

Gyakorló feladatok

a Kísérletek tervezése és értékelése c. tárgyból

Kísérlettervezés témakör

1. példa

Nitrálási kísérletekben a kitermelést az alábbi faktorok függvényében vizsgálták:

1. a salétromsav-adagolás ideje [h]
2. a reagáltatás ideje [h]
3. induláskor a megelőző sarzsból van-e maradék a reaktorban [van/nincs]

A mérési eredményeket (a reakció kitermelése, %) az alábbi táblázat tartalmazza:

HNO ₃ bead. ideje	nincs maradék		van maradék	
	reakcióidő			
	2h	7h	2h	7h
0.5h	87.2	88.4	86.7	89.2
4h	82.0	83.0	83.4	83.7

- (a) Ismerje föl a kísérleti tervet! Adja meg a faktorok típusát, alsó, felső, valamint alapszintjük értékét és a variációs intervallumot!
- (b) Értékelje ki a tervet, írja fel a redukált modellt!
- (c) Értékelje ki a tervet, és vizsgálja meg az együtthatók szignifikanciáját 5%-os szignifikanciaszinten, ha egy korábbi hosszú kísérletsorozatból rendelkezésre áll egy 20 szabadsági fokú szórásnégyzet: $s_y^2 = 0.5$! Redukálja eszerint is a modellt (azaz hagyja ki a nem szignifikáns tagokat)!
- (d) Milyen kitermelésre számítana 1h beadagolási időnél és 6h reakcióidőnél, amennyiben induláskor a megelőző sarzsból nincs maradék a reaktorban?

Megoldás

- (a) Kétszintes, háromfaktoros terv, tehát 2^3 terv.
A salétromsav-adagolás ideje és a reagáltatás ideje mennyiségi faktor, az pedig, hogy van-e a reaktorban maradék vagy sem minőségi faktor.

A további számolásokat segítettő írjuk át a tervet a szokásos formára:

	beadagolási idő	reakcióidő	maradék	x_1	x_2	x_3	kitermelés	$x_1 * x_2$
1	0.5	2	nincs	-	-	-	87.2	+
2	4.0	2	nincs	+	-	-	82.0	-
3	0.5	7	nincs	-	+	-	88.4	-
4	4.0	7	nincs	+	+	-	83.0	+
5	0.5	2	van	-	-	+	86.7	+
6	4.0	2	van	+	-	+	83.4	-
7	0.5	7	van	-	+	+	89.2	-
8	4.0	7	van	+	+	+	83.7	+

Faktorok	z_1	z_2	z_3
	beadagolási idő	reakcióidő	van-e maradék
$z_j^{\min} (-)$	0.5	2	nincs
$z_j^{\max} (+)$	4	7	van
z_j^0	2.25	4.5	
Δz_j	1.75	2.5	

(b) A hatások becslése: $h_j = \bar{y}_{j+} - \bar{y}_{j-}$

Például a beadagolási időre:

$$h_1 = \frac{82.0 + 83.0 + 83.4 + 83.7}{4} - \frac{87.2 + 88.4 + 86.7 + 89.2}{4} = -4.85$$

$$b_1 = \frac{h_1}{2} = \frac{-4.85}{2} = -2.425$$

A beadagolási idő és a reakcióidő kölcsönhatásának becslése (ehhez szükségünk van a megfelelő szorzat-oszlopra):

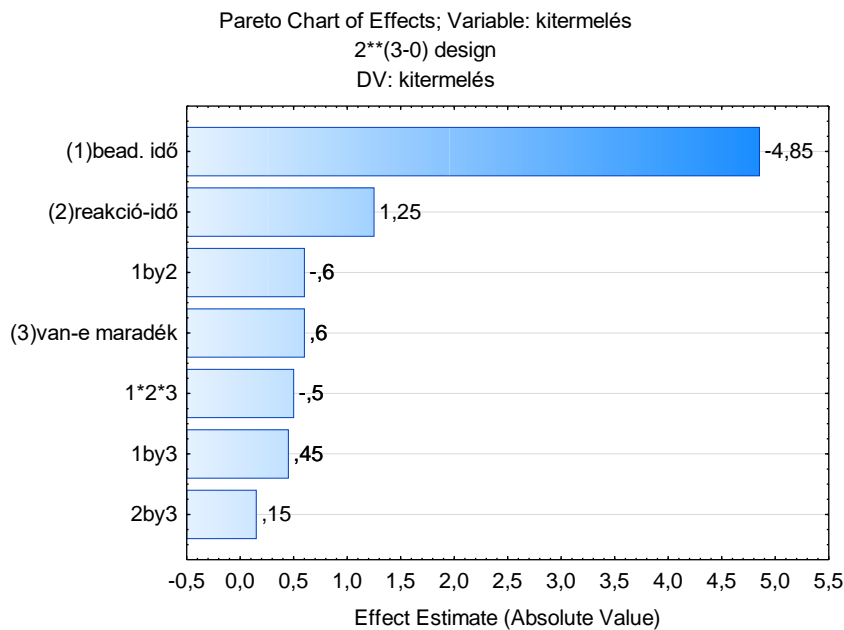
$$h_{12} = \frac{87.2 + 83.0 + 86.7 + 83.7}{4} - \frac{82.0 + 88.4 + 83.4 + 89.2}{4} = -0.6$$

$$b_{12} = \frac{h_{12}}{2} = \frac{-0.6}{2} = -0.3$$

A modell többi tagjára analóg módon kiszámolt hatások (h) és modell paraméterek (b):

	hatás (h)	b
tengelymetszet	85.45	85.45
(1) bead. idő	-4.85	-2.425
(2) reakcióidő	1.25	0.625
(3) van-e maradék	0.60	0.30
1*2	-0.60	-0.30
1*3	0.45	0.225
2*3	0.15	0.075
1*2*3	-0.50	-0.25

A becült hatások Pareto diagramja:



A Pareto diagramon x_1 és x_2 hatása tűnik jelentősnek a többi faktoréhoz képest, ezért ezek fognak szerepelni a redukált modellben.

A redukált modell:

$$\hat{Y} = 85.45 - 2.425x_1 + 0.625x_2$$

(c) Statisztikai próba a paraméterek szignifikanciájának vizsgálatára:

$$t = \frac{b_j - \beta_j}{s_{b_j}} \quad s_{b_j}^2 = \frac{s_y^2}{\sum_i x_{ji}^2} = \frac{s_y^2}{N}$$

$$\text{Itt } s_y^2 = 0.5 \quad s_{b_j}^2 = \frac{0.5}{8} = 0.0625 \quad s_{b_j} = \sqrt{0.0625} = 0.25$$

$$H_0 : \beta_j = 0 \quad H_1 : \beta_j \neq 0$$

$$t_0 = \frac{b_j - 0}{s_{b_j}}$$

$$\text{Például } b_1\text{-re } t_0 = \frac{-2.425-0}{0.25} = -9.7 \quad t_{0.05/2}(20) = 2.086$$

Elfogadási tartomány: $-2.086 < t_0 < 2.086$

A próbastatisztika az elfogadási tartományon kívül esik, tehát az x_1 faktor hatása szignifikáns (elutasítjuk a nullhipotézist, azaz van a faktornak hatása).

Minden olyan hatás szignifikáns, amelyre $|b_j| > s_{b_j} t_{\alpha/2}$, vagyis $|b_j| > 0.25 \cdot 2.086 = 0.5215$.

Ez alapján az x_1 és x_2 faktorok bizonyulnak szignifikánsnak.

A redukált modell tehát:

$$\hat{Y} = 85.45 - 2.425x_1 + 0.625x_2$$

(d) Először ki kell számítani a transzformált változók értékét az $x_j = \frac{z_j - z_j^0}{\Delta z_j}$ képlettel!

$$x_1 = \frac{1 - 2.25}{1.75} = -0.714 \quad x_2 = \frac{6 - 4.5}{2.5} = 0.6$$

Az x_3 faktornak (maradék van/nincs) a redukált modell szerint nincs szignifikáns hatása.

A kitermelés becült értéke 1h beadagolási időnél, valamint 6h reakcióidőnél, ha a megelőző sarzsból nincs maradék a reaktorban:

$$\hat{Y} = 85.45 + (-2.425) * (-0.714) + 0.625 * 0,6 = 87.557$$

2. példa

Félüzemi kísérletben három faktor hatását vizsgálták a kitermelésre. Az eredmények az alábbi táblázatban láthatók. A *-gal jelzett kísérleteket az egyik reaktorban, a ** -gal jelzeteket a másik reaktorban hajtották végre.

hőmérséklet (°C)	katalizátor	
	A	B
100	69*; 70**	62*; 63**
120	82*; 83**	92*; 93**

- (a) Ismerje fel a kísérleti tervet! Van-e olyan hatás, ami ebből a tervből nem értékelhető ki akkor sem, ha jelentős lenne?
 (b) Becsülje a faktorok hatását és kölcsönhatását!
 (c) Rajzolja fel és értelmezze a hőmérséklet faktorra vonatkozó (fő)hatás-ábrát és a hőmérséklet és a katalizátor közötti kölcsönhatásra vonatkozó kölcsönhatás-ábrát! Van kölcsönhatás a két faktor között? Miért?
 (d) Írja fel a redukált modellt!
 (e) Milyen kísérleteket tartana célszerűnek a linearitás ellenőrzésére?
 (f) Milyen kitermelésre számítana az A katalizátorral 105 °C hőmérsékleten végzendő kísérletnél?

Megoldás

(a) 2^3 teljes terv

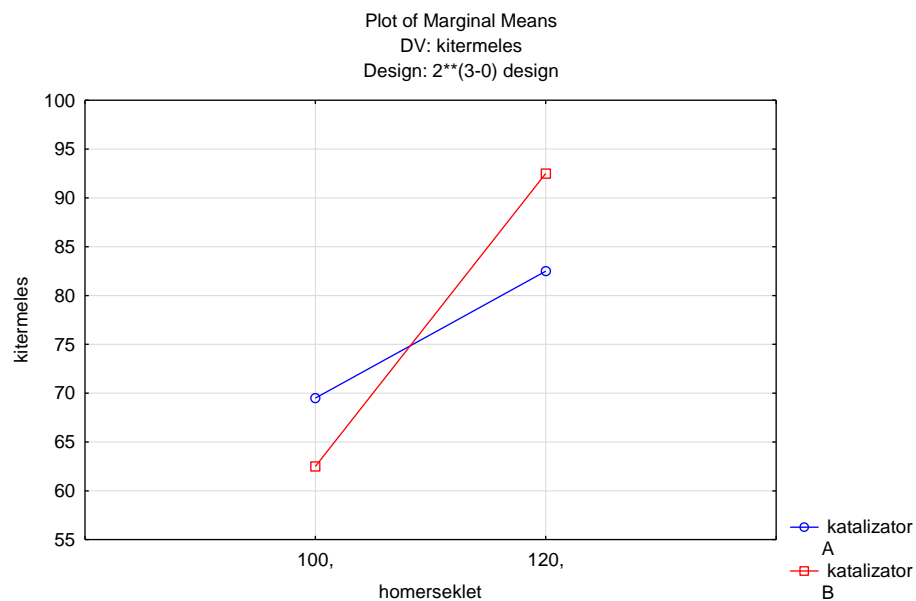
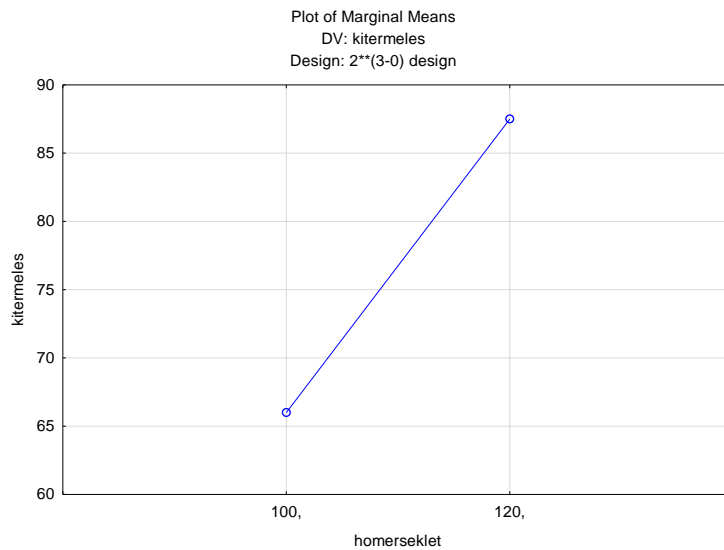
Mivel 8 kísérletet végeztek és 8 becülendő paraméter van, így minden hatás kiértékelhető.

Faktorok	z_1	z_2	z_3
	hőmérséklet	katalizátor	reaktor
z_j^{\max} (+)	120	B	**
z_j^{\min} (-)	100	A	*
z_j^0	110		
Δz_j	10		

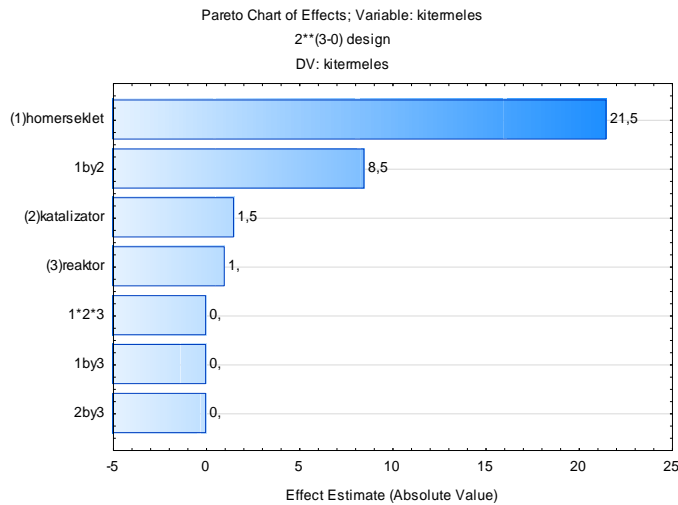
(b) Az alábbi, STATISTICA szoftverrel készült eredménytáblázat tartalmazza a hatások (*Effect* oszlop) és a becsült paraméterek (*Coeff* oszlop) értékét.

Factor	Effect Estimates; (Kisterv_2gyakpelda) 2**(3-0) design DV: kitermeles	
	Effect	Coeff.
Mean/Interc.	76,75000	76,75000
(1)homerseklet	21,50000	10,75000
(2)katalizator	1,50000	0,75000
(3)reaktor	1,00000	0,50000
1 by 2	8,50000	4,25000
1 by 3	0,00000	0,00000
2 by 3	0,00000	0,00000
1*2*3	0,00000	0,00000

(c)



(d) Pareto diagram:



A Pareto diagram alapján a hőmérséklet (1. faktor) és a hőmérséklet-katalizátor kölcsönhatás (1. és 2. faktor kölcsönhatás) tűnik jelentősnek. A hierarchia-szabály miatt a 2. faktort (katalizátor) is meg kell tartani a redukált modellben.

Redukált modell:

$$\hat{Y} = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{12}x_1x_2 = 76.75 + 10.75x_1 + 0.75x_2 + 4.25x_1x_2$$

(e) Centrumpontbeli kísérleteket.

A centrumpont csak a mennyiségi faktoroknál értelmezhető, minőségiyeknél nem. Mivel ebben a tervben 2 minőségi faktor is van, mindkét minőségi faktorok mindkét szintjén (azaz 4 beállításnál) kellene a mennyiségi faktor centrumpontjában (110 °C hőmérséklet) kísérletet végezni.

(f) A transzformált változók:

$$x_1 = \frac{105-110}{10} = -0.5 \quad x_2 = -1$$

A kitermelés becsült értéke 105°C hőmérsékleten, az A katalizátorral:

$$\hat{Y} = 76.75 + 10.75 * (-0,5) + 0.75 * (-1) + 4.25 * (-0,5) * (-1) = 72.75$$

3. példa

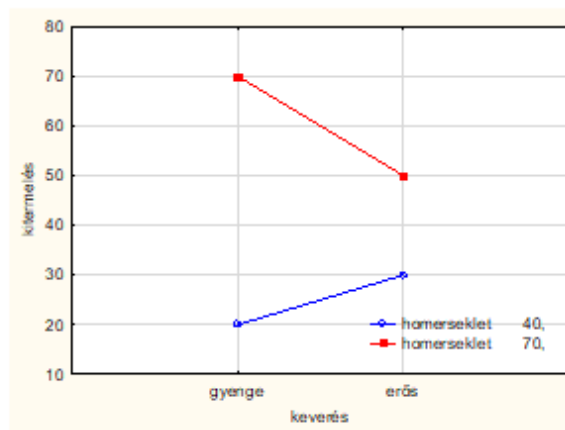
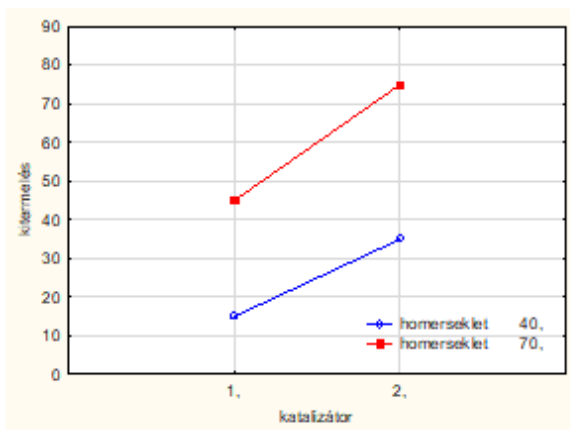
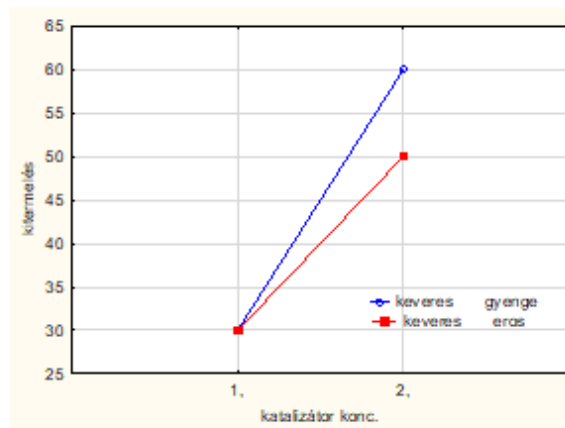
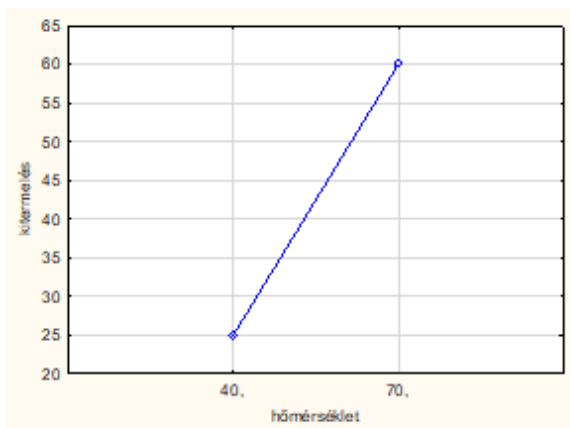
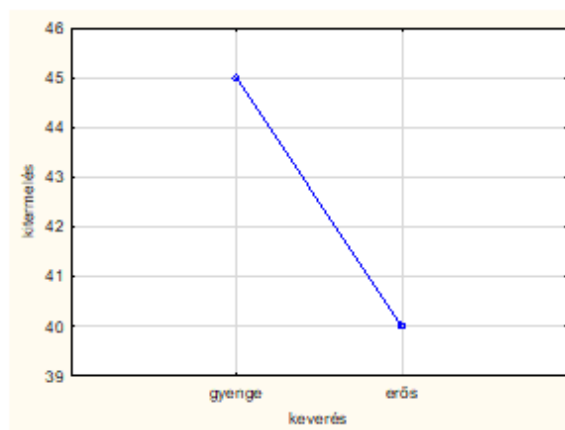
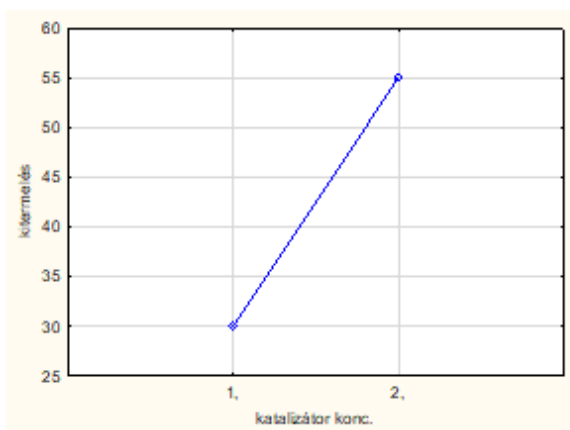
Értékelje ki a következő kísérletsorozatot!

(a) Készítsen hatás-ábrákat és kölcsönhatás-ábrákat és értelmezze azokat!

(b) Írja fel a teljes modellt! (Adja meg az illesztett modell becsült együtthatóit!)

katalizátor konc. (g/l)	keverés	hőmérséklet (°C)	kitermelés (%)
1.0	gyenge	40	10.0
2.0	gyenge	40	30.0
1.0	erős	40	20.0
2.0	erős	40	40.0
1.0	gyenge	70	50.0
2.0	gyenge	70	90.0
1.0	erős	70	40.0
2.0	erős	70	60.0

Megoldás



Az illesztett teljes modell egyenlete:

$$\hat{Y} = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3 =$$

$$= 42.5 + 12.5x_1 - 2.5x_2 + 17.5x_3 - 2.5x_1x_2 + 2.5x_1x_3 - 7.5x_2x_3 - 2.5x_1x_2x_3$$

4. példa

A katalizátor mennyiségének ($z_1=2\%$ és 4%), nyomásnak ($z_2=1$ bar és 2 bar) és a hőmérsékletnek ($z_3=90^\circ\text{C}$ és 110°C) hatását vizsgálták a kitermelésre ($y, \%$) egy vegyipari reaktorban. A 2^3 -on kísérleti tervet (a transzformált változókkal) és a mért kitermelés értékeket az alábbi táblázat mutatja. Minden beállítást kétszer hajtottak végre (ismételt mérés).

i	x_1	x_2	x_3	y_{i1}	y_{i2}	\bar{y}	s_y^2
1	-	-	-	59	61	60	2
2	+	-	-	74	70	72	8
3	-	+	-	52	56	54	8
4	+	+	-	69	67	68	2
5	-	-	+	50	54	52	8
6	+	-	+	81	85	83	8
7	-	+	+	46	44	45	2
8	+	+	+	79	81	80	2

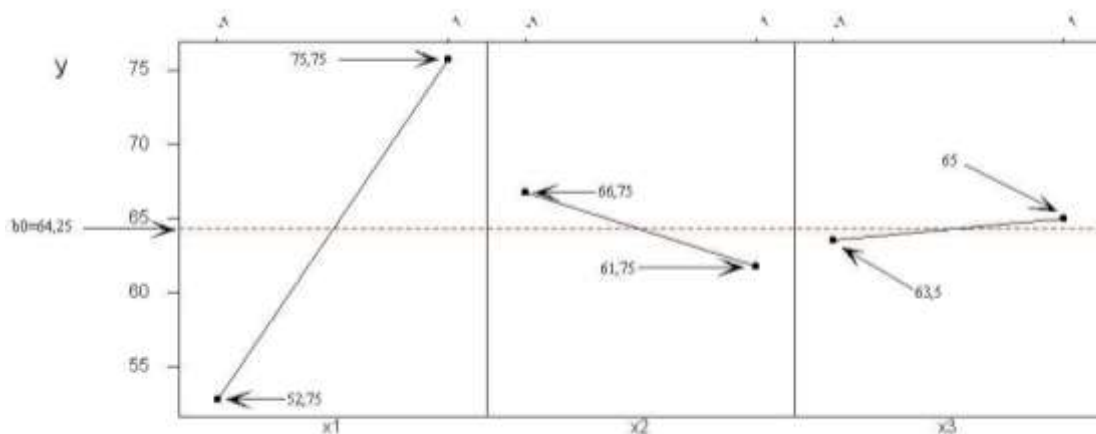
A terv centrumában 3 ismételt mérést végeztek.

Az ekkor kapott kitermelés értékek: 62%; 65%; 64%.

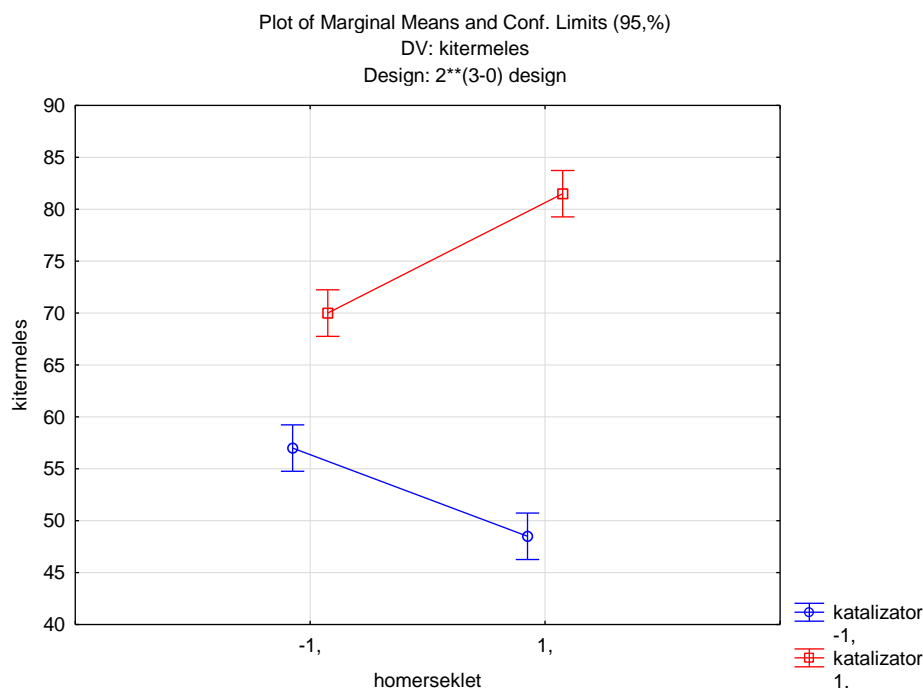
- Készítsen főhatás-ábrát a három faktorra!
- Készítse el és értelmezze az 1. és 3. faktor közötti kölcsönhatás ábráját!
- Adja meg a főhatások, és a 2 és 3 faktoros interakciók együttthatóit és azok szórását.
- Mely hatások szignifikánsak? Végezze el a döntéshez szükséges számításokat (5%-os szignifikanciaszinten) és redukálja a modellt!
- Mekkora kitermelésre számíthatna, ha 5 % a katalizátor mennyisége, a nyomás 1.5 bar és a hőmérséklet 115°C ?

Megoldás

- Főhatás-ábrák



(b) Az 1. és 3. faktor közötti kölcsönhatás ábrája:



Az 1. és 3. faktor közötti kölcsönhatás ábrán azt látjuk, hogy az 1. faktor alsó szintjén – kevesebb katalizátorral – a hőmérséklet emelése nem kedvez a kitermelésnek. Több katalizátort használva pont az ellenkezőjét figyelhetjük meg: a hőmérséklet növelésével a kitermelés 70%-ról 81.5%-ra nő. Tehát a hőmérséklet hatása függ a katalizátor mennyiségétől, a két faktor között kölcsönhatás van.

(c) A hatások (*h*) a lentebb található táblázat *Effect* oszlopában láthatók, a modell paraméterek (*b* együtthatók) a *Coeff.* oszlopban.

Factor	Effect Estimates; Var.:kitermeles; R-sqr=,98334; Adj:,97001 (Kisterv_4gyakpelda) 2**(3-0) design; MS Residual=4,466667 DV: kitermeles						
	Effect	t(10)	p	Coeff.	Std.Err. Coeff.	-95,% Cnf.Limt	+95,% Cnf.Limt
Mean/Interc.	64,25	121,60	0,0000	64,250	0,52836	63,073	65,427
Curvatr.	-1,17	-0,44	0,6702	-0,583	1,32968	-3,546	2,379
(1)katalizator	23,00	21,77	0,0000	11,500	0,52836	10,323	12,677
(2)nyomas	-5,00	-4,73	0,0008	-2,500	0,52836	-3,677	-1,323
(3)homerseklet	1,50	1,42	0,1862	0,750	0,52836	-0,427	1,927
1 by 2	1,50	1,42	0,1862	0,750	0,52836	-0,427	1,927
1 by 3	10,00	9,46	0,0000	5,000	0,52836	3,823	6,177
2 by 3	0,00	0,00	1,0000	0,000	0,52836	-1,177	1,177
1*2*3	0,50	0,47	0,6463	0,250	0,52836	-0,927	1,427

- Az egyes tervpontokban végzett ismétlésekből számított szórásnégyzet, feltételezve, hogy a kísérleti bizonytalanság mindegyik pontban megegyezik ($\sigma_{y,i}^2 = konst.$):

$$s_y^2 = \frac{\sum_{i=1}^8 v_i s_{y,i}^2}{\sum_{i=1}^8 v_i} = \frac{\sum_{i=1}^8 s_{y,i}^2}{8} = 5.0$$

(Az ismétlések száma minden pontban 2, tehát $v_i = 1$ minden i -re.)

- A centrumbeli ismétlések átlaga és a szórásnégyzet: $\bar{y}_{centr} = 63.67$, $s_{centr}^2 = 2.333$.
- Mivel két becsléssel is rendelkezünk σ_y^2 -re, F -próbával ellenőrizhetjük, hogy a szórásnégyzetek várható értéke azonos-e.

$$F_0 = \frac{5.0}{2.333} = 2.143$$

F_0 értéke kisebb, mint a táblázatbeli kritikus érték $F_{0.05}(8, 2) = 19.37$, tehát elfogadjuk a nullhipotézist.

- Egyesíthetjük a két szórásnégyzetet, azaz kiszámíthatjuk a szabadsági fok szerinti súlyozott középértéket:

$$s_y^2 = \frac{v_{centrum} (s_{y,centrum}^2) + v_{tervism} (s_{y,tervism}^2)}{v_{centrum} + v_{tervism}} = \frac{2 \cdot 2.333 + 8 \cdot 5}{10} = 4.467, \text{ szabadsági foka } 10.$$

- A paraméterek szórása:

$$s_{b_i}^2 = \frac{s_y^2}{\sum_i x_{ji}^2} = \frac{s_y^2}{N} = \frac{4.467}{16} = 0.2792$$

(d) Az együtthatók szignifikanciájának vizsgálata:

$$H_0 : \beta_j = 0 \quad H_1 : \beta_j \neq 0$$

$$t_0 = \frac{b_j - 0}{s_{b_j}}$$

$$\text{Például } b_1\text{-re } t_0 = \frac{11.5 - 0}{0.5284} = 21.765 \quad t_{0.05/2}(10) = 2.228$$

Elfogadási tartomány: $-2.228 < t_0 < 2.228$

A próbastatisztika az elfogadási tartományon kívül esik, tehát az x_1 faktor hatása szignifikáns (elutasítjuk a nullhipotézist, azaz a β_1 együttható nem nulla).

A többi hatásra és kölcsönhatásra is elvégezve a próbát, a redukált modell:

$$\hat{Y} = 64.25 + 11.5x_1 - 2.5x_2 + 0.75x_3 + 5x_1x_3$$

A 3. faktort főhatása a hierarchia-szabály miatt szerepel a redukált modellben. Önmagában vizsgálva nem szignifikáns.

(e) Mekkora kitermelésre számítana, ha a katalizátor mennyisége 5%, a nyomás 1.5 bar és a hőmérséklet 115 °C?

$$\begin{aligned} z_1 = 5\%; & \quad x_1 = \frac{5-3}{1} = 2 \\ z_2 = 1.5 \text{ bar}; & \quad x_2 = \frac{1.5-1.5}{0.5} = 0 \\ z_3 = 115 \text{ °C}; & \quad x_3 = \frac{115-100}{10} = 1.5; \end{aligned}$$

A becsült kitermelés:

$$\begin{aligned} \hat{Y} &= 64.25 + 11.5x_1 - 2.5x_2 + 0.75x_3 + 5x_1x_3 \\ &= 64.25 + 11.5 \cdot 2 - 2.5 \cdot 0 + 0.75 \cdot 1.5 + 5 \cdot 2 \cdot 1.5 = 103.38\% \end{aligned}$$

100%-nál nagyobb kitermelés nem lehetséges! A fenti irreális számítási eredmény annak köszönhető, hogy a $z_1 = 5\%$; $z_2 = 1.5 \text{ bar}$; $z_3 = 115 \text{ °C}$ beállítás nem a vizsgált kísérleti területen van, tehát az illesztett függvényt extrapolációra használtuk!