo de superfícies de respostas, comentam que alguns eram já freqüentemente usados, na prática, enquanto outros tinham ainda somente interesse teórico; entretanto estes poderiam vir a ser úteis, no futuro, pois acreditam na possibilidade de se desenvolverem novas técnicas, com o objetivo de se alcançar um maior controle das condições envolvidas no experimento, tornando possível, assim, a obtenção do erro experimental o menor possível. E, se isso ocorrer, pode-se reformular os conceitos sobre o uso dos delineamentos compostos na pesquisa agrônômica. A maior dificuldade de um experimento de campo, em especial, o agrônômico, está em controlar as influências de vários fatores externos ao experimento, o que não se verifica na indústria, em especial a química, de fiação e outras.

É o valor de α que particulariza os DCCs, pois o mesmo pode ser escolhido para tornar os coeficientes de regressão ortogonais, ou para minimizar o desvio que resulta ser a forma verdadeira da superfície de resposta, se esta não for quadrática, ou para dar ao delineamento a propriedade de ser rotacional, isto é, todos os pontos são equidistantes do ponto central. A ortogonalidade

propicia a estimação independente para os coeficientes do modelo e a rotacionalidade propicia variâncias idênticas para pontos situados à mesma distância do centro, em qualquer direção.

De acordo com Atkinson e Donev (1992), o efeito dos pontos centrais faz diminuir a eficiência dos delineamentos como medida de otimalidade D. Os delineamentos, que o autor chama de Box-Draper, por terem as características de rotacionalidade e um número de 2 a 4 pontos centrais (na ausência de tornar o delineamento em blocos ortogonais), têm reduzidas as bordas da região experimental, permitindo assim a redução do efeito de viés dos termos de maior ordem que são omitidos do modelo, o que, segundo o autor, apesar de diminuir os custos, reduz a eficiência das medidas de otimalidade D ou G, pois o D-ótimo abrange a região experimental, pelo menos para os modelos lineares.

Haaland (1989) diz que, embora haja flexibilidade quanto ao número de pontos centrais, é necessário pelo menos um. Multiplicar este ponto é fortemente recomendado nos três tipos de delineamentos indicados por ele. Ainda, de acordo com este autor, os pontos centrais melhoram as estimativas dos efeitos quadráticos e possibilitam graus de liberdade adicionais para o erro. Além disso, os pontos centrais permitem informação extra quanto ao centro da região experimental, onde os melhores valores-resposta estão freqüentemente localizados.

Sanches *et al.* (1987) apontam que, na análise de um experimento utilizando superfície de resposta, com o objetivo de conseguir os níveis dos nutrientes que dão produção máxima, pode ocorrer que a função de produção estimada tenha ponto de sela. Neste trabalho, eles procuraram comparar vários delineamentos, todos utilizando apenas três fatores, entre eles, o fatorial 3^3 , os DCCs com $\alpha = 1,214$ e $\alpha = 2$, cada um com apenas um ponto central (15 pontos no total), o delineamento central com duas estrelas (α e 2α) e um ponto central ($\alpha = 0,704377838$) e o delineamento duplo central (dois cubos) com 29 pontos, um com $\alpha = 1,51$ e outro com $\alpha = 1$. Concluíram que, para os três primeiros delineamentos, o ponto máximo experimental (que é o ponto de maior valor da resposta estimada na região experimental), é ligeiramente mais próximo do ponto de máximo real, do que o ponto de máximo estimado (nos casos onde é encontrado).

Miranda (1976) faz um estudo de adubação de milho (usa o DCC 15 pontos, com $\alpha = 2$), comparando as superfícies de respostas e seus coeficientes, durante vários anos, em cinco regiões diferentes de São Paulo, e nota as respostas

diferentes para os mesmos experimentos e pontos fora da região estudada em determinados anos em que o experimento foi executado. Segundo este autor e Conagin *et al.* (1999), isto se deve a fatores, tais como, condições climáticas, propriedades físicas e químicas do solo, do estado de sanidade das plantas, de pragas e das técnicas de cultivos adotadas, o que torna o coeficiente de variação alto.

Mesmo o fatorial 3^3 , que é mais eficiente, Conagin *et al.* (1999) dizem que ocorre a obtenção de pontos de sela, o que dificulta a interpretação dos resultados experimentais com superfície de resposta.

Apesar das tentativas do uso do DCC em áreas de pesquisa, onde o erro experimental é alto, percebe-se, pelos trabalhos com ensaios agrônomicos de Miranda (1976), Conagin *et al.* (1999), Pereira e Perecin (1985), Pimentel Gomes e Campos (1972), Sanches *et al.* (1987), que, quando se ajusta uma superfície quadrática com o objetivo de buscar o ótimo, tem-se pouco sucesso, havendo a ocorrência, na maioria das vezes, de pontos de sela, ou até o aparecimento de pontos bem fora da região de interesse na pesquisa, mesmo quando se repetem todos os tratamentos. Tanto Miranda (1976) como Pimentel Gomes e Campos (1972) utilizaram-se de vários conjuntos de dados experimentais. Os outros trabalhos foram baseados em simulações de experimentos.

De acordo com estudos realizados por Perez Valdez (2000), os experimentos, para se obter a modelagem matemática da etapa fermentativa do processo de produção de vacina contra salmonelose bovinos, foram realizados utilizando os planejamento fatorial e planejamento composto central. Embora, de acordo com este autor, ambas as técnicas não sejam as mais adequadas, modelos de terceira ordem foram propostos, mostrando serem mais apropriados que os modelos de segunda ordem.

O objetivo deste trabalho é o de verificar até que ponto os três DCCs (considerados delineamentos ótimos) são adequados para estimar uma superfície de resposta levando-se em conta a variabilidade experimental.

Material e métodos

De acordo com estudos já efetuados por Pimentel Gomes e Campos (1972), Miranda (1976) entre outros, quanto maior as dificuldades de controle de um experimento, estes delineamentos em estudo não são viáveis.

Portanto, o que se quer neste trabalho é descobrir até que ponto ele pode ser usado de forma a se obter os resultados mais próximos da verdade. Para tanto, foram simulados experimentos para 3

fatores utilizando coeficientes de variação de 3%; 6%; 10%; 15% e 21%, de forma a abranger as áreas já citadas anteriormente. O modelo estimado é um elipsóide, cujo ponto ótimo é um ponto de ótimo. Para cada um desses coeficientes de variação, foram gerados experimentos utilizando três delineamentos, cada um com um ponto central, que são os seguintes:

- DCC com $\alpha = 1$;
- DCC ortogonal com $\alpha = 1,216$;
- DCC rotacional com $\alpha = 1,682$.

A superfície de resposta estimada é:

$$Y_u = \beta_0 + \beta_1 X_{1u} + \beta_2 X_{2u} + \beta_3 X_{3u} + \beta_{11} X_{1u}^2 + \beta_{22} X_{2u}^2 + \beta_{33} X_{3u}^2 + \beta_{12} X_{1u} X_{2u} + \beta_{13} X_{1u} X_{3u} + \beta_{23} X_{2u} X_{3u} + \varepsilon_u \quad (1)$$

onde X_{1u} , X_{2u} e X_{3u} são as variáveis referentes aos fatores;

β_0 (ponto de interseção),

$\beta_1, \beta_2, \beta_3$ (referentes aos efeitos lineares),

$\beta_{11}, \beta_{22}, \beta_{33}$ (referentes aos efeitos quadráticos),

$\beta_{12}, \beta_{13}, \beta_{23}$ (referentes aos efeitos de interação dupla), são os coeficientes de regressão obtidos pelo método de mínimos quadrados;

e

ε_u ($u = 1, \dots, 15$) é o erro experimental correspondente a Y , com distribuição $N(0, \sigma^2)$ e são não correlacionados.

Seja k o número de fatores a serem combinados e sejam os níveis codificados de cada variável (fatores) X_i : -1 e +1 na parte fatorial. Define-se o DCC como o conjunto constituído dos seguintes tratamentos:

(1, 1, ..., 1); (-1, 1, ..., 1); ...; (-1, -1, ..., -1)

totalizando $F = 2^k$ ou $F = 2^{k-p}$ (caso se tome um fatorial fracionado) combinações (tratamentos).

Adicionando-se a estes as $(2k + n_c)$ combinações: (0, 0, ..., 0), o conjunto de vetores nulos; e $(-\alpha, 0, \dots, 0)$; $(\alpha, 0, \dots, 0)$; $(0, -\alpha, \dots, 0)$; $(0, \alpha, \dots, 0)$; ...; $(0, 0, \dots, -\alpha)$; $(0, 0, \dots, \alpha)$, que são os $2k$ pontos axiais ou estrelas, tem-se um total de F pontos fatoriais, mais $2k$ pontos axiais e mais n_c pontos centrais.

Como visto na definição, o DCC é constituído basicamente de uma parte fatorial (ou fração de um fatorial) com dois níveis (que permite estimar todos os efeitos de primeiro grau e os efeitos das interações), e de pontos axiais ou estrela nos níveis $-\alpha$ e $+\alpha$ de cada fator para o nível médio dos demais fatores que partem de um ponto ou mais pontos localizados no centro do delineamento.

Segundo Montgomery e Myers (1995), a natureza seqüencial do delineamento torna-se óbvia.

Os pontos fatoriais representam um delineamento de variância ótima para o modelo de primeira ordem ou primeira ordem mais interação dupla.

O DCC é um delineamento que foi desenvolvido com o objetivo de permitir encontrar o ponto de resposta máxima ou mínima, em ensaios com k fatores, cada um com cinco níveis, e com um número de pontos inferior a outros tipos de delineamentos utilizados, por exemplo, o fatorial 3^k.

A Figura 1 é a representação gráfica de um DCC para k = 3 fatores.

A simulação de cada um dos experimentos foi feito utilizando um programa do SAS, o qual usa a função RANNOR, na geração dos efeitos aleatórios ε_u (u = 1, ..., 15), obtendo-se, desta forma, os valores de Y_u com distribuição normal com:

$$E(Y_u) = \beta_0 + \beta_1 X_{1u} + \beta_2 X_{2u} + \beta_3 X_{3u} + \beta_{11} X_{1u}^2 + \beta_{22} X_{2u}^2 + \beta_{33} X_{3u}^2 + \beta_{12} X_{1u} X_{2u} + \beta_{13} X_{1u} X_{3u} + \beta_{23} X_{2u} X_{3u}$$

e

$$V(Y_u) = \sigma^2$$

A função RANNOR produz valores de uma variável aleatória, normalmente distribuída com média zero e variância igual a um, usando a transformação de Box e Muller (1958).

Para cada combinação coeficiente de variação e tipo de delineamento, serão gerados cem experimentos, totalizando, desta forma, para cada coeficiente de variação, 300 experimentos. Portanto, foi gerado um total de 1500 experimentos.

Utilizando a função RANNOR, em conjunto com o comando DO, foram utilizadas “sementes” com cinco Algarismos (sorteados com reposição), que em função do coeficiente de variação e média fixados, geraram quinze erros aleatórios ε_u, os quais foram diminuídos dos Y's obtidos a partir da curva escolhida e do delineamento fixado (em consequência, os X_i's foram fixos dependendo apenas do delineamento).

Para o modelo em estudo foram adotados os seguintes coeficientes paramétricos referentes aos efeitos lineares, quadráticos e das interações:

Efeitos	X ₁	X ₂	X ₃
Linear	200	220	180
Quadrático	-160	-180	-170

Em relação X₁X₂, X₁X₃ e X₂X₃, os coeficientes paramétricos foram, respectivamente, - 51, - 40 e - 44. Coeficientes estes que deram origem a um elipsóide.

Nesta simulação de dados, foi utilizado o valor 4000 como média do experimento.

Usando os resultados desta simulação de dados, foram calculados as porcentagens de pontos críticos que estavam dentro ou fora do campo pesquisado e os tipos de pontos críticos. Foram ainda calculadas as porcentagens de respostas significativas de cada componente do modelo nas combinações delineamento com coeficiente de variação.

A análise de superfície de resposta (RS) foi feita utilizando o método de análise canônica (descrita por Myers, 1971; Box e Draper, 1986; Montgomery e Myers, 1995; Barros Neto *et al.*, 1996) através de programa realizado no SAS, que utiliza o comando PROC RSREG.

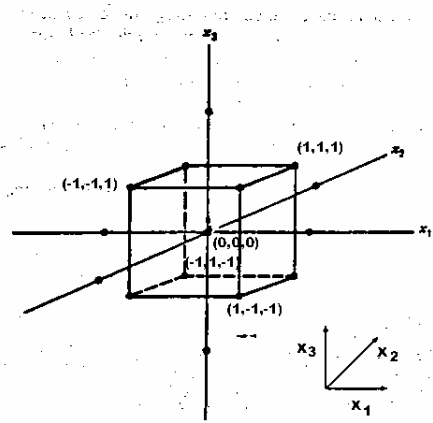


Figura 1. Representação esquemática do DCC rotacional para k=3 fatores

Seja o modelo de superfície de resposta de segunda ordem dada a seguir e considere este modelo ajustado conforme notação matricial:

$$\hat{y} = b_0 + x' b + x' B x$$

onde b₀, é o coeficiente do intercepto; x' = [x₁, x₂, x₃]; b = [b₁, b₂, b₃], B é a matriz k x k simétrica

$$B = \begin{bmatrix} b_{11} & b_{12}/2 & b_{13}/2 \\ & b_{22} & b_{23}/2 \\ & & b_{33} \end{bmatrix}$$

e x_s = - B⁻¹ b/2 é o vetor que leva ao ponto estacionário.

A natureza do ponto estacionário foi determinada pelos sinais do autovalores da matriz B. Além disso, a magnitude deste autovalores pode ser útil na

interpretação do ponto estacionário (x_s) e da curva estimados.

Os sinais dos λ 's (autovalores relativos à matriz B) determinam a natureza de x_s , e magnitude relativa dos autovalores ajuda o pesquisador a entender melhor o sistema de resposta:

1. Se λ_1 , λ_2 e λ_3 são todos negativos, o ponto estacionário é ponto de resposta máxima;
2. Se λ_1 , λ_2 e λ_3 são todos positivos, o ponto estacionário é ponto de resposta mínima;
3. Se λ_1 , λ_2 e λ_3 diferem quanto aos sinais, o ponto estacionário é um ponto de sela.

Resultados e discussão

Na simulação, admitiram-se 4000 como valor médio do experimento e fez-se variar a precisão experimental, considerando-se coeficientes de variação populacional de 3, 6, 10, 15 e 21%.

Foram simulados, para cada tipo de delineamento, 100 experimentos por coeficiente de variação populacional, totalizando 500 experimentos por delineamento. Portanto, um total de 1500 experimentos.

Esses experimentos foram divididos em intervalos de coeficiente do experimento por delineamento em [0%;3%], (3%;6%), (6%;10%), (10%;15%), (15%;21%) e maior que 21%. Também foi feita a análise usando os seguintes intervalos de coeficiente do experimento: [0%;4%), [4%;7%), [7%;11%), [11%;16%), [16%;22%) e maior ou igual a 22%.

O cálculo dos testes estatísticos foram feitos usando-se o SAS.

Os testes de qui-quadrado foram realizados cruzando os dados de frequência observada em cada um dos delineamentos dentro de cada intervalo de coeficiente experimental: de ponto de máximo total com a de pontos que não são de máximo; de ponto de máximo dentro dos níveis -1 e 1 com a de pontos que estão fora; do total de pontos críticos dentro dos níveis -1 e 1 com a de pontos que estão fora e do total de regressões que foram significativas com as que não foram significativas.

Delineamento	Freq. de A	Freq. de B
DCC Rotacional		
DCC Ortogonal		
DCC com $\alpha=1$ (Cub.)		

Nota: A refere-se, por exemplo, a ponto de máximo total e B refere-se aos pontos que não são de máximo

O teste para verificar se há diferença entre duas proporções foi o teste de significância, como dado a seguir:

$$z_c = (p_1 - p_2) / [p(1-p)(1/n_1 + 1/n_2)]^{1/2}$$

onde

p_1 e p_2 são as proporções dos dois conjuntos de dados a serem testados;

n_1 e n_2 o tamanho das amostras dos dois conjuntos de dados a serem testados

p a proporção amostral combinada: $p = (p_1 n_1 + p_2 n_2) / (n_1 + n_2)$

As hipóteses a serem estudadas são: H_0 : as duas proporções são iguais e H_1 : $p_1 < p_2$ ou $p_1 > p_2$.

Tomando o coeficiente de variação igual a zero, para os três delineamentos, foram obtidos os seguintes resultados através do método de análise canônica de superfície de resposta: ponto estacionário de máximo: $\mathbf{x}'_s = (0,496; 0,491; 0,408)$ e a resposta estacionária $y_s = 4140,274$, para os três delineamentos.

As Tabelas 1 a 6 mostram as porcentagens de pontos estacionários (de máximo, de mínimo e de sela), dentro de cada intervalo de coeficiente experimental e também dentro dos níveis (-1, 1), [-1,618;1,618] e fora desses níveis. Mostram também a porcentagem de experimentos em que a regressão foi significativa dentro de cada intervalo de coeficiente experimental.

Tabela 1. Quantidade de experimentos por intervalo de coeficiente experimental (1ª opção) do DCC Rotacional com $\alpha = 1,682$

Intervalos de coef. exper. (%)	Quantidade de experimentos simulados dentro de cada intervalo (%)						
	[0;3]	(3;6]	(6;10]	(10;15]	(15;21]	>21	>15
Pto de máximo	94	89	72	54	44	35	39
Pto de sela	6	10	26	42	48	59	54
s--*	4	6	17	29	32	40	36
s- **	2	4	9	13	16	19	18
Pto de mínimo			1	2	4	8	6
(-1;1)***	Total	82	75	48	45	50	51
	máximo	82	72	38	34	29	25
	sela	3	8	10	16	22	19
	mínimo			2	1	5	4
[-1,618;1,618]***	Total	10	16	24	18	14	22
	máximo	8	12	21	6	4	5
	sela	2	4	3	12	7	16
	mínimo					3	1
Fora****	Total	8	9	29	38	36	27
	máximo	3	5	14	14	11	5
	sela	3	4	15	21	25	21
	mínimo	2			2	1	1
Reg. sign.	Total	100	95	44	9	4	2
	máximo	94	85	29	7	3	1
	sela	6	9	13	2	1	1
	mínimo			1	2		

Nota: * s--: ponto de sela em que dois dos autovalores são negativos; ** s- : ponto de sela em que apenas um dos autovalores é negativo; *** nível mínimo e máximo por fator; **** fora dos níveis [-1,618; 1,618]

Observando-se as Tabelas de 1 a 6, nota-se que à medida que o coeficiente experimental aumenta, o número de experimentos em que a regressão foi significativa e o número de pontos de máximo

diminuem. Por outro lado, aumentam os pontos de mínimo e de sela.

Tabela 2. Quantidade de experimentos por intervalo de coeficiente experimental (2ª opção) do DCC Rotacional com $\alpha = 1,682$

Intervalos de coef. exper. (%)		Quantidade de experimentos simulados dentro de cada intervalo (%)						
		[0;4)	[4;7)	[7;11)	[11;16)	[16;22)	≥ 22	≥ 16
Pto de máximo		94	81	71	53	44	31	37
Pto de sela		6	17	27	43	49	61	56
s--*		4	12	18	30	32	41	37
s- **		2	5	9	13	17	20	19
Pto de mínimo			2		4	7	7	7
(-1;1)***	Total	86	65	45	43	48	53	50
	Máximo	85	59	37	30	29	23	26
	Sela	1	5	7	10	15	26	20
	Mínimo	1	1	1	3	4	4	4
	Total	8	18	26	14	22	19	20
[-1,618;1,618]***	Máximo	6	14	21	5	6	4	5
	Sela	2	4	5	9	13	13	13
	Mínimo					3	1	2
Fora****	Total	6	17	29	43	30	28	30
	Máximo	3	8	13	17	9	4	7
	Sela	3	8	15	25	21	23	22
	Mínimo	1	1	1	1	1	1	1
Reg. sign.	Total	100	84	31	6	4	2	2
	Máximo	94	68	22	5	3	1	1
	Sela	6	14	8	1	1	1	1
	Mínimo		2	1				

Nota: * s--: ponto de sela em que dois dos autovalores são negativos; ** s- : ponto de sela em que apenas um dos autovalores é negativo; *** nível mínimo e máximo por fator; **** fora dos níveis [-1,618; 1,618]

Tabela 3. Quantidade de experimentos por intervalo de coeficiente experimental (1ª opção) do DCC Ortogonal com $\alpha = 1,216$

Intervalos de coef. exper. (%)		Quantidade de experimentos simulados dentro de cada intervalo (%)						
		[0;3]	(3;6]	(6;10]	(10;15]	(15;21]	> 21	> 15
Pto de máximo		96	78	51	37	24	14	19
Pto de sela		4	22	49	63	75	86	80
s--*		4	22	40	46	53	65	58
s- **				9	17	22	21	22
Pto de mínimo						1		1
(-1;1)***	Total	69	56	47	37	33	49	40
	Máximo	69	50	32	18	13	8	10
	Sela		6	15	19	20	41	30
[-1,618;1,618]***	Total	16	25	18	28	27	27	27
	Máximo	16	18	9	6	5	1	3
	Sela		7	9	22	22	26	24
	Mínimo					1		1
Fora****	Total	15	19	35	35	40	24	33
	Máximo	11	10	10	14	7	4	6
	Sela	4	9	25	21	32	20	26
	Mínimo					1		1
Reg. Sign.	Total	100	85	29	11	2	2	2
	Máximo	96	76	13	3	1	1	1
	Sela	4	9	16	8	1	1	1
	Mínimo							

Nota: * s--: ponto de sela em que dois dos autovalores são negativos; ** s- : ponto de sela em que apenas um dos autovalores é negativo; *** nível mínimo e máximo por fator; **** fora dos níveis [-1,618; 1,618]

Em relação aos experimentos simulados com o DCC rotacional, no intervalo de coeficiente experimental (10;11)%, ocorreu apenas um ponto

em que um dos autovalores estava próximo de zero ($w_1 = 0,97$); tem-se neste caso uma situação de “rising ridge”.

Tabela 4. Quantidade de experimentos por intervalo de coeficiente experimental (2ª opção) do DCC Ortogonal com $\alpha = 1,216$

Intervalos de coef. exper. (%)		Quantidade de experimentos simulados dentro de cada intervalo (%)						
		[0;4)	[4;7)	[7;11)	[11;16)	[16;22)	≥ 22	≥ 16
Pto de máximo		93	66	48	34	24	12	17
Pto de sela		7	34	52	66	76	88	82
s--*		7	33	41	49	52	64	58
s- **		0	1	11	17	24	24	24
Pto de mínimo								1
(-1;1)***	Total	66	54	44	35	36	49	42
	Máximo	64	44	27	16	12	8	10
	Sela	2	10	17	19	24	41	32
	Mínimo							
[-1,618;1,618]***	Total	22	20	18	29	21	27	24
	Máximo	20	11	8	4	1	2	2
	Sela	2	9	10	25	20	25	22
	Mínimo							
Fora****	Total	12	26	38	36	43	24	34
	Máximo	9	11	13	14	9	2	6
	Sela	3	15	25	22	32	22	27
	mínimo					2		1
Reg. sign.	Total	100	78	24	7	2	2	1
	máximo	93	53	10	2			
	Sela	7	25	14	5	2		1
	mínimo							

Nota: * s--: ponto de sela em que dois dos autovalores são negativos; ** s- : ponto de sela em que apenas um dos autovalores é negativo; *** nível mínimo e máximo por fator; **** fora dos níveis [-1,618; 1,618]

Tabela 5. Quantidade de experimentos por intervalo de coeficiente experimental (1ª opção) do DCC com $\alpha = 1$

Intervalos de coef. exper. (%)		Quantidade de experimentos simulados dentro de cada intervalo (%)						
		[0;3]	(3;6]	(6;10]	(10;15]	(15;21]	> 21	> 15
Pto de máximo		88	65	36	16	11	3	7
Pto de sela		12	35	64	84	89	97	93
s--*		12	32	54	65	69	71	69
s- **			3	10	19	20	26	24
Pto de mínimo								
(-1;1)***	Total	65	45	42	51	53	53	53
	Máximo	60	35	21	12	3	3	3
	Sela	5	10	21	39	50	50	50
	Mínimo							
[-1,618;1,618]***	Total	21	24	17	20	18	25	22
	Máximo	15	16	8	18	3		2
	Sela	6	8	9	2	15	25	20
	Mínimo							
Fora****	Total	14	31	41	29	29	22	25
	Máximo	12	14	8	2	5		23
	Sela	2	17	33	27	24	22	2
Reg. Sign.	Total	100	92	27	9	2		1
	Máximo	88	61	8				
	Sela	12	31	19	9	2		1
	Mínimo							

Nota: * s--: ponto de sela em que dois dos autovalores são negativos; ** s- : ponto de sela em que apenas um dos autovalores é negativo; *** nível mínimo e máximo por fator; **** fora dos níveis [-1,618; 1,618]

Tabela 6. Quantidade de experimentos por intervalo de coeficiente experimental (2ª opção) do DCC com $\alpha = 1$

Intervalos de coef. exper. (%)	Quantidade de experimentos simulados dentro de cada intervalo (%)						
	[0;4)	[4;7)	[7;11)	[11;16)	[16;22)	≥ 22	≥ 16
Pto de máximo	81	58	35	11	9	3	6
Pto de sela	19	42	65	89	91	97	94
s--*	19	38	53	70	69	70	69
s- **		4	12	19	22	27	25
Pto de mínimo (-1;1)***							
Total	58	44	48	42	58	54	56
Máximo	54	30	21	6	4	3	3
Sela	4	14	27	36	54	51	53
Mínimo							
Total	21	26	15	23	16	24	20
Máximo	15	16	7	2	2		1
Sela	6	10	8	21	15	24	19
Mínimo							
Total	21	30	36	35	26	22	24
Máximo	12	12	7	4	4		2
Sela	9	18	30	31	22	22	22
Mínimo							
Total	100	76	24	7			
Máximo	81	49	4				
Sela	19	27	20	7			
Mínimo							

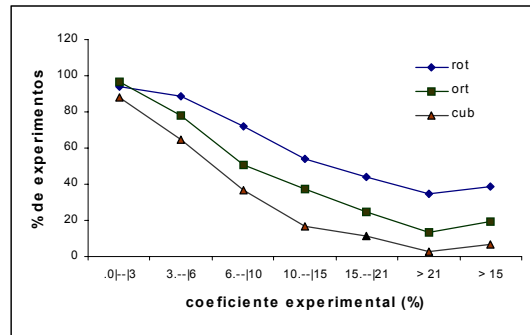
Nota: * s--: ponto de sela em que dois dos autovalores são negativos; ** s- : ponto de sela em que apenas um dos autovalores é negativo. *** nível mínimo e máximo por fator; **** fora dos níveis [-1,618; 1,618]

A Figura 1 confirma o resultado do teste qui-quadrado e teste para verificar a diferença entre proporção de pontos de máximo por delineamento. Apenas no intervalo de coeficiente experimental [0;3]% não se verificou diferença significativa no número de pontos de máximo total por delineamento.

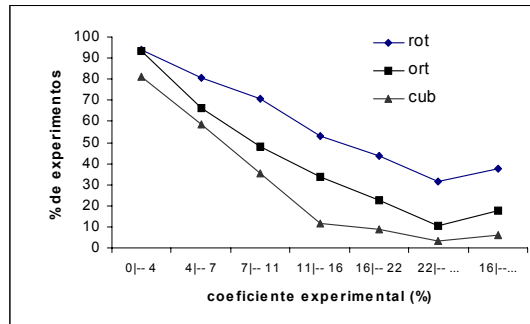
A Figura 2 confirmam os testes de diferença de proporção de máximo dentro dos níveis -1 e 1, isto é, há diferença significativa entre os delineamentos. Quando se trata do total de pontos estacionários, utilizando-se o teste paramétrico para diferença de proporção, as proporções de máximo em cada intervalo de coeficiente experimental se verificaram significativamente diferentes, principalmente em relação ao DCC rotacional, isto é, o DCC rotacional sempre obteve um maior número de experimentos em que os pontos de máximo ficaram entre os níveis -1 e 1.

Em relação ao número de regressões significativas, como pode ser verificado na Figura 3, em (a) e (b), observa-se que, dentro de cada intervalo de coeficiente experimental, não houve diferença significativa no número de experimentos por delineamento que obtiveram regressão significativa. Só foi significativa no intervalo de coeficiente experimental (6;10)% apenas para dos DCC rotacional e ortogonal.

A Tabela 7 mostra a proporção de delineamentos dentro do intervalo de resposta estacionária y_s de 3800 a 3480, comparando os três delineamentos.

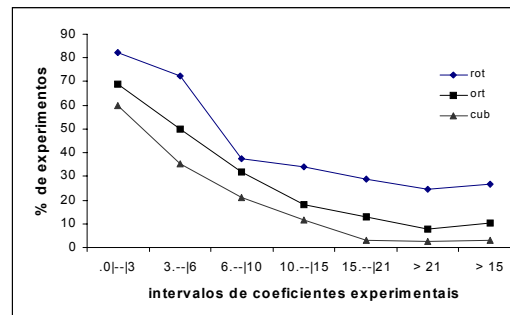


(a)

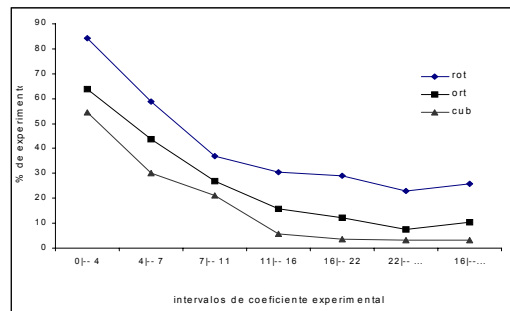


(b)

Figura 1. Mostra a porcentagem de pontos de máximo obtidos em cada intervalo de coeficiente experimental por delineamento



(a)



(b)

Figura 2. Em (a) e (b) comparam a porcentagem de pontos de máximo por delineamento dentro de cada intervalo de coeficiente experimental dentro dos níveis -1 e 1

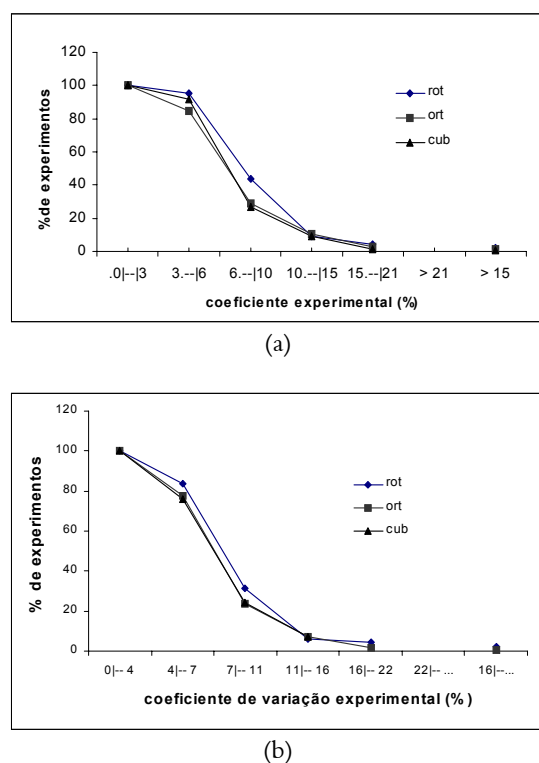


Figura 3. Comparação dos três delineamentos quanto à porcentagem de regressões significativas

Também, comparando-se as proporções de ponto de máximo e ponto de máximo dentro dos níveis -1 e 1, através do teste de significância para duas proporções, verifica-se que a diferença da proporção de pontos de máximo e ponto de máximo entre os níveis -1 e 1 entre os dois primeiros intervalos da Tabela 1, para o DCC rotacional não foi significativa.

Tabela 7. Proporção de delineamentos dentro do intervalo de resposta estacionária y_s de 3800 a 3480, comparando os três delineamentos

Intervalo cv experimental (%)	DCC rotacional	DCC ortogonal	DCC com $\alpha=1$
[0;3]	98	91	97
[0;4]	97	90	93
[3;6]	90	90	84
[4;7]	77	87	75
[6;10]	61	62	64
[7;11]	65	57	64

Os resultados mostram que nenhum dos três delineamentos é indicado para ser utilizado em pesquisas de campo, como na agronomia e em outras áreas de pesquisa, onde não é possível um controle da influência de fatores externos ao experimento, isto é, onde o coeficiente de variação experimental é muitas vezes superior a 10%.

Mesmo utilizando-se a repetição de todos os tratamentos, constata-se, através dos dados utilizados por Miranda (1976) de adubação de milho (pesquisa de campo), que o DCC (com $\alpha = 2$ e $k=3$ fatores) mostrou-se pouco indicado para se chegar à conclusão das melhores doses de fertilizantes, pois as respostas obtidas foram consideradas muitas vezes absurdas.

Já no caso onde o coeficiente de variação experimental é de no máximo de 6%, os três delineamentos são considerados bons. Logo, em laboratórios de Fitopatologia, Virologia, Entomologia, ou outras áreas de pesquisas, realizadas em ambiente fechado, onde o controle é maior que no de campo (que em geral não ultrapassa o coeficiente de variação de 6%), os três são indicados.

O DCC rotacional apresentou melhores respostas que os outros dois, pois foi construído visando à estabilidade em toda região do delineamento. O pior foi o DCC em que $\alpha=1$.

E, como esperado, os três delineamentos são ideais no caso onde o coeficiente de variação não ultrapasse 4%, como é o caso de pesquisas em química e para alguns produtos industriais (onde o controle dos fatores externos ao processo de produção é efetivo), como a confecção de fios de tecido, por exemplo.

Quando o coeficiente de variação experimental for maior que 6% será necessário usar repetições por tratamento para que se possa diminuir a variação e isso torna o experimento muitas vezes inviável em termos de tempo e economia. Os três delineamentos, quando não repetidos seus tratamentos, são só viáveis dentro de situações onde há um bom controle dos fatores que possam influenciar o experimento.

Referências

- ATKINSON, A. C.; DONEV, A. N. *Optimum experimental designs*. Oxford: Clarendon Press, 1992. (Oxford Statistical Science Series 8)
- BARROS NETO, B. et al. *Planejamento e otimização de experimentos*. Campinas: Editora da UNICAMP, 1996. (Série Manuais).
- BATISTA, L.B. *Determinação de α para tornar ortogonal o delineamento composto central (box)*. 1976. Dissertação (Mestrado) - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 1976.
- BOX, G.E.P.; WILSON, K.B. On the experimental attainment of optimum conditions. *J. Royal Stat. Soc.*, Oxford, v.B13, p.1-45, 1951.
- BOX, G.E.P.; MULLER, M.E. A note on the generation of random normal deviates. *Tech. Rep.*, Princeton, n. 15, p. 610-612, 1958.

- BOX, G.E.P.; DRAPER, N.R. *Empirical model building and response surfaces*. New York: John Wiley, 1986 (Wiley Series in Probability and Mathematical Statistics)
- CONAGIN, A. et al. *Sensibilidade dos delineamentos fatoriais 3^3 , $(1/2)4^3$ e $(1/5)5^3$ na definição dos pontos crítico..* Campinas: Instituto Agronômico de Campinas, 1999. (IAC, Boletim Científicos n. 39).
- DAVIES, O.L. *Design and analysis of industrial experiments*. Edinburgh: Oliver and Boyd, 1954.
- DONEV, A. N.; ATKINSON, A.C. Na adjustment algorithm for the construction of exact D-optimum experimental designs. *Technometrics*, n.30, p.429-33, 1988.
- DRAPER, N. R.; HERZBERG, A.M. Further second order rotatable designs. *Annual Mathematics Statistical*, n.39, p.1995-2001, 1968.
- HAALAND, P.D. *Experimental design in Biotechnology*. New York: Marcel Dekker, 1989.
- JORGE, J.P.N.; FREITAS, L.M.M. *O delineamento Box, modificado, em ensaio de correção e fertilização de um latossolo vermelho-amarelo*. Campinas: Instituto Agronômico, 1987. (IAC, Boletim Técnico n. 12).
- KHURI, A.J.; CORNELL, J.A. *Response surfaces: designs and analyses*. New York: Marcel Dekker, 1987.
- LUCAS, J.M. Which Response Surface Design is Best. *Technometrics*, Alexandria, v. 18, n. 4, p.411-417, 1976.
- MATEUS, N.B. *O delineamento composto central e sua viabilidade de uso em algumas áreas de pesquisa*. 2001. Dissertação (Mestrado) - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2001.
- MIRANDA, L. E. C. de. *Avaliação do efeito residual de fertilizantes através de coeficientes da superfície de resposta ajustada a ensaios de adubação de milho (zea mays L.)*. 1976. Dissertação (Mestrado) - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 1976.
- MONTGOMERY, D.C.; MYERS, R.H. *Response surface methodology: Process and product optimization using designed experiments*. New York: John Wiley, 1995.
- MYERS, R.H. *Response surface methodology*. Boston: Allyn and Bacon, 1971.
- PEREIRA, G. T.; PERECIN, D. *Eficiência de delineamentos $(1/5) 5^3$, em relação ao delineamento composto central $(15$ pontos)*. In: SIMPÓSIO DE ESTATÍSTICA APLICADA À EXPERIMENTAÇÃO AGRONÔMICA, 1.; REUNIÃO ANUAL DA REGIÃO BRASILEIRA DA SOCIEDADE INTERNACIONAL DE BIOMETRIA, 30, 1985, Piracicaba, 1985. *Anais...* Campinas: Fundação Cargill, 1985. p. 183-196.
- PEREZ VALDEZ, W. *Modelagem matemática da etapa fermentativa do processo de produção de vacina contra salmonelose bovina*. 2000. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000.
- PIMENTEL GOMES, F; CAMPOS, H. The efficiency of factorial 3^3 designs as compared to a central composite rotatable design. *Potash Rev.*, Basel, v.72, p. 1-3, 1972.
- SANCHES, A. et al. Ponto de sela e níveis ótimos em experimentos de adubação. In: SIMPÓSIO DE ESTATÍSTICA APLICADA À EXPERIMENTAÇÃO AGRONÔMICA, 2, REUNIÃO ANUAL DA REGIÃO BRASILEIRA DA SOCIEDADE INTERNACIONAL DE BIOMETRIA, 32, 1987, Londrina, 1987. *Anais...* Londrina: UEL, 1987. p. 132-146.
- SAS INSTITUTE, SAS/IML SOFTWARE: version 6. Cary, 1989. p.1070.
- YATES, F. Complex experiments. *J. Royal Stat. Soc.*, Oxford, v.B2, p.181-247, 1951.

Received on March 19, 2001.

Accepted on September 10, 2001.