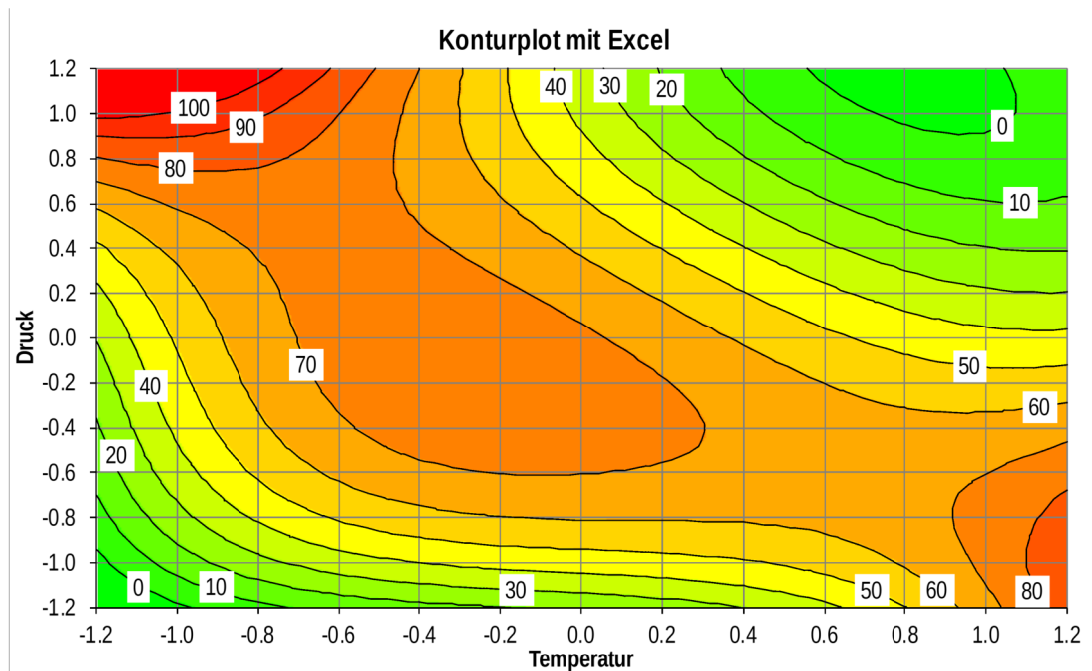


Planung, Analyse und Definition eines Optimums statistischer Experimente mit OQM-Stat in Excel



Eckehardt Spenhoff

Alle Rechte, auch die Übersetzung in fremden Sprachen, vorbehalten. Kein Teil dieses Werkes darf ohne vorherige schriftliche Genehmigung des Verfassers in irgendeiner Form, auch nicht zum Zweck der Unterrichtsgestaltung, reproduziert oder unter Verwendung elektronischer Medien verarbeitet und vervielfältigt werden.

Copyright © 2023 Eckehardt Spenhoff

1 Einführung in DoE mit OQM-Stat

In den Ingenieurwissenschaften sind häufig komplexe Probleme zu lösen die statistische Versuchsplanung ist dabei ein wichtiges Werkzeug zur Behandlung dieser Probleme. Industrieller Prozesse verursachen unterschiedlich große Streuungen, welche es schwierig machen Ergebnisse vorherzusagen. Nur mit statistischen Methoden kann man diese Streuungen bewerten und gegebenenfalls auch reduzieren. Die statistische Versuchsplanung ist das adäquate Werkzeug um stetige Prozessergebnisse (ohne Bruchlinien) mit linearen Funktionen modellhaft darzustellen. Mit Hilfe dieser Regressionsmodelle lassen sich optimale Prozessbedingungen definieren bei gleichzeitiger Schätzung der zu erwartenden Streuung. Details entnehmen sie bitte der einschlägigen Literatur¹.

Für die erfolgreiche Anwendung der statistischen Versuchsplanung (DoE, Design of Experiments und Mischungsanalysen) gelten einige erfüllbare Forderungen.

- ◆ **Messmittelpräzision:** Die Prozessstandardabweichung muss 20-mal größer als die Messmittelstandardabweichung sein.
- ◆ **Faktor (Einflussgröße):** Die Faktoren sollten mit Bedacht ausgewählt werden. Zu viele Faktoren vergrößern die Anzahl der Versuche und die Versuchsdurchführung wird unwirtschaftlich. Außerdem besteht die Gefahr eines Fehlers III. Art (Fehler in der Versuchsdurchführung) Die Faktoren sollten einen kausalen Einfluss auf die Response haben und unabhängig voneinander sein.
- ◆ **Response (Antwort-,Zielgröße):** Für die Response gilt es die Frage zu beantworten, ob sie direkt oder indirekt das gewünschte Ergebnis misst. Direkte Messungen sind besser. Was sind die genauen Ziele?
- ◆ **Versuchsraum:** Die Definition des Versuchsraumes ist von zentraler Bedeutung, weil ein zu kleiner Versuchsraum kaum signifikante Wirkungen zeigt und ein zu großer Versuchsraum Modelle höheren Grades erfordert. Eventuell muss der Versuchsraum durch Vorversuche abgeklärt werden.
- ◆ **Redundanz:** Die Redundanz sollte größer 1 sein. Ist die Redundanz gleich 1, ist ein Zentralpunkt oder Kontrollpunkte (Mischungsanalysen) erforderlich. Auch sind ausreichende Wiederholungen des gesamten Versuchsplanes oder des Zentralpunktes erforderlich, sonst droht Kaffeersatzleserei. Die Redundanz wird durch den Quotienten:

$$\text{Redundanz} = \frac{\text{Anzahl verschiedener Versuche}}{\text{Anzahl zuschätzender Wirkungen}}$$

1 **Spenhoff, Eckehardt**, Prozess-Sicherheit II. Statistische Versuchsplanungen für Ingenieure in Prozess- und Produktentwicklung, GRIN Verlag 2017

Bei einer Redundanz von 1 und keinen Wiederholungen kann das Regressionsmodell nicht verifiziert werden. Damit geht eine wichtige Eigenschaft der Analyse von Versuchsplänen verloren. OQM-Stat erlaubt keine Schätzung von Regressionsmodellen in denen keine Versuchsstreuung berechnet werden.

- ◆ **Wiederholungen:** Die Wiederholung von Versuchen sind unerlässlich, ermöglichen sie doch im Falle einer Redundanz größer 1 die Modellanpassung zu überprüfen, den Versuchsfehler bei gleichzeitiger Verkleinerung desselben zu schätzen, auch kleinere Wirkungen noch erkennen zu können.

2 Faktorielle und teilfaktorielle Versuche

Im Gegensatz zu kommerziellen Programmen beschränkt sich OQM-Stat auf wesentliche Versuchspläne, die da sind: 2^2 , 2^3 , 2^4 , 2^{5-1} , 2^{6-1} . Alle faktoriellen Versuchspläne sind entweder vollständig oder mindestens vom Lösungstyp V. In der Praxis werden häufig auch faktorielle Versuchspläne des Lösungstyp III und Lösungstyp IV angewendet. Der Grund liegt in der geringen Anzahl von Versuchen mit denen man viele Faktoren untersuchen kann. Aber auch Desinteresse an Wechselwirkungen hilft nicht, weil Hauptwirkungen mit 2-fach-Wechselwirkungen oder 2-fach-Wechselwirkungen untereinander vermenget sind. Solche Versuchspläne liefern keine vertrauenswürdigen Modelle und sind ungeeignet zur Optimierung von Prozessen. Der Wunsch nach kleinen Versuchsplänen kann allenfalls mit dem Lösungstyp V erfüllt werden, weil 2-fach-Wechselwirkungen mit 3-fach-Wechselwirkungen vermenget sind. Das ist deshalb möglich, weil 3-fach-Wechselwirkungen Null oder sehr klein sind. Sollte eine 3-fach-Wechselwirkungen bedeutsam sein wird dies zu einem Anpassungsdefekt führen und ein Modell zweiten Grades (CCD, CCI, BBD) erforderlich machen. Bezüglich der Anzahl von Versuchen ist dies nur die halbe Wahrheit, denn es muss einen oder mehrere Zentralpunkte geben damit die Modellanpassung geprüft werden kann.

Name des Faktors	Minimum	Maximum
Temperatur	30	60
Druck	5	10
Geschwindigkeit	100	120
Dauer	12	25

Planung faktorieller Versuche

Das Menü erlaubt die Definition von 2 bis 6 Faktoren oder 4 bis 32 verschiedenen Versuchseinstellungen. Soll eine Wirkung, die in etwa einer Standardabweichung der Prozessstreuung entspricht, als signifikant erkannt werden, muss die vorgegebene Anzahl an Wiederholungen (OQM-Stat) bestätigt werden. Die Approximationsformel für die Gesamtanzahl von Versuchen lautet:

$$N = \left(\frac{4 \cdot k \cdot \sigma}{\text{Effekt}} \right)^2$$

Der Effekt ist die Differenz zwischen der Plus-Einstellung und der Minus-Einstellung eines Faktors. Unterstellen wir eine Standardabweichung und ein Effekt gleich 1, ist die Gesamtzahl der durchzuführenden Versuche somit immer mindestens 64 (bei zwei Standardabweichungen sind es 256 Versuche). Selbstverständlich dürfen sie die Anzahl der Wiederholungen frei wählen, sie verringern oder steigern damit das Erkennen von signifikanten Wirkungen. Auch eine zu hohe Anzahl von Wiederholungen ist nicht erstrebenswert, weil sonst auch kleinste (nicht relevante) Wirkungen signifikant werden. Ein einfacher Test soll die Wichtigkeit von Wiederholungen demonstrieren, dazu definieren wir eine Funktion ($Y = 1 \cdot X_1 + 1 \cdot X_2 + 1 \cdot X_1 \cdot X_2$) und addieren normalverteilte Zufallswerte (0,1) hinzu. Die Daten stehen in der folgenden Tabelle.

Testdurchführungs-Matrix			Zielgröße	Analyse-Matrix		
Versuch	X1	X2	Y	X1	X2	X1X2
1	-1	-1	-1.06465964	-1	-1	1
2	1	-1	-1.47695828	1	-1	-1
3	-1	1	-1.00344771	-1	1	-1
4	1	1	2.62653220	1	1	1
7	0	0	-0.37556586	0	0	0
8	0	0	3.31498280	0	0	0
9	0	0	1.84120209	0	0	0

Einfaches Beispiel 2^2 plus 3 Zentralpunkte

Der Zentralpunkt musste definiert werden, weil die Redundanz 1 ist und sonst keine Streuung berechnet werden kann. Das Ergebnis der Regressionsanalyse zeigt das zu erwartende Ergebnis.

Regressionsstatistiken für Y								
			Ursache	SSQ	FG	MSS	F-Stat	p-Wert
Anz. Beob.:	7							
Anz. fehl. Beob.:	0		TSS	23.6099	6	3.9350		
R ² :	0.4663		RSS	11.0096	3	3.6699	0.8738	0.5429
St.Abw. Error:	2.0494		Error	12.6003	3	4.2001		
AIC_ols:	12.1147		LoF	5.6982	1	5.6982	1.6512	0.3275
BIC_ols:	11.8983		pure Error	6.9021	2	3.4510		
Variable	Koeffizient	SE	SE (HC2)	t_SE	t_HC2	p_SE	p_HC2	VIF
Konstante	0.5517	0.7746	0.8408	0.7123	0.6562	0.2638	0.2793	
X1	0.8044	1.0247	1.1935	0.7850	0.6740	0.2449	0.2743	1.0000
X2	1.0412	1.0247	1.1935	1.0161	0.8723	0.1922	0.2236	1.0000
X1X2	1.0106	1.0247	1.1935	0.9862	0.8467	0.1984	0.2297	1.0000
Prüfung auf Heteroskedastizität				Prüfung auf Normalität				
	BP-Test:	0.00000000	1.00000000		AD-Test:	1.1848	0.0043	

Regressionsanalyse eines minimalen Experiments

Ohne auf die Details einzugehen², ist klar, dass keine der Wirkungen für X1, X2 und X1X2 signifikant ist. Die geschätzten Parameter (Regressionskoeffizienten) der Faktoren und der Wechselwirkung X1X2 passen halbwegs. Die Versuchsstreuung zeigt uns ein falsches Ergebnis. Wegen zu wenig Wiederholungen ist dieser Versuchsplan völlig ungeeignet. Ein Versuchsplan nach den Vorgaben zeigt ein anderes Bild.

Alle Faktoren (X1 und X2) und auch die Wechselwirkung (X1X2) sind signifikant, auch die Größen der Parameter sind zutreffende Schätzungen. Auch der Versuchsfehler wurde zu treffend geschätzt. Das Beispiel zeigt, wie wichtig ausreichende Wiederholungen sind. Das heißt aber nicht, dass immer eine große Anzahl Wiederholungen notwendig sind. Es ist das Zusammenspiel zwei Kenngrößen dem Versuchsfehler und dem Effekt (ist die Differenz zwischen der Zielgröße für die minus- und plus-Einstellung die als relevant erachtet wird) welche die Gesamtzahl der Versuche und damit der notwendigen der Wiederholungen bestimmen.

Regressionsstatistiken für Y								
			Ursache	SSQ	FG	MSS	F-Stat	p-Wert
Anz. Beob.:	65		TSS	179.6610	64	2.8072		
Anz. fehl. Beob.:	0		RSS	124.1266	3	41.3755	45.4477	0.0000
R ² :	0.6909		Error	55.5344	61	0.9104		
St.Abw. Error:	0.9541		LoF	0.3988	1	0.3988	0.4339	0.5126
AIC_ols:	-2.2300		pure Error	55.1356	60	0.9189		
BIC_ols:	6.4676							
Variable	Koeffizient	SE	SE (HC2)	t_SE	t_HC2	p_SE	p_HC2	VIF
Konstante	0.0342	0.1183	0.1180	0.2887	0.2896	0.3869	0.3865	
X1	0.7409	0.1323	0.1228	5.5991	6.0314	0.0000	0.0000	1.0000
X2	0.8234	0.1323	0.1228	6.2230	6.7034	0.0000	0.0000	1.0000
X1X2	1.0771	0.1323	0.1228	8.1405	8.7689	0.0000	0.0000	1.0000
Prüfung auf Heteroskedastizität			Prüfung auf Normalität					
BP-Test:	2.2240	0.1359	AD-Test:		0.6594	0.0852		

Regressionsanalyse eines Experiments mit gewünschten Wiederholungen

2.1 Charakterisierung der faktoriellen Versuchsplänen

Die Würfelpunkte eines faktoriellen Versuchsplanes ergeben sich aus 2^k , wobei k die Anzahl der Faktoren ist. Die zu schätzenden Parameter ergeben sich aus folgender Definition $1+k+((k-1)*k)/2$, dabei steht die 1 für die Regressionskonstante, k für die Regressionskoeffizienten der Faktoren und $((k-1)*k)/2$ für die Regressionskoeffizienten der zweifachen Wechselwirkungen. Bei faktoriellen Versuchen nutzt man bevorzugt den Begriff des Effekts, der Zusammenhang mit den Regressionskoeffizient ist leicht hergestellt.

$$\text{Effekt}_i = 2 \cdot \text{Regressionskoeffizient}_i$$

² Spenhoff, Eckehardt, Prozess-Sicherheit III. Angewandte Statistik mit Excel, GRIN Verlag 2017

Die Zentralpunkte sind charakterisiert durch die Einstellung 0 d.h. sie tragen nichts zur Schätzung der Effekte oder wenig zur Schätzung der Regressionskoeffizienten bei. Deshalb tragen auch Wiederholungen im Zentralpunkt nicht zu besserer Schätzung der Regressionskoeffizienten bei. Somit sind die wichtigsten Aufgaben der Zentralpunkte die Prüfung der Modelladäquazität und die Ermittlung des Versuchsfehlers. Will man die Schätzung der Regressionskoeffizienten verbessern, müssen die Würfelpunkte wiederholt werden. Je größer die Anzahl an Würfelpunkten um weniger Wiederholungen bedarf der Versuchsplan. Folgende Tabelle zeigt den Zusammenhang.

Faktoren	Würfelpunkte	minus-Niveau	plus-Niveau
2	4	2	2
3	8	4	4
4	16	8	8
5-1	16	8	8
6-1	32	16	16

Effizienz der Versuchspläne

Wie leicht erkennbar wird jeder Effekt aus der Differenz von $((Y+) - (Y-))/2^{k-1}$ berechnet, d.h. je höher die Anzahl an Würfelpunkten umso mehr Punkte werden zur Schätzung der Effekte verwendet. Dies bedeutet, wenn die Versuchsstreuung klein gegenüber einem bedeutsamen Effekt ist, können brauchbare Ergebnisse auch nur mit wiederholten Zentralpunkten erreicht werden. Es sind Versuchspläne mit gleich oder mehr als 16 Versuchen prädestiniert dafür, nur den Zentralpunkt zu wiederholen. Um die Anzahl der Würfelpunkte nicht exponentiell wachsen zu lassen, nutzt man teilfaktorielle Versuchspläne. Diese Versuchspläne existieren in unterschiedlicher Qualität (Lösungstypen).

- ◆ **Lösungstyp III.:** Es sind Hauptwirkungen vermengt mit 2fach-Wechselwirkungen
- ◆ **Lösungstyp IV.:** Es sind 2fach-Wechselwirkungen vermengt mit 2fach-Wechselwirkungen
- ◆ **Lösungstyp V.:** Es sind 2fach-Wechselwirkungen vermengt mit 3fach-Wechselwirkungen
- ◆ **Lösungstyp VI.:** Es sind 3fach-Wechselwirkungen vermengt mit 3fach-Wechselwirkungen

Da in der Regel 2fach-Wechselwirkungen interessieren und bedeutsam sind, ist es klar, dass für Prozessoptimierungen nur der Lösungstyp V. und höhere Lösungstypen in Frage kommen. Deshalb verwendet OQM-Stat die teilfaktoriellen Versuchspläne 2^{5-1} und 2^{6-1} und reduziert so die Anzahl der Würfelpunkte deutlich.

Die Redundanz bei faktoriellen Versuchsplänen ist prinzipiell 1, weil aber höhere Wechselwirkung in OQM-Stat nicht berücksichtigt werden, ergibt sich folgende Tabelle.

Faktoren	Würfelpunkte	Parameter	Redundanz	Zentralpunkt	Redundanz
2	4	4	1.00000	1	1.25000
3	8	7	1.14286	1	1.28571
4	16	11	1.45455	1	1.54545
5-1	16	16	1.00000	1	1.06250
6-1	32	22	1.45455	1	1.50000

Redundanzfaktoren ausgewählter Versuchspläne

Die Redundanz in der vierten Spalte kann zur Berechnung des Versuchsfehlers verwendet werden und erlaubt auch ohne Zentralpunkt die Prüfung der Modelladäquatheit, Wiederholungen vorausgesetzt.

Der Zentralpunkt und auch die Prüfung auf Modelladäquatheit ist nicht erforderlich, wenn alle Faktoren kategoriell sind. Außerdem sind Zwischenwerte nicht einstellbar. Die optimale Lösung ist immer ein konkreter Würfelpunkt. In diesem Fall ist die Regressionsanalyse nicht die erste Wahl, sondern eine Varianzanalyse mit festen Faktoren. Es kann aber auch die Regressionsanalyse verwendet werden, man muss nur beachten, dass die kategorielle Faktoren nur Werte -1 und 1 einnehmen dürfen. Wenn man sowohl kategorielle wie auch stetige Faktoren im Versuchsplan wünscht, sollten wieder Zentralpunkte definiert werden, dies muss manuell bewerkstelligt werden, weil OQM-Stat dieses nicht unterstützt. Ein Beispiel für Zentralpunkte bei 2 stetigen und 2 kategoriellen Faktoren zeigt folgende Tabelle.

X1	X2	C	D
0	0	-1	-1
0	0	1	-1
0	0	-1	1
0	0	1	1

Zentralpunkte bei stetigen und kategoriellen Faktoren

2.2 Analyse faktorieller Versuchspläne

Die multiple Regression ist ein universelles Verfahren lineare Zusammenhänge zu analysieren. Um die Analyse einfach durchführen zu können, wurden zwei Matrizen definiert. Die Test-Durchführungsmatrix (reale Werte der Faktoren) wird ausschließlich verwendet die Versuche zu realisieren. Die Versuche sollten in zufälliger Anordnung erfolgen. Dazu können Zufallswerte in der freien Spalte definiert werden und dann werden beide Matrizen nach diesen Zufallszahlen sortiert. Die zeilenweise Zuordnung der Matrizen darf dabei nicht zerstört werden, weil sonst keine Analyse durchgeführt werden kann. In der Analyse-Matrix stehen die kodierten Werte (-1,1 und 0) und die zu schätzenden Wirkungen der realen Werte. Ein Beispiel soll das Vorgehen darstellen.

Ein Ingenieur möchte die Filtrationsrate (Leistung) eines Prozesses zur Herstellung einer Chemikalie erhöhen und die Menge des im Prozess verwendeten Formaldehyds

reduzieren. Frühere Versuche, den Formaldehyd zu reduzieren, haben die Filtrationsrate gesenkt. Die aktuelle Filtrationsrate beträgt 280 Liter pro Stunde. Es werden drei Faktoren berücksichtigt:

- ◆ Temperatur (X1), von 60 bis 90 Grad Celsius
- ◆ Formaldehydkonzentration (X2) Anteil von 2 bis 3 Prozent
- ◆ Rührgeschwindigkeit (X3). Drehzahl von 3000 bis 4500

Mit diesen Informationen kann ein Versuchsplan erstellt werden. Dabei wurde die Wirtschaftlichkeit berücksichtigt, dass bedeutet, es wurde nur zwei Wiederholungen und kein Zentralpunkt verwendet. Ähnliche Versuche zeigten, dass dies ausreichend zur Prozessbeurteilung ist. Wir rufen OQM-Stat in Excel auf und füllen das Menü aus. Danach wird der Startbutton gedrückt und es erscheint ein neues Arbeitsblatt mit dem Namen „Daten“ in welchem der Versuchsplan ausgegeben wurde.

Testdurchführung Matrix					Analyse Matrix					
Versuch	Temp.	Form.	Rühr.	Zufallszahl	Temp.	Form.	Rühr.	X1X2	X1X3	X2X3
13	60	2	4500	0.046222122	-1	-1	1	1	-1	-1
8	90	3	4500	0.082606172	1	1	1	1	1	1
9	60	2	3000	0.131850279	-1	-1	-1	1	1	1
5	60	2	4500	0.296523804	-1	-1	1	1	-1	-1
15	60	3	4500	0.311785451	-1	1	1	-1	-1	1
4	90	3	3000	0.331480436	1	1	-1	1	-1	-1
11	60	3	3000	0.380602949	-1	1	-1	-1	1	-1
2	90	2	3000	0.424945359	1	-1	-1	-1	-1	1
12	90	3	3000	0.45282519	1	1	-1	1	-1	-1
1	60	2	3000	0.637084984	-1	-1	-1	1	1	1
10	90	2	3000	0.740791642	1	-1	-1	-1	-1	1
7	60	3	4500	0.828258984	-1	1	1	-1	-1	1
3	60	3	3000	0.854538495	-1	1	-1	-1	1	-1
6	90	2	4500	0.858559513	1	-1	1	-1	1	-1
16	90	3	4500	0.874710604	1	1	1	1	1	1
14	90	2	4500	0.915729462	1	-1	1	-1	1	-1

Faktorieller Versuchsplan nach Randomisierung

Dieser Versuchsplan wird nun randomisiert, dazu werden Zufallszahlen mit Excel (Zufallszahl()) erzeugt. Diese Zufallszahlen werden kopiert und als Werte zurück geschrieben. Dann wird der gesamte Datenbereich mit Überschriften selektiert und die Daten nach den Zufallszahlen sortiert. Nun können die Zufallszahlen gelöscht werden.

Die Durchführung der Versuche findet Charge für Charge statt. Deswegen ist eine Umsortierung nach niedrigen und dann hohen Temperaturen nicht notwendig. Entsprechend der Zufallsordnung wird zuerst Versuch 13, gefolgt vom 8 usw. realisiert. Bei jedem Versuch ist darauf zu achten, dass die Randbedingungen eingehalten werden. Speziell die eingesetzte Menge einer Charge muss gleich sein, weil dies sonst die Zielgröße verzerren würde. Jeder Messwert der Filtrationsrate muss auf Plausibi-

lität hin beurteilt werden. Nicht plausible Messwerte können wegen der geringen Anzahl an Wiederholungen das Ergebnis der Analyse verzerren. Gibt es den Verdacht einen nicht plausiblen Messwert zu haben, dann empfiehlt es sich, den Versuch zu wiederholen. Die Eingabe der Messwerte erfolgt in der Reihenfolge der durchgeführten Versuche (Zufallsordnung ist einzuhalten), dies kann aber an beliebiger Stelle im Arbeitsblatt geschehen. Empfohlen wird aber die Eingabe zwischen den beiden Matrizen. Wenn der Platz nicht ausreichend ist, weil es mehr als eine Zielgröße gibt, können beliebig viele Spalten eingefügt werden. Sollte dies erledigt sein, empfiehlt es sich das gesamte Arbeitsblatt zu duplizieren. Wir würden bei einer Regressionsanalyse nicht signifikante Größen eliminieren, um das Regressionsmodell zu vereinfachen. Dabei würden wir den Originaldatensatz verändern und der Originaldatensatz stände nicht mehr zur Verfügung, hätten wir kein Duplikat erstellt.

Testdurchführung Matrix					Analyse Matrix					
Versuch	Temp.	Form.	Rühr.	Filtration	Temp.	Form.	Rühr.	X1X2	X1X3	X2X3
13	60	2	4500	170.3	-1	-1	1	1	-1	-1
8	90	3	4500	325.5	1	1	1	1	1	1
9	60	2	3000	181.7	-1	-1	-1	1	1	1
5	60	2	4500	162.8	-1	-1	1	1	-1	-1
15	60	3	4500	265.0	-1	1	1	-1	-1	1
4	90	3	3000	227.1	1	1	-1	1	-1	-1
11	60	3	3000	302.8	-1	1	-1	-1	1	-1
2	90	2	3000	268.7	1	-1	-1	-1	-1	1
12	90	3	3000	246.0	1	1	-1	1	-1	-1
1	60	2	3000	170.3	-1	-1	-1	1	1	1
10	90	2	3000	246.0	1	-1	-1	-1	-1	1
7	60	3	4500	283.9	-1	1	1	-1	-1	1
3	60	3	3000	257.4	-1	1	-1	-1	1	-1
6	90	2	4500	378.5	1	-1	1	-1	1	-1
16	90	3	4500	363.4	1	1	1	1	1	1
14	90	2	4500	393.6	1	-1	1	-1	1	-1

Datensatz mit Filtrationswerten

Nach diesen Vorbereitungen kann die eigentliche Analyse beginnen. Wir starten die multiple Regression von OQM-Stat und füllen das Formblatt aus.

OLS Regression Form

X Variablen mit Namen einlesen ! Filtration_Dat!\$F\$2:\$K\$18

Y Variable mit Namen einlesen ! Filtration_Dat!\$E\$2:\$E\$18

mit Regressionskonstante Ausgabe der Residuen Mischungsanalysen

Typ des robusten Standardfehler
 HC0 HC1 HC2 HC3

Ausgabe der Regression
 Neues Tabellenblatt
 Ausgabe beginnend in Zelle ?

Ausgabe der Matrizen
 Ausgabe der Ergebnisse

Ausführen

Beenden

OQM-Stat 3.3.1
 copyright 2017
 E. Spenhoff & HJK
 oqm@espenhoff.de

Eingabeformblatt der multiplen Regression

Zuerst wird der Bereich der Faktoren mit allen auch abgeleiteten Wirkungen mit Namen eingelesen, dann machen wir das gleiche mit einer Zielgröße (Y Variable). Die Regression wird mit der Regressionskonstanten und der Ausgabe der Residuen durchgeführt. Der Typ des robusten Standardfehlers spielt nur in ökonomischen Regressionsanalysen eine Rolle, wenn die Residuen nicht gleich gestreut sind. Wir drücken den Button **Ausführen** und erhalten das Analyseergebnis der Regressionsrechnung.

Regressionsstatistiken für Filtration								
		Ursache	SSQ	FG	MSS	F-Stat	p-Wert	
Anz. Beob.:	16	TSS	82098.277500	15	5473.218500			
Anz. fehl. Beob.:	0	RSS	79376.237500	6	13229.372917	43.74085474		0.000003
R ² :	0.96684413	Error	2722.040000	9	302.44888889			
St.Abw. Error:	17.39105773	LoF	151.290000	1	151.29000000	0.47080424		0.512009
AIC_ols:	96.18477050	pure Error	2570.750000	8	321.34375000			
BIC_ols:	101.59289155							
Variable	Koeffizient	SE	SE (HC2)	t_SE	t_HC2	p_SE	p_HC2	VIF
Konstante	265.18750000	4.34776443	4.34776443	60.99398993	60.99398993	0.00000000	0.00000000	
X1	40.91250000	4.34776443	4.34776443	9.41000844	9.41000844	0.00000296	0.00000296	1.000000
X2	18.70000000	4.34776443	4.34776443	4.30106099	4.30106099	0.00099378	0.00099378	1.000000
X3	27.68750000	4.34776443	4.34776443	6.36821531	6.36821531	0.00006502	0.00006502	1.000000
X1*X2	-34.30000000	4.34776443	4.34776443	-7.88911187	-7.88911187	0.00001237	0.00001237	1.000000
X1*X3	31.46250000	4.34776443	4.34776443	7.23647762	7.23647762	0.00002443	0.00002443	1.000000
X2*X3	-2.12500000	4.34776443	4.34776443	-0.48875693	-0.48875693	0.31835132	0.31835132	1.000000
Prüfung auf Heteroskedastizität			Prüfung auf Normalität					
BP-Test:	2.16310396	0.14135889		AD-Test:	0.49216127	0.21816024		

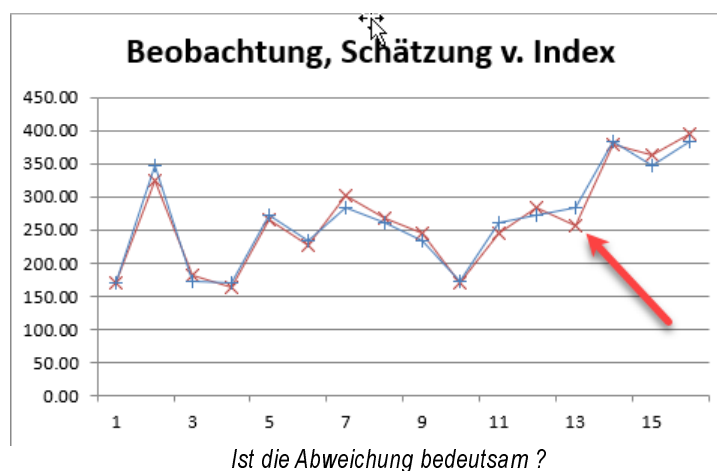
Regressionsanalyse für Filtration

Wir interpretieren das Ergebnis von links nach rechts im oberen Bereich. Die Anzahl der Beobachtungen ist 16, keine der Beobachtungen ist fehlerhaft. Das Bestimmtheitsmaß ist mit 0.96684 hoch, d.h. 96.684 % der Gesamtstreuung lassen sich durch das Regressionsmodell erklären. Der Versuchsfehler ist mit 17.39 sehr hoch, sodass Vorhersagen erhebliche Unsicherheiten aufweisen. AIC und BIC lassen sich nur im Vergleich mit anderen Modellen interpretieren. In der Anova wird das Regressionsmodell geprüft, der p-Wert für die Regression ist 0.0000, somit kann die Nullhypothese (keine Regression vorhanden) auf hohem Niveau verworfen werden. Der p-Wert 0.512 für den Mangel an Anpassung (Nullhypothese: Kein Mangel an Anpassung) kann die Nullhypothese nicht verworfen werden, somit wird eine ausreichende Modellanpassung bestätigt. Im mittleren Teil stehen die Regressionskoeffizienten mit ihrer Streuung. Die p-Werte zeigen ob diese Regressionskoeffizienten signifikant sind. Bis auf die Wechselwirkung X2X3 sind alle Wirkungen signifikant. Die Wechselwirkung X2X3 kann weggelassen werden, ohne das Regressionsmodell zu verändern. Der Grund ist die Orthogonalität (bestätigt durch den Varianzinflationsfaktor VIF = 1) faktorieller Versuche. Orthogonalität wird erreicht durch die Kodierung der Faktoren und erlaubt unabhängige Schätzungen aller Wirkungen. Im unteren Teil der Analyse finden zwei Tests auf Ungleichgestreutheit und Normalverteilung der Residuen statt. Bei einem p-Wert von 0.14136 kann die Nullhypothese (die Residuen sind gleichgestreut) nicht verworfen werden. Auch bei der Prüfung auf Normalverteilung der Residuen kann die Nullhypothese (Die Residuen sind normalverteilt) mit einem p-Wert von 0.21816 nicht verworfen werden.

Analyse der Residuen									
Nr.	beobachtet	geschätzt	Residual	Std.Residual	Hebel	stud. Res	del. Res	Cooks D	Dffits
1	170.30000000	169.62500000	0.67500000	0.03881305	0.43750000	0.05175073	0.04879832	0.00029757	0.043036
2	325.50000000	347.52500000	-22.02500000	-1.26645546	0.43750000	-1.68860728	-1.92612886	0.31682162	-1.698685
3	181.70000000	172.92500000	8.77500000	0.50456966	0.43750000	0.67275954	0.65086060	0.05028949	0.574005
4	162.80000000	169.62500000	-6.82500000	-0.39244307	0.43750000	-0.52325742	-0.50101158	0.03042204	-0.441850
5	265.00000000	271.37500000	-6.37500000	-0.36656770	0.43750000	-0.48875693	-0.46704442	0.02654259	-0.411894
6	227.10000000	233.47500000	-6.37500000	-0.36656770	0.43750000	-0.48875693	-0.46704442	0.02654259	-0.411894
7	302.80000000	283.17500000	19.62500000	1.12845350	0.43750000	1.50460467	1.63968735	0.25153725	1.446068
8	268.70000000	260.42500000	8.27500000	0.47581925	0.43750000	0.63442566	0.61198326	0.04472177	0.539718
9	246.00000000	233.47500000	12.52500000	0.72019771	0.43750000	0.96026362	0.95562257	0.10245625	0.842779
10	170.30000000	172.92500000	-2.62500000	-0.15093964	0.43750000	-0.20125285	-0.19017141	0.00450030	-0.167715
11	246.00000000	260.42500000	-14.42500000	-0.82944926	0.43750000	-1.10593235	-1.12168243	0.13589848	-0.989230
12	283.90000000	271.37500000	12.52500000	0.72019771	0.43750000	0.96026362	0.95562257	0.10245625	0.842779
13	257.40000000	283.17500000	-25.77500000	-1.48208352	0.43750000	-1.97611136	-2.47619589	0.43389068	-2.183799
14	378.50000000	382.97500000	-4.47500000	-0.25731615	0.43750000	-0.34308820	-0.32560292	0.01307883	-0.287154
15	363.40000000	347.52500000	15.87500000	0.91282544	0.43750000	1.21710059	1.25545476	0.16459265	1.107207
16	393.60000000	382.97500000	10.62500000	0.61094616	0.43750000	0.81459488	0.79798823	0.07372943	0.703759

Residuenanalyse für Filtration

Die Residuenanalyse wird häufig zu unrecht vernachlässigt. Die Spalten zeigen die beobachteten Werte im Vergleich zu den geschätzten Werten. Aus diesen werden die Restabweichungen (Residuen) berechnet. Im nächsten Schritt werden die Residuen standardisiert ($NV(0, 1)$). Als nächstes werden die Hebelwirkungen mit Hilfe der HAT-Matrix bestimmt, diese sollten möglichst klein (max. 0.4) sein. Die Hebelwirkungen hängen von der Anzahl der Wiederholungen und von der Lage zum Zentrum des Versuchsraumes ab. In dem Beispiel sind alle Hebelwirkungen gleich, weil jeder Versuch die gleiche Anzahl von Wiederholungen hat und jeder Versuch gleichweit vom Zentrum entfernt ist. Die studentisierten Residuen berücksichtigen die Hebelwirkungen und stellen eine bessere Schätzung der Residuen dar, welche vom Zentrum entfernt sind.



Das gelöschte Residuum zeigt wie sich das Residuum ändert wenn der dazugehörige Wert in der Regression nicht berücksichtigt wird. Die Auswirkung sollte klein sein. Dies ist bei der Beobachtung 13 nicht der Fall. Auch Cook's D zeigt einen auffällig großen Wert, aber erst die DFFITS zeigen ein signifikantes Resultat, d.h., dieser Wert beeinflusst die Prognose von Werten des Regressionsmodell deutlich. Im Normalfall würde man diesen Versuch wiederholen und gegebenenfalls durch die neue Messung ersetzen. Diesen Versuch einfach zu streichen verbessert die Regressionsfunktion, ist aber eine unerlaubte Maßnahme weil sie der Manipulation Tür und Tor öffnet. Es bleibt fest zu halten, dass ein Versuch die Prognosen mit Hilfe der Regressionsfunktion deutlich beeinflusst. Durch Überlegungen lassen sich optimale Einstellungen definieren, dies ist im kleinen Regressionsmodell einfach. Es kann aber auch die in OQM-Stat implementierte Polyoptimierung angewendet werden. Dazu muss eine VBA-Funktion definiert werden.

VBA-Funktion für Filtration (Simulation Z=1 und Optimierung Z=0)

So gerüstet steht der Polyoptimierung nichts im Wege und wir wählen die Polyoptimierung im Regressionsmodul. Es öffnet sich folgendes Formblatt für die Eingabe der notwendigen Daten.

OQM-Stat 3.3.1
copyright 2017
E. Spenhoff & HJK
oqm@espenhoff.de

Anzahl der Antwortgrößen (1 bis 6):

Anzahl der Faktoren (2 bis 6):

Zielgröße	Optimum	UGW	Ziel	OGW
Filtrat	größer	280	400	
Y2	größer			
Y3	größer			
Y4	größer			
Y5	größer			
Y6	größer			

Faktor	Minimum	Maximum
Temp	60	90
Form	2	3
Rühr	3000	4500
X4		
X5		
X6		

Starten

Beenden

Eingabeformblatt für gradientenbasierte Polyoptimierung

Die Eingaben sind selbst erklärend, da für die Filtration gilt je größer je besser wird kein oberer Grenzwert definiert. Wenn man kleiner je besser einstellt wird nur ein

Zielwert und ein oberer Grenzwert definiert. Nur bei der Einstellung Ziel müssen der Zielwert, unterer und oberer Grenzwert festgelegt werden.

Definition der Zielwerte und Berechnung des Optimums									
Zielgrößenwerte					Optimierungsergebnis				
Zielgrößen	Ymin	Y1	Zielwert	Y2	Ymax	Kenngrößen		Werte	
Y1	250	392.5	380			Anzahl der Zielgrößen		1	
						Produktsumme ind. Wunschwerte		1	
						aggregierter Wunschwert			
						1			
Funktionen zur Ermittlung der Wunschkfunktion									
Zielgrößen	steigende Gerade		Approximations-Polynom 4-ten Grades					fallende Gerade	
	a1	b1	A	B	C	D	E	a2	b2
Y1	-1.92307692	0.00769231							
Start- und Ergebniswerte					Definiton der Zielgrößen und Wunschwerte				
Faktoren	cod. Fak.	reale Fak.	Schrittweite	Zentrum	Zielgrößen	opt. Richt.	Antwort	Bezeichner	Wunschwert
Temp	1	90	15	75	Y1	größer	380.85	1	1
Form	-1	2	0.5	2.5					
Rühr	1	4500	750	3750					

Template für die gradientenbasierte Polyoptimierung

Nachdem die Polyoptimierung gestartet wurde öffnet sich ein Template in dem weitere Eingaben notwendig sind. Grün markierte Zellen können verändert werden, auch die codierten Faktoren dürfen vor der Optimierung geändert werden. Hier werden die Startwerte für die Polyoptimierung festgelegt. Im der orange-farbigen Bereich werden die VBA-Funktionen [=Filtrat(B21,B22,B23,0)] eingegeben. Im nächsten Schritt wird der Excel-Solver aufgerufen. Dort wird der aggregierte Wunschwert als Ziel (G8 immer Maximum) definiert, dann folgen die codierten Faktoren als veränderliche Zellen (B21:B23) zur Zielerreichung. Nun müssen wir dem Solver mitteilen in welchen Bereichen [für jeden Faktor gilt (-1 <= Faktor =< 1)] die Lösung des Optimum gesucht wird. Dies ist notwendig, weil der Solver sonst irreguläre Lösungen findet. Der Button für „Nicht eingeschränkte Variablen als nicht-negativ festlegen“ muss deaktiviert werden.

Formblatt für den Excel-Solver

Unter Optionen sollten an dem Solver weitere Verbesserung eingestellt werden.

Eingabe für Solver-Optionen

Wir wählen GRG-Nichtlinear und erhöhen die Konvergenz auf 0.0000001. Für die Ableitungen ist *Zentral* zu wählen, dies ist aufwendiger zu berechnen aber präziser. Es sollte *Mehrfachstart* aktiviert werden, damit der Solver mit unterschiedlichen Startwerten arbeitet. Außerdem sollte *Grenzwerte für Variablen vorschreiben* deaktiviert werden. Nach diesen Eingaben kann der Solver für die Lösung gestartet werden. Das Optimierungsergebnis (siehe Abb. 16) ist hervorragend, so konnte die Filtrationsrate um rund 100 Liter gesteigert werden. Gleichzeitig konnte der Einsatz von Formaldehyd deutlich gesenkt werden.

3 Antwortflächen-Versuchspläne

Unter den Antwortflächen-Versuchsplänen (Response Surface Methodology kurz: RSM) verbergen sich Versuchspläne höherer Ordnung.

Planung von Antwortflächenversuchen

Anzahl Faktoren (2 bis 6): 3

Anzahl Wiederholung: 1

Wiederholungen im Zentralpunkt: 6

Sternpunktabstand (alpha): 1.681792830

Name des Faktors	Minimum	Maximum
X1	-1	1
X2	-1	1
X3	-1	1

Auswahl des Versuchsplans

- CCD (orthogonal)
- CCD (drehbar)
- CCI (drehbar)
- CCD (pseudo orthogonal)
- CCD (alpha = 1)
- 3^k Versuchsplan
- 3^k Versuchsplan mit Sternpunkten
- Box-Behnken
- Box-Behnken mit Sternpunkten

Starten

Beenden

OQM-Stat 3.3.1
copyright 2017
E. Spenhoff & HJK
oqm@espenhoff.de

Formblatt zur Definition eines Antwortflächen-Versuchsplanes

Aus neun Verfahren kann das passende Verfahren ausgewählt werden. Es gibt Versuchspläne mit wenig Wiederholungen und Versuchspläne mit vielen Versuchspunkten. Die zentral zusammengesetzter Versuchspläne (central composite Design, kurz CCD) heißen so, weil sie auf faktoriellen Versuchen aufbauen, dann wird ein Zentralpunkt und danach Sternpunkte hinzugefügt. Der Sternpunktabstand (Alpha) vom Zentrum und die Anzahl Wiederholungen im Zentrum definieren die Eigenschaften Orthogonalität und Drehbarkeit der Versuchspläne.

3.1 Orthogonaler CCD

Diese Versuchspläne sind flexibel und orthogonal für alle zu schätzenden Parameter. Sie werden häufig verwendet, wenn der gesamte Versuchsraum wiederholt wird. Faktorielle Versuchspläne können dank der Flexibilität leicht zu einem CCD erweitert werden. Die quadratischen Parameter werden durch die Sternpunkte festgelegt. Das vorgegebene Alpha darf nicht geändert werden, weil sonst die Orthogonalität verloren geht. Für alle Wirkungen zeigt eine Korrelationstabelle keine Abhängigkeiten.

	X1	X2	X3	X1*X2	X1*X3	X2*X3	X1 ^2	X2 ^2	X3 ^2
X1	1								
X2	0	1							
X3	0	0	1						
X1*X2	0	0	0	1					
X1*X3	0	0	0	0	1				
X2*X3	0	0	0	0	0	1			
X1 ^2	0	0	0	0	0	0	1		
X2 ^2	0	0	0	0	0	0	0	1	
X3 ^2	0	0	0	0	0	0	0	0	1

Korrelationstabelle für 3 Faktoren und orthogonalem Versuchsplan

Der Alphawert wird berechnet aus der Anzahl der Würfelpunkte, der Sternpunkte und der Zentralpunkte.

$$\alpha = \sqrt{\frac{1}{n_{Sp}} \cdot \left(\sqrt{n_{gesamt} \cdot n_{Zp} \cdot 2^{k-p}} - n_{Wp} \cdot 2^{k-p} \right)}$$

wobei

$$n_{gesamt} = n_{Wp} + n_{Sp} + n_{Zp}$$

$$n_{Wp} = 2^{k-p} \cdot \text{Wiederholung}$$

$$n_{Sp} = 2k \cdot \text{Wiederholung}$$

$$n_{Zp} = 1 \cdot \text{Wiederholung}$$

3.2 Drehbarer CCD

Im Gegensatz zu den orthogonalen CCD sind die drehbaren CCD weniger flexibel, weil das Alpha nur von den verschiedenen Würfelpunkte abhängt und die Anzahl der Versuche im Zentralpunkt fest vorgeben ist. In der Regel wird man den gesamten Versuch nicht wiederholen, weil man dadurch sehr viele Zentrumsunkte erhält. Wer die Drehbarkeit erhalten will darf weder das Alpha noch die Anzahl der Zentrumsunkte verändern. Eine Korrelationstabelle für alle Wirkungen zeigt kleine unbedeutende Abhängigkeiten.

	X1	X2	X3	X1*X2	X1*X3	X2*X3	X1 ^2	X2 ^2	X3 ^2
X1	1								
X2	0	1							
X3	0	0	1						
X1*X2	0	0	0	1					
X1*X3	0	0	0	0	1				
X2*X3	0	0	0	0	0	1			
X1 ^2	0	0	0	0	0	0	1		
X2 ^2	0	0	0	0	0	0	-0.0903	1	
X3 ^2	0	0	0	0	0	0	-0.0903	-0.0903	1

Korrelationstabelle für 3 Faktoren und drehbarem Versuchsplan

Der Alphawert wird berechnet aus der Anzahl der Würfelpunkte, der Sternpunkte und der Zentralpunkte.

$$\alpha = \left(\frac{c_{Wp} \cdot n_{Zp}}{c_{Sp}} \right) \frac{1}{4}$$

wobei

$$n_{gesamt} = n_{Wp} + n_{Sp} + n_{Zp}$$

$$n_{Wp} = 2^{k-p} \cdot c_{Wp}$$

$$n_{Sp} = 2k \cdot c_{Sp}$$

$$n_{Zp} = \left(n_{Wp} + 4 \cdot \sqrt{n_{Wp}} + 4 \right) \cdot \lambda_4 - n_{Wp} - n_{Sp}$$

Der Faktor λ_4 ist fest vorgegeben und errechnet sich ohne näher darauf einzugehen aus den Momenten eines drehbaren Versuchsplanes.

	2^2	2^3	2^4	2^{5-1}	2^{6-1}
λ_4	0.812	0.858	0.861	0.889	0.904

Tabelle ausgewählter λ_4 Werte

3.3 Drehbarer CCI

Kann der Versuchsbereich durch die Sternpunkte nicht erweitert werden, bietet sich ein CCI Design an. Hier werden die Sternpunkte auf 1 gesetzt und die Würfelpunkte werden entsprechend angepasst. Der Nachteil sind die krummen Würfelpunkte. Die statistischen Eigenschaften entsprechen denen eines drehbaren CCD.

3.4 Pseudo- orthogonaler CCD

Die pseudo- orthogonalen CCD verbinden die orthogonalen mit den drehbaren CCD. Von ihrer Konstruktion her sind es drehbare Versuchspläne, welche durch eine erhöhte Anzahl von Zentrumspunkten nahezu orthogonal sind. Vollständige Orthogonalität kann wegen der Ganzzahligkeit der Anzahl von Zentrumspunkten nicht erreicht werden. Ansonsten gelten die Regeln wie bei den drehbaren CCD. Eine Tabelle zeigt das angenähert Orthogonalität erreicht wird ohne die Bedingung der Drehbarkeit zu verletzen. Eine Korrelationstabelle für alle Wirkungen zeigt kleinste unbedeutende Abhängigkeiten.

	X1	X2	X3	X1*X2	X1*X3	X2*X3	X1 ^2	X2 ^2	X3 ^2
X1	1								
X2	0	1							
X3	0	0	1						
X1*X2	0	0	0	1					
X1*X3	0	0	0	0	1				
X2*X3	0	0	0	0	0	1			
X1 ^2	0	0	0	0	0	0	1		
X2 ^2	0	0	0	0	0	0	-0.0069	1	
X3 ^2	0	0	0	0	0	0	-0.0069	-0.0069	1

Korrelationstabelle für 3 Faktoren und pseudo-orthogonalem Versuchsplan

3.5 Flächenzentrierte CCD

Der flächenzentrierte Versuchsplan kann nicht empfohlen werden, er ist weder orthogonal noch drehbar. Leider ist man manchmal gezwungen, diese Versuchspläne anzuwenden, weil Alpha ungleich 1 aus technischen Gründen nicht realisiert werden kann und ein CCI aus anderen Gründen abgelehnt wird. Alpha ist bei diesen Versuchsplänen auf 1 festgelegt. Wiederholungen nur im Zentralpunkt verschlechtern den Versuchsplan, sodass die Empfehlung lauten muss, nur den gesamten Versuch zu wiederholen. Eine Korrelationstabelle für alle Wirkungen zeigt deutliche Abhängigkeiten der quadratischen Wirkungen untereinander.

	X1	X2	X3	X1*X2	X1*X3	X2*X3	X1 ^2	X2 ^2	X3 ^2
X1	1								
X2	0	1							
X3	0	0	1						
X1*X2	0	0	0	1					
X1*X3	0	0	0	0	1				
X2*X3	0	0	0	0	0	1			
X1 ^2	0	0	0	0	0	0	1		
X2 ^2	0	0	0	0	0	0	0.4	1	
X3 ^2	0	0	0	0	0	0	0.4	0.4	1

Korrelationstabelle für 3 Faktoren und flächenzentriertem Versuchsplan

3.6 Faktorieller 3^k Versuch

Die 3-stufigen Versuchspläne haben keine statistischen Eigenschaften, welche die Optimalitätskriterien von Versuchsplänen erfüllen. Außerdem steigt die Anzahl von Versuchen mit jedem zusätzlichen Faktor stark an. Der Grund für die Anwendung dieser Versuchspläne ist die Möglichkeit quadratische Wechselwirkungen in das Regressionsmodell aufzunehmen. Für zwei Faktoren gilt:

$$Y=b_0+b_1*X_1+b_2*X_2+b_{12}*X_1*X_2+b_{11}*X_1^2+b_{22}*X_2^2+b_{112}*X_1^2*X_2+b_{1122}*X_1*X_2^2+b_{11222}*X_1^2*X_2^2$$

Bei diesem Versuchsplan können 9 unbekannte Parameter berechnet werden, wir haben 9 Versuchspunkte, das ergibt eine Redundanz gleich 1. Zur Bestimmung von

Streuungen ist eine Wiederholung aller Versuche erforderlich. Auch für andere Anzahlen von Faktoren gibt es Einschränkungen, weil auch diese Versuchspläne reduziert wurden. Bei drei und vier Faktoren gibt es keine Einschränkungen. Bei fünf Faktoren können folgende Wirkungen

$$X1^2 * X5, X2^2 * X5, X3^2 * X5, X4^2 * X5, X1^2 * X5^2, X2^2 * X5^2, X3^2 * X5^2, X4^2 * X5^2$$

nicht berechnet werden und bei sechs Faktoren sind es die Wirkungen

$$X1^2 * X6, X2^2 * X6, X3^2 * X6, X4^2 * X6, X5^2 * X6, X1^2 * X6^2, X2^2 * X6^2, X3^2 * X6^2, X4^2 * X6^2, X5^2 * X6^2$$

Diese Einschränkungen sind sicherlich zu verkräften, weil bei 5 Faktoren 38 Koeffizienten und bei 6 Faktoren 54 Koeffizienten berechnet werden können. Eine Korrelationstabelle für alle Wirkungen zeigt keinerlei Abhängigkeiten der Wirkungen untereinander, dies bedeutet, dass die nachträgliche Orthogonalisierung den Versuchsplan vollständig von Abhängigkeit befreit hat.

	X1	X2	X3	X1*X2	X1*X3	X2*X3	X1^2	X2^2	X3^2	X1^2*X2	X1^2*X2^2	X1^2*X3	X1^2*X3^2	X2^2*X3	X2^2*X3^2	X1^2*X2^2	X1^2*X3^2	X2^2*X3^2	
X1	1																		
X2	0	1																	
X3	0	0	1																
X1*X2	0	0	0	1															
X1*X3	0	0	0	0	1														
X2*X3	0	0	0	0	0	1													
X1^2	0	0	0	0	0	0	0												
X2^2	0	0	0	0	0	0	0	1											
X3^2	0	0	0	0	0	0	0	0	1										
X1^2*X2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1									
X1^2*X2^2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1								
X1^2*X3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1							
X1^2*X3^2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1						
X2^2*X3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1					
X2^2*X3^2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1				
X1^2*X2^2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1			
X1^2*X3^2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1		
X2^2*X3^2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	

Korrelationstabelle für 3 Faktoren und einem 3³ Versuchsplan

Wegen der Unkorreliertheit der Wirkungen können im Falle nicht signifikanter Regressionskoeffizienten, diese in einem reduzierten Regressionsmodell unberück-

sichtigt bleiben. Diese 3^k Versuchspläne sind als Ausgangsbasis für quadratische, D-optimale Versuchspläne bestens geeignet.

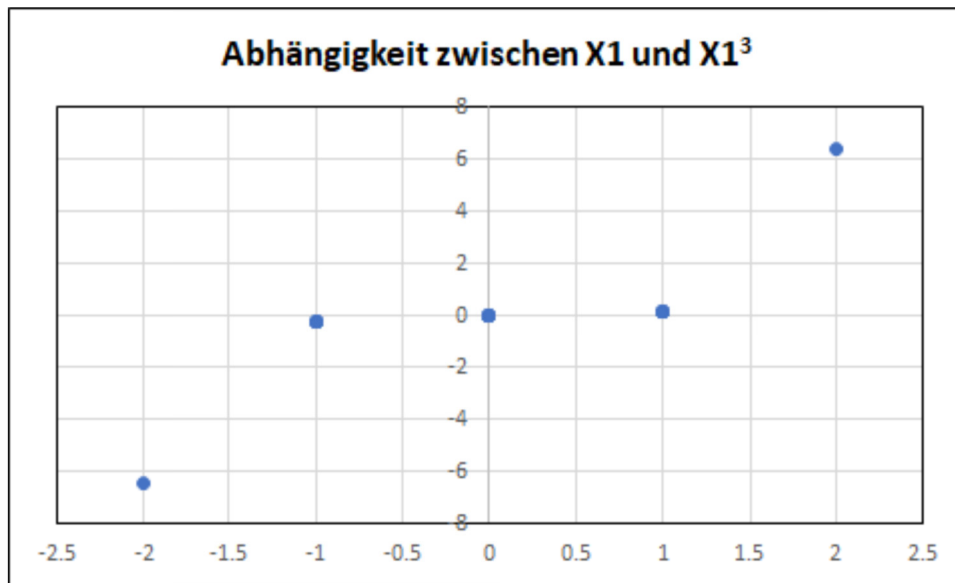
3.7 Faktorieller Versuch 3^k mit Sternpunkten

Für ein Modell mit kubischen Wirkungen gelten einige Einschränkungen, so ist eine vollständige Unkorreliertheit wie unter 3.6 definiert nicht erreichbar, allerdings kann nun zusätzlich ein kubisches Modell geschätzt werden. Das Alpha für die Sternpunkte muss mindestens 2 betragen. Eine Korrelationstabelle zeigt ein gänzlich anderes Ergebnis wie unter 3.6, damit sollte auch das Vorgehen angepasst werden. Alles im Allen betrachtet sollten 3^k faktorielle Versuche mit Sternpunkten nur unter besonderen Bedingungen verwendet werden.

	X1	X2	X3	X1*X2	X1*X3	X2*X3	X1^2	X2^2	X3^2	X1^2*X2	X1^2*X3	X2^2*X3	X1^2*X2^2	X1^2*X3^2	X2^2*X3^2	X1^3	X2^3	X3^3	
X1	1																		
X2	0	1																	
X3	0	0	1																
X1*X2	0	0	0	1															
X1*X3	0	0	0	0	1														
X2*X3	0	0	0	0	0	1													
X1^2	0	0	0	0	0	0	1												
X2^2	0	0	0	0	0	0	-0.287	1											
X3^2	0	0	0	0	0	0	-0.287	-0.287	1										
X1^2*X2	0	0.679	0	0	0	0	0	0	0	1									
X1^2*X3	0.679	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1								
X1^2*X2^2	0	0	0.679	0	0	0	0	0	0	0	0	1							
X1^2*X3^2	0.679	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.667	0	1						
X1^2*X2*X3	0	0	0.679	0	0	0	0	0	0	0	0.667	0	0	1					
X2^2*X3^2	0	0.679	0	0	0	0	0	0	0	0.667	0	0	0	0	1				
X1^2*X2^2	0	0	0	0	0	0	0.170	0.170	-0.097	0	0	0	0	0	0	1			
X1^2*X3^2	0	0	0	0	0	0	0.170	-0.097	0.170	0	0	0	0	0	0	0.476	1		
X2^2*X3^2	0	0	0	0	0	0	-0.097	0.170	0.170	0	0	0	0	0	0	0.476	0.476	1	
X1^3	0.634	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.080	0	0.080	0	0	0	0	1	
X2^3	0	0.634	0	0	0	0	0	0	0	0.080	0	0	0	0	0.080	0	0	0	1
X3^3	0	0	0.634	0	0	0	0	0	0	0	0.080	0	0.080	0	0	0	0	0	1

Korrelationstabelle für 3 Faktoren und einem 3^3 Versuchsplan mit Sternpunkten

Wegen der hohen Korrelation sollten im Falle nicht signifikanter Wirkungen die Regressionsmodelle schrittweise reduziert werden. Dabei ist so vorzugehen, dass höhere Wechselwirkungen zuerst eliminiert werden sollten. Nachdem eine Wirkung eliminiert wurde muss die Regressionsanalyse mit den verbleibenden Wirkungen wiederholt werden. Auf diese Weise wird das Regressionsmodell vereinfacht und hoffentlich auch verbessert. Das Problem sind die kubischen Wirkungen wie folgende Grafik zeigt.



Abhängigkeit von Hauptwirkung und kubischer Wirkung.

3.8 Box-Behnken Versuchspläne (BBD)

Die Box-Behnken sind sehr beliebt, benötigen sie doch vergleichsweise wenig Versuchspunkte. Sie sind flächenzentrierte Versuchspläne und für quadratische Modelle gut geeignet. Diese Versuchspläne erlauben allerdings keine Versuche in der Ecken des Versuchsraumes. Der Versuchsplan basiert auf den Einstellungen -1, 0, 1. Box-Behnken Versuchspläne sind angenähert drehbar und orthogonal. Die Versuchspläne nach Box-Behnken werden in der Regel nicht wiederholt.

	X1	X2	X3	X1*X2	X1*X3	X2*X3	X1 ^2	X2 ^2	X3 ^2
X1	1								
X2	0	1							
X3	0	0	1						
X1*X2	0	0	0	1					
X1*X3	0	0	0	0	1				
X2*X3	0	0	0	0	0	1			
X1 ^2	0	0	0	0	0	0	1		
X2 ^2	0	0	0	0	0	0	-0.071	1	
X3 ^2	0	0	0	0	0	0	-0.071	-0.071	1

Korrelationstabelle aller Wirkungen im BBD

Da allgemein gilt, dass Korrelationen von Variablen in der Regressionsanalyse bedeutungslos sind, wenn sie kleiner 0.3 sind. Die Abhängigkeit der quadratischen Wirkungen untereinander ist somit zu akzeptieren.

3.9 Box-Behnken Versuch mit Sternpunkten

Box-Behnken Versuchspläne lassen sich mit Sternpunkten für die Berechnung kubischer Modelle erweitern. Das Alpha ist mindestens 2. Durch die Sternpunkte und die

kubischen Wirkungen werden die guten Eigenschaften des ursprünglichen Versuchsplanes zerstört.

	X1	X2	X3	X1*X2	X1*X3	X2*X3	X1 ^2	X2 ^2	X3 ^2	X1 ^3	X2 ^3	X3 ^3
X1	1											
X2	0	1										
X3	0	0	1									
X1*X2	0	0	0	1								
X1*X3	0	0	0	0	1							
X2*X3	0	0	0	0	0	1						
X1 ^2	0	0	0	0	0	0	1					
X2 ^2	0	0	0	0	0	0	-0.295	1				
X3 ^2	0	0	0	0	0	0	-0.295	-0.295	1			
X1 ^3	0.757	0	0	0	0	0	0	0	0	1		
X2 ^3	0	0.757	0	0	0	0	0	0	0	0	1	
X3 ^3	0	0	0.757	0	0	0	0	0	0	0	0	1

Korrelationstabelle aller Wirkungen im BBD mit Stempunkten

Während die Korrelationen zwischen den quadratischen Wirkungen gerade noch akzeptiert werden können, führen die Korrelationen zwischen den Hauptwirkungen und kubischen Wirkungen unweigerlich zu einer Verzerrung der geschätzten Regressionskoeffizienten. Leider ist dies typisch für kubische Wirkungen. Entscheidend für die Verzerrung der Schätzung ist der Varianzinflationsfaktor (VIF).

3.10 Varianzinflationsfaktor (VIF)

Der Varianzinflationsfaktor (VIF) zeigt, wie groß die Inflation der Varianz eines Koeffizienten aufgrund der Korrelationen unter den Prädiktoren im Modell ist. Verwenden Sie den VIF-Wert, um zu beschreiben, welcher Grad der Multikollinearität (Korrelation zwischen Prädiktoren) in einer Regressionsanalyse vorliegt. Multikollinearität ist problematisch, da sie zu einer Zunahme der Varianz der Regressionskoeffizienten führen kann, und dies erschwert die Auswertung der individuellen Auswirkung der einzelnen korrelierenden Prädiktoren auf die Antwortvariable. Interpretieren Sie den VIF anhand der folgenden Richtlinien:

Status des Prädiktors

- VIF = 1 keine Multikollinearität
- 1 < VIF < 4 mäßige Multikollinearität
- 4 < VIF < 10 starke Multikollinearität
- VIF > 10 unbrauchbare Multikollinearität

Ein VIF-Wert über 4 weist darauf hin, dass der Regressionskoeffizient aufgrund starker Multikollinearität ungenau geschätzt wurde. In Mischungsversuchsplänen, in denen Nebenbedingungen für die Komponenten vorliegen, treten tendenziell hohe VIF-Werte auf.

3.11 RSM-Beispiele

Anhand von Beispielen soll die Vorgehensweise bei der Planung, Durchführung, Analyse und Optimierung erläutert werden. Die vorgestellten Verfahren sind orthogonale CCD, drehbare CCI, BBD und faktorielle 3^k Versuche.

3.11.1 Beispiel für ein orthogonales CCD in der Pharmaindustrie

Gemäß einer Studie sind verschiedene abhängige Variablen, nämlich

Antwortgröße	Optimum
PG Partikelgröße (nm),	kleiner ist besser
ZP Zeta-Potential (mV),	kleiner ist besser
WF Wirkstofffreisetzung (%)	größer ist besser
EW Einschlusswirksamkeit (%)	größer ist besser

mit Hilfe eines statistischen Versuchsplanes zu bewerten und zu optimieren. Basierend auf der Optimierung wurden die Chargen mit der gewünschten Partikelgröße, des Zeta-Potenzial, der kumulative Wirkstofffreisetzung (%) und der Einschlusswirksamkeit (%) mit Hilfe dieser Faktoren eingestellt.

Faktoren	Minimum	Maximum
X1 Drehzahl (min^{-1})	10000	15000
X2 Dauer (min)	10	15
X3 Tensidkonzentration (%)	1	1.25
X4 Polymerkonzentration (mg/mL)	3	6

Es wurde ein orthogonales CCD mit vier Wiederholungen des gesamten Versuchsplanes geplant. Nach der Planung der Versuche und anschließender Randomisierung der Versuche wurden die Versuche realisiert. Das Ergebnis ist die umfangreiche, folgende Tabelle.

Versuchsplanung mit OQM-Stat

Testdurchführung Matrix					Zielgrößen							
Versuch	Drehzahl	Dauer	Tensid	Polymer	PG				ZP			
1	10000	10	1	3	286.97	285.60	308.50	293.29	-30.33	-31.92	-29.4	-29.03
2	15000	10	1	3	220.19	248.05	248.28	244.05	-26.31	-29.44	-26.92	-24.51
3	10000	15	1	3	394.65	402.93	402.82	420.04	-28.3	-28.44	-27.23	-26.75
4	15000	15	1	3	187.87	218.58	197.64	196.20	-33.63	-30.81	-29.6	-32.15
5	10000	10	1.25	3	352.65	346.17	337.05	353.11	-30.79	-31.51	-30.25	-32.07
6	15000	10	1.25	3	215.64	205.32	197.48	188.00	-24.32	-26.09	-24.21	-25.29
7	10000	15	1.25	3	487.55	469.62	490.76	501.59	-34.12	-32.51	-35.49	-34.73
8	15000	15	1.25	3	182.25	177.28	181.11	179.75	-30.08	-31.05	-32.43	-33.52
9	10000	10	1	6	415.82	433.79	413.99	402.84	-20.62	-18.44	-22.22	-19.8
10	15000	10	1	6	309.01	299.67	312.81	308.50	-16.98	-15.35	-15.31	-17.43
11	10000	15	1	6	411.96	414.67	413.28	409.64	-18.34	-13.07	-15.14	-14.28
12	15000	15	1	6	153.18	145.02	162.69	136.44	-18.1	-16.21	-16.6	-14.8
13	10000	10	1.25	6	409.90	396.85	393.79	395.94	-16.36	-18.35	-20.33	-18.99
14	15000	10	1.25	6	211.97	207.83	203.19	197.73	-12.18	-10.47	-14	-14.36
15	10000	15	1.25	6	429.46	434.37	422.01	418.91	-18.37	-19.6	-17.1	-18.39
16	15000	15	1.25	6	47.59	40.40	49.92	51.11	-18.21	-14.51	-16.43	-16.49
17	12500	12.5	1.125	4.5	236.18	230.14	227.36	236.83	-25.38	-20.37	-23.51	-22.58
18	8964	12.5	1.125	4.5	469.55	464.85	472.25	462.33	-25.11	-25.13	-23.67	-26.22
19	16036	12.5	1.125	4.5	182.35	191.15	199.53	188.63	-21.97	-21.15	-20.35	-21.52
20	12500	9.0	1.125	4.5	238.87	240.57	249.97	251.28	-25.15	-21.45	-23.94	-25.13
21	12500	16.0	1.125	4.5	230.11	220.25	225.37	241.27	-23.55	-23.87	-26.74	-23.93
22	12500	12.5	0.948	4.5	283.68	276.15	275.57	272.91	-23.3	-22.91	-24.6	-25.13
23	12500	12.5	1.302	4.5	244.50	247.35	254.92	256.12	-24.16	-24.69	-22.42	-26.42
24	12500	12.5	1.125	2.4	236.13	242.02	232.52	224.12	-27.12	-28.76	-27.81	-29.8
25	12500	12.5	1.125	6.6	239.93	236.13	230.74	219.98	-10.88	-10.68	-7.58	-10.05

Ergebnistabelle des CCD der Pharmaindustrie (Teil 1)

Testdurchführung Matrix												
Versuch	Drehzahl	Dauer	Tensid	Polymer	WF				EW			
1	10000	10	1	3	90.3	85.36	87.94	89.11	42.26	41.33	40.4	41.88
2	15000	10	1	3	87.29	94.73	96.2	91.65	24.45	26.03	25.76	25.34
3	10000	15	1	3	73.97	68.84	73.64	72.48	41.41	38.11	36.47	38.44
4	15000	15	1	3	83.58	81.96	84.12	94.38	46.95	43.5	42.29	42.1
5	10000	10	1.25	3	90.99	89.27	91.32	89.45	44.17	46.23	41.79	45.85
6	15000	10	1.25	3	97.13	91.63	93.03	89.79	33.66	28.53	33.82	30.23
7	10000	15	1.25	3	85.07	83.02	71.99	81.04	55.07	54.29	55	57.9
8	15000	15	1.25	3	94.7	94.83	95.45	87.68	62.66	65.48	65.97	65.19
9	10000	10	1	6	47.89	44.91	49.4	53.76	82.53	82.67	79.31	79.17
10	15000	10	1	6	48.96	47.96	50.4	43.09	71.08	70.6	71.25	70.98
11	10000	15	1	6	43.72	49.86	43.11	45.33	64.12	64.45	59.6	60.79
12	15000	15	1	6	58.53	55.99	53.41	59.25	76.02	74.87	73.95	73.95
13	10000	10	1.25	6	46.45	55.54	54.43	53.16	69.3	72.46	70.57	68.53
14	15000	10	1.25	6	51.43	54.22	53.99	51.39	67.18	67.76	68.71	65.86
15	10000	15	1.25	6	50.97	53.11	53.56	46.98	63.43	65.4	62.21	63.87
16	15000	15	1.25	6	63.28	54.94	61.29	61.82	81.47	83.91	82.31	80.09
17	12500	12.5	1.125	4.5	78.9	78.68	70.76	68.75	51.28	52.15	53.48	53.31
18	8964	12.5	1.125	4.5	75.19	71.38	73.71	74.48	57.18	58.15	55.46	58.87
19	16036	12.5	1.125	4.5	81.52	79.25	76.65	76.91	59.02	58.11	58.65	61.44
20	12500	9.0	1.125	4.5	72.53	76.99	80.21	80.28	48.89	47.7	50.63	49.08
21	12500	16.0	1.125	4.5	68.79	67.54	74.41	66.2	57.32	59.8	58.9	59.96
22	12500	12.5	0.948	4.5	73.05	72.07	68.57	68.62	53.94	54.58	51.93	56.84
23	12500	12.5	1.302	4.5	72.12	69.48	74.58	81.87	59.03	59.21	60.14	58.34
24	12500	12.5	1.125	2.4	89.02	90.9	87.09	87.46	32.39	30.61	34.69	33.46
25	12500	12.5	1.125	6.6	40.26	37.84	39.25	36.3	71.6	71.41	73.71	75.16

Ergebnistabelle des CCD der Pharmaindustrie (Teil 2)

Nach der Sichtung der Ergebnisse mit Plausibilitätsprüfung kann die Regressionsanalyse gestartet werden.

Versuchsplanung mit OQM-Stat

Regressionsstatistiken für PGR								
		Ursache		SSQ	FG	MSS	F-Stat	p-Wert
Anz. Beob.:	100							
Anz. fehl. Beob.:	0		TSS	1169678.92085600	99	11814.93859451		
R ² :	0.99413074		RSS	1162813.76954307	11	105710.34268573	1355.03352109	0.00000000
St.Abw. Error:	8.83250152		Error	6865.15131293	88	78.01308310		
AIC_ols:	446.90431732		LoF	1346.04409626	11	122.36764511	1.70721610	0.08742252
BIC_ols:	478.16635955		pure Error	5519.10721667	77	71.67671710		
Variable	Koeffizient	SE	SE (HC2)	t_SE	t_HC2	p_SE	p_HC2	VIF
Konstante	234.48850000	1.97500738	1.57778542	118.72791072	148.61875229	0.00000000	0.00000000	
X1	-102.39696202	0.98750369	1.06727869	-103.69273858	-95.94210299	0.00000000	0.00000000	1.00000000
X2	-6.28451577	0.98750369	1.04543414	-6.36404282	-6.01139328	0.00000000	0.00000002	1.00000000
X3	-8.39695492	0.98750369	1.00617406	-8.50321371	-8.34542976	0.00000000	0.00000000	1.00000000
X1X2	-40.76078125	1.10406269	1.21713797	-36.91890109	-33.48903922	0.00000000	0.00000000	1.00000000
X1X3	-24.69609375	1.10406269	1.21713797	-22.36837996	-20.29029932	0.00000000	0.00000000	1.00000000
X1X4	-14.60234375	1.10406269	1.21713797	-13.22600961	-11.99727894	0.00000000	0.00000000	1.00000000
X2X3	4.91890625	1.10406269	1.21713797	4.45527803	4.04137112	0.00001227	0.00005674	1.00000000
X2X4	-30.20734375	1.10406269	1.21713797	-27.36017078	-24.81833980	0.00000000	0.00000000	1.00000000
X3X4	-17.84390625	1.10406269	1.21713797	-16.16204081	-14.66054521	0.00000000	0.00000000	1.00000000
X1^2	46.59518750	1.56138043	1.35915486	29.84230275	34.28247143	0.00000000	0.00000000	1.00000000
X3^2	14.13018750	1.56138043	1.23715722	9.04980441	11.42149698	0.00000000	0.00000000	1.00000000
Prüfung auf Heteroskedastizität			Prüfung auf Normalität					
BP-Test:	0.00238752	0.96102910	AD-Test:			0.64552606	0.09219424	

Regressionsanalyse der Partikelgröße

Regressionsstatistiken für ZPO								
		Ursache		SSQ	FG	MSS	F-Stat	p-Wert
Anz. Beob.:	100							
Anz. fehl. Beob.:	0		TSS	4148.19241900	99	41.90093353		
R ² :	0.95579424		RSS	3964.81843392	12	330.40153616	156.75578864	0.00000000
St.Abw. Error:	1.45180817		Error	183.37398508	87	2.10774695		
AIC_ols:	86.63575158		LoF	22.90924758	11	2.08265887	0.98639786	0.46630345
BIC_ols:	120.50296400		pure Error	160.46473750	76	2.11137813		
Variable	Koeffizient	SE	SE (HC2)	t_SE	t_HC2	p_SE	p_HC2	VIF
Konstante	-22.37260000	0.43554245	0.47743219	-51.36720884	-46.86026712	0.00000000	0.00000000	
X1	1.19863992	0.16231709	0.15462190	7.38455781	7.75207070	0.00000000	0.00000000	1.00000000
X2	-0.57902996	0.16231709	0.16904412	-3.56727667	-3.42531847	0.00029467	0.00046956	1.00000000
X4	6.51845085	0.16231709	0.16156091	40.15874694	40.34670693	0.00000000	0.00000000	1.00000000
X1X2	-1.25000000	0.18147602	0.18551690	-6.88796235	-6.73793050	0.00000000	0.00000000	1.00000000
X1X3	0.87750000	0.18147602	0.18551690	4.83534957	4.73002721	0.00000284	0.00000430	1.00000000
X2X3	-1.00031250	0.18147602	0.18551690	-5.51209187	-5.39202889	0.00000018	0.00000030	1.00000000
X2X4	0.84375000	0.18147602	0.18551690	4.64937459	4.54810309	0.00000589	0.00000871	1.00000000
X3X4	0.50375000	0.18147602	0.18551690	2.77584883	2.71538599	0.00336996	0.00399170	1.00000000
X1^2	-0.45712500	0.25664585	0.23149090	-1.78115095	-1.97469967	0.03918895	0.02573678	1.00000000
X2^2	-0.99712500	0.25664585	0.25545644	-3.88521770	-3.90330730	0.00009948	0.00009336	1.00000000
X3^2	-0.98900000	0.25664585	0.24389876	-3.85355929	-4.05496118	0.00011112	0.00005446	1.00000000
X4^2	1.57037500	0.25664585	0.24304943	6.11884042	6.46113418	0.00000001	0.00000000	1.00000000
Prüfung auf Heteroskedastizität			Prüfung auf Normalität					
BP-Test:	0.66696371	0.41411220	AD-Test:			0.35350644	0.46421464	

Regressionsanalyse des Zeta-Potentials

Regressionsstatistiken für WF								
			Ursache	SSQ	FG	MSS	F-Stat	p-Wert
Anz. Beob.:	100							
Anz. fehl. Beob.:	0		TSS	28786.095176	99	290.76863814		
R ² :	0.96450127		RSS	27764.225264	14	1983.1589475	164.96083173	0.00000000
St.Abw. Error:	3.46727544		Error	1021.869912	85	12.02199896		
AIC_ols:	262.42192886		LoF	125.64716156	10	12.56471616	1.05147265	0.41013429
BIC_ols:	301.49948165		pure Error	896.22275000	75	11.94963667		
Variable	Koeffizient	SE	SE (HC2)	t SE	t_HC2	p_SE	p_HC2	VIF
Konstante	73.67820000	1.04018263	1.16823434	70.83198449	63.06799706	0.00000000	0.00000000	
X1	2.99757699	0.38765318	0.37303694	7.73262585	8.03560358	0.00000000	0.00000000	1.00000000
X2	-1.58797553	0.38765318	0.40032570	-4.09638207	-3.96670893	0.00004770	0.00007577	1.00000000
X3	2.05112152	0.38765318	0.40066334	5.29112524	5.11931416	0.00000047	0.00000094	1.00000000
X4	-17.54765459	0.38765318	0.35765620	-45.26637612	-49.06291122	0.00000000	0.00000000	1.00000000
X1*X2	2.57671875	0.43340943	0.43498004	5.94523001	5.92376319	0.00000003	0.00000003	1.00000000
X1*X3	-0.18171875	0.43340943	0.43498004	-0.41927733	-0.41776342	0.33803559	0.33858677	1.00000000
X1*X4	-0.88421875	0.43340943	0.43498004	-2.04014654	-2.03278006	0.02222001	0.02259783	1.00000000
X2*X3	0.83265625	0.43340943	0.43498004	1.92117705	1.91424013	0.02903059	0.02947709	1.00000000
X2*X4	2.75953125	0.43340943	0.43498004	6.36703094	6.34404110	0.00000000	0.00000001	1.00000000
X3*X4	0.00234375	0.43340943	0.43498004	0.00540770	0.00538818	0.49784898	0.49785675	1.00000000
X1 ^2	1.30331250	0.61293349	0.58383358	2.12635223	2.23233564	0.01818685	0.01411107	1.00000000
X2 ^2	-0.08043750	0.61293349	0.62739295	-0.13123365	-0.12820912	0.44795030	0.44914317	1.00000000
X3 ^2	-0.49231250	0.61293349	0.62793155	-0.80320704	-0.78402256	0.21204771	0.21760314	1.00000000
X4 ^2	-5.00731250	0.61293349	0.55925410	-8.16942222	-8.95355533	0.00000000	0.00000000	1.00000000
			Prüfung auf Heteroskedastizität			Prüfung auf Normalität		
	BP-Test:	1.05360832	0.30467752		AD-Test:	0.24623791	0.75688717	

Regressionsanalyse der Wirkstofffreisetzung

Regressionsstatistiken für EWS									
			Ursache	SSQ	FG	MSS	F-Stat	p-Wert	
Anz. Beob.:	100		TSS	22674.64315600	99	229.03679956			
Anz. fehl. Beob.:	0		RSS	22434.42317264	11	2039.49301569	747.12928904	0.00000000	
R ² :	0.98940579		Error	240.21998336	88	2.72977254			
St.Abw. Error:	1.65220233		LoF	39.46678336	12	3.28889861	1.24509245	0.26924764	
AIC_ols:	111.63849149		pure Error	200.75320000	76	2.64148947			
BIC_ols:	142.90053372								
Variable	Koeffizient	SE	SE (HC2)	t_SE	t_HC2	p_SE	p_HC2	VIF	
Konstante	53.27650000	0.36944367	0.32396317	144.20736911	164.45233382	0.00000000	0.00000000		
X2	3.34619993	0.18472184	0.18329580	18.11480439	18.25573704	0.00000000	0.00000000	1.00000000	
X3	2.42897712	0.18472184	0.19148820	13.14937730	12.68473530	0.00000000	0.00000000	1.00000000	
X4	14.16433182	0.18472184	0.18889219	76.67924986	74.98632855	0.00000000	0.00000000	1.00000000	
X1X2	5.42750000	0.20652529	0.21268596	26.28007431	25.51884459	0.00000000	0.00000000	1.00000000	
X1X3	1.25906250	0.20652529	0.21268596	6.09640830	5.91981949	0.00000001	0.00000003	1.00000000	
X1X4	2.03468750	0.20652529	0.21268596	9.85200160	9.56662812	0.00000000	0.00000000	1.00000000	
X2X3	3.24406250	0.20652529	0.21268596	15.70782194	15.25282852	0.00000000	0.00000000	1.00000000	
X2X4	-4.16593750	0.20652529	0.21268596	-20.17156095	-19.58727068	0.00000000	0.00000000	1.00000000	
X3X4	-3.30312500	0.20652529	0.21268596	-15.99380386	-15.53052668	0.00000000	0.00000000	1.00000000	
X1^2	2.46300000	0.29207087	0.28263650	8.43288486	8.71437329	0.00000000	0.00000000	1.00000000	
X3^2	1.65862500	0.29207087	0.28630183	5.67884436	5.79327427	0.00000009	0.00000005	1.00000000	
Prüfung auf Heteroskedastizität			Prüfung auf Normalität						
	BP-Test:	1.23141865	0.26713132		AD-Test:	0.36435607	0.43841821		

Regressionsanalyse der Einschlusswirksamkeit

Die Analyse der vier Antwortgrößen gestaltet sich als unproblematisch. Dank der Orthogonalität sind alle VIF = 1 und wir können die nicht signifikanten Regressionskoeffizienten unberücksichtigt lassen. Die Residuenanalyse zeigt geringe Auffälligkeiten, welche keine weiteren Maßnahmen erfordern. Die Nullhypothesen (Residuen sind gleich- und normalverteilt) können nicht abgelehnt werden. Die Tests der Regressionsmodelle auf Mangel an Anpassung können ebenfalls nicht abgelehnt werden, somit sind alle Regressionsmodelle verifiziert und einer gradientenbasierten Polyoptimierung steht nichts im Wege.

Definition der Zielwerte und Berechnung des Optimums									
Zielgrößenwerte					Optimierungsergebnis				
Zielgrößen	Ymin	Y1	Zielwert	Y2	Ymax	Kenngrößen		Werte	
EWS	50	72.5	70			Anzahl der Zielgrößen		4	
WFS	50	82.5	80			Produktsomme ind. Wunschwerte		1	
ZPO			-30	-31	-20	aggregierter Wunschwert			
PGR			150	165	300				
						1.000			
Funktionen zur Ermittlung der Wunschkurve									
Zielgrößen	steigende Gerade		Approximations-Polynom 4-ten Grades					fallende Gerade	
	a1	b1	A	B	C	D	E	a2	b2
EWS	-2.5	0.05							
WFS	-1.66666667	0.03333333							
ZPO								-2	-0.1
PGR								2	-0.00666667
Start- und Ergebniswerte					Definiton der Zielgrößen und Wunschwerte				
Faktoren	cod. Fak.	reale Fak.	Schrittweite	Zentrum	Zielgrößen	opt. Richt.	Antwort	Bezeichner	Wunschwert
X1	1.2414751	15603.6877	2500	12500	EWS	größer	72.5828367	1	1
X2	0.92600185	14.8150046	2.5	12.5	WFS	größer	91.9933814	2	1
X3	1.2632642	1.28290802	0.125	1.125	ZPO	kleiner	-30.0671181	3	1
X4	-0.61347451	2.61258902	0.55	2.95	PGR	kleiner	147.577099	4	1

Gradientenbasierte Polyoptimierung des Pharmabeispiels

Die Optimierung war erfolgreich, so konnte mit den folgenden Einstellungen

Faktoren	Einstellung
X1 Drehzahl (min ⁻¹)	15600
X2 Dauer (min)	15
X3 Tensidkonzentration (%)	1.28
X4 Polymerkonzentration (mg/mL)	3.6

ein gutes Ergebnis für alle Antwortgrößen

Antwortgröße	Optimum
PG Partikelgröße (nm),	150
ZP Zeta-Potential (mV),	-30
WF Wirkstofffreisetzung (%)	92
EW Einschlusswirksamkeit (%)	73

erreicht werden. Das gute Ergebnis konnte in der Produktion validiert werden.

3.11.2 Beispiel für den Ertrag eines chemischen Prozesses

Es sollte in einem chemischen Prozess sollte der Ertrag gesteigert werden, gemessen wurde zu diesem Zweck die Differenz zum bisherigen Ertrag in Prozent. Durch diese Maßnahme können auch negative Werte auftreten. Die unabhängigen Prozessvariablen (Faktoren) sind:

Faktor	Versuchsbereich
X1: pH-Wert	2 - 12 pH
X2: Prozessdauer	7 - 15 min
X3: Prozesstemperatur	120 - 150 °C

Eine wesentliche Einschränkung ergab sich dadurch, dass der Versuchsraum nicht erweitert werden konnte. Deshalb wurde ein CCI-Design für die Versuchsdurchführung geplant und realisiert. Der Versuchsplan ist drehbar mit sechs Wiederholungen im Zentralpunkt.

Testdurchführung Matrix			Zielgröße	Analyse Matrix: zentral zusammengesetzter Versuch										
Versuch	pH	Dauer	Temperatur	Ertrag	X1	X2	X3	X1*X2	X1*X3	X2*X3	X1 ^2	X2 ^2	X3 ^2	
1	4.0270	8.6216	126.0809	-10.4	-0.5946	-0.5946	-0.5946	0.3536	0.3536	0.3536	0.3536	0.3536	0.3536	
2	9.9730	8.6216	126.0809	14.8	0.5946	-0.5946	-0.5946	-0.3536	-0.3536	0.3536	0.3536	0.3536	0.3536	
3	4.0270	13.3784	126.0809	6.7	-0.5946	0.5946	-0.5946	-0.3536	0.3536	-0.3536	0.3536	0.3536	0.3536	
4	9.9730	13.3784	126.0809	18.0	0.5946	0.5946	-0.5946	0.3536	-0.3536	-0.3536	0.3536	0.3536	0.3536	
5	4.0270	8.6216	143.9191	-9.7	-0.5946	-0.5946	0.5946	0.3536	-0.3536	-0.3536	0.3536	0.3536	0.3536	
6	9.9730	8.6216	143.9191	20.3	0.5946	-0.5946	0.5946	-0.3536	0.3536	-0.3536	0.3536	0.3536	0.3536	
7	4.0270	13.3784	143.9191	8.6	-0.5946	0.5946	0.5946	-0.3536	-0.3536	0.3536	0.3536	0.3536	0.3536	
8	9.9730	13.3784	143.9191	18.1	0.5946	0.5946	0.5946	0.3536	0.3536	0.3536	0.3536	0.3536	0.3536	
9	7	11	135	20.3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
10	7	11	135	20.6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
11	7	11	135	19.4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
12	7	11	135	21.5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
13	7	11	135	22.1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
14	7	11	135	18.1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
15	2	11	135	-18.2	-1	0	0	0	0	0	1	0	0	
16	12	11	135	9.3	1	0	0	0	0	0	1	0	0	
17	7	7	135	5.9	0	-1	0	0	0	0	0	1	0	
18	7	15	135	16.6	0	1	0	0	0	0	0	1	0	
19	7	11	120	20.6	0	0	-1	0	0	0	0	0	1	
20	7	11	150	19.9	0	0	1	0	0	0	0	0	1	

CCI Versuchsplan für den Ertrag eines chemischen Prozesses

Die Durchführung eines CCI unterscheidet sich von CCD durch die aufwändigere Einstellung der Faktoren. Dieser Versuchsplan wurde aus didaktischen Gründen nicht randomisiert, sodass man die Strukturen erkennen kann.

Definition der Zielwerte und Berechnung des Optimums									
Zielgrößenwerte					Optimierungsergebnis				
Zielgrößen	Ymin	Y1	Zielwert	Y2	Ymax	Kenngrößen		Werte	
Y1	18	23.9	23			Anzahl der Zielgrößen		1	
						Produktsumme ind. Wunschwerte		0.97753426	
						aggregierter Wunschwert			
						0.977534258			
Funktionen zur Ermittlung der Wunschfunktion									
Zielgrößen	steigende Gerade		Approximations-Polynom 4-ten Grades					fallende Gerade	
	a1	b1	A	B	C	D	E	a2	b2
Y1	-3.6	0.2							
Start- und Ergebniswerte					Definiton der Zielgrößen und Wunschwerte				
Faktoren	cod. Fak.	reale Fak.	Schrittweite	Zentrum	Zielgrößen	opt. Richt.	Antwort	Bezeichner	Wunschwert
pH	0.25511716	8.27558581	5	7	Y1	größer	22.8876713	1	0.97753426
Dauer	0.19775942	11.7910377	4	11					

Gradientenbasierte Polyoptimierung des Ertrages

Das Ergebnis der Optimierung kann als gelungen angesehen werden, weil der Ertrag um mehr als 20% gesteigert werden konnte. Selbstverständlich muss auch dieses Ergebnis validiert werden.

3.11.3 Beispiel für die Sicherheit von Gurten in LKW

Ein Experiment zur Untersuchung der Auswirkungen von vier Faktoren auf die Zugfestigkeit von Sicherheitsgurten in Lastkraftwagen soll realisiert werden. Untersucht wurden vier Faktoren, jeder auf drei Ebenen. Dabei wurden zwei Antwortgrößen betrachtet: Die Zugfestigkeit der Quetschverbindung, muss mindestens 276 dN/cm² betragen und die Klemmbreite darf 14 mm nicht überschreiten.

Faktor	Versuchsbereich
X1: Druck	75.9 - 117.2 bar
X2: Flachform	10.0 - 10.4 mm
X3: Crimplänge	18.0 - 27.0 mm
X4: Ankerbreite	1.0 - 3.0 mm

Es wurden 3⁴ faktorieller Versuchsplan mit 81 Versuchen durchgeführt; dabei wurden je 27 Versuche dreimal wiederholt, so dass insgesamt 135 Versuche durchgeführt

werden mussten. Für die Zielgrößen müssen folgende Bedingungen eingehalten werden.

Antwortgröße	Grenzwerte
Zugfestigkeit (Y1)	> 276 dN/cm ²
Klemmbreite (Y2)	< 14 mm

Die Planungsmatrizen können wegen ihrer Größe nicht mehr im Text dargestellt werden (siehe DoE_Beispiele.xlsm). Nach der Durchführung der Versuche und Realisierung der Messwerte kann nun mit die Regressionsanalysen begonnen werden.

Regressionsstatistiken für Zugfest								
			Ursache	SSQ	FG	MSS	F-Stat	p-Wert
Anz. Beob.:	135		TSS	555995.2237	134	4149.218087		
Anz. fehl. Beob.:	0		RSS	452651.4320	11	41150.130184	48.97697220	0.00000000
R ² :	0.81412827		Error	103343.7917	123	840.19342830		
St.Abw. Error:	28.98609026		LoF	51387.8917	69	744.75205334	0.77405282	0.84303021
AIC_ols:	920.47313140		pure Error	51955.9000	54	962.14629630		
BIC_ols:	955.33642874							
Variable	Koeffizient	SE	SE (HC2)	t_SE	t_HC2	p_SE	p_HC2	VIF
Konstante	429.88148148	2.49472544	2.49491923	172.31614929	172.30276470	0.00000000	0.00000000	
X1	55.26666667	3.05540219	2.84994465	18.08818062	19.39218948	0.00000000	0.00000000	1.00000000
X2	8.28666667	3.05540219	3.25161520	2.71213613	2.54847703	0.00382146	0.00602497	1.00000000
X3	-28.87000000	3.05540219	2.90596052	-9.44883790	-9.93475301	0.00000000	0.00000000	1.00000000
X4	-14.71777778	3.05540219	3.00541724	-4.81696905	-4.89708304	0.00000210	0.00000150	1.00000000
X1*X3	22.00166667	3.74208816	3.70193543	5.87951585	5.94328753	0.00000002	0.00000001	1.00000000
X3*X4	-15.13859903	3.82257238	3.88899584	-3.96031717	-3.89267555	0.00006294	0.00008078	1.04347826
X1 ^2	-18.80444444	5.29211183	5.62628157	-3.55329688	-3.34225087	0.00027021	0.00055062	1.00000000
X4 ^2	-16.41777778	5.29211183	5.37810371	-3.10231120	-3.05270755	0.00119106	0.00138989	1.00000000
X1*X2 ^2	-25.01282609	6.68950167	6.15025991	-3.73911650	-4.06695431	0.00014082	0.00004222	1.06521739
X1 ^2*X2 ^2	23.33050725	11.34763303	10.99199607	2.05598006	2.12249960	0.02095011	0.01790038	1.02173913
X3 ^2*X4 ^2	-25.46246377	11.46771715	12.76082095	-2.22036029	-1.99536251	0.01411294	0.02410664	1.04347826
Prüfung auf Heteroskedastizität				Prüfung auf Normalität				
BP-Test:	5.10050365	0.02391890		AD-Test:	0.98801586	0.01318434		

Regressionsanalyse der Zugfestigkeit

Die Regressionsfunktionen wurden durch eliminieren nicht signifikanter Wirkungen deutlich reduziert und vereinfacht. Die Gleichgestreutheit und die Normalität der Residuen konnte nicht bestätigt werden. Der Grund ist eine schiefe Verteilung, weil Extremwerte gehäuft nur bei niedrigen Zugfestigkeiten auftreten. Dies gilt nicht für die Klemmbreite, hier werden die Nullhypothesen für Gleichgestreutheit und Normalität nicht abgelehnt. Die Regressionsmodelle sind aufgrund der Anpassungstests (Lack of Fit) als zu treffend anzusehen. Auch für diese Regressionsfunktionen müssen für jede Zielgröße VBA Funktionen erstellt werden. Einer gradientenbasierten Polyoptimierung steht dann nichts mehr im Weg.

3.11.4 Reaktionsrate eines chemischen Prozesses

An einem chemischen Experiment soll eine Regressionsfunktion aufgestellt werden. Das Modell hat $k = 3$ Faktoren.

Faktoren	Versuchsbereich
X1 Wasserstoff	von 100 bis 470
X2 n-Pentan	von 80 bis 300
X3 Isopentan	von 10 bis 120

Antwortgröße ist die Reaktionsrate des Experimentes diese sollte exakt 10 betragen. Von dem Versuch ist bekannt, dass das Ergebnis nichtlinear zu den Faktoren ist, so dass eine voll quadratische Regressionsfunktion angesetzt wird. Das Regressionspolynom soll mit einem Box-Behnken Versuchsplan ermittelt werden. Die Versuchspunkte liegen in der Mitte der Würfelkanten und im Zentralpunkt. Gegenüber einem vollfaktoriellen Versuchsplan ergibt sich ein reduzierter Stichprobenumfang von 15 Versuchen.

Testdurchführung Matrix				Zielgröße
Versuch	Wasserstoff	n-Pentan	Isopentan	Reaktionsrate
1	100	80	65	2.6477
2	470	80	65	1.0675
3	100	300	65	11.7223
4	470	300	65	6.1883
5	100	190	10	13.1483
6	470	190	10	5.3642
7	100	190	120	4.3191
8	470	190	120	3.5755
9	285	80	10	3.8283
10	285	300	10	11.5184
11	285	80	120	0.0286
12	285	300	120	6.1099
13	285	190	65	5.4425
14	285	190	65	5.2835
15	285	190	65	5.4225

BBD Versuchsplan für die Reaktionsrate eines chemischen Prozesses

Für diesen einfachen Versuchsplan ist es kein Problem ein Regressionspolynom zu erstellen. Zu beachten ist das alle Versuchspläne orthogonalisiert wurden. Das wurde zur besseren Orthogonalität bewerkstelligt, weil quadratische Wirkungen nicht durch

den Nullpunkt gehen. Deshalb werden quadratische Wirkungen in den Nullpunkt verschoben, so erreicht man deutlich bessere VIF und die Schätzung ist verzerrungsfrei.

Regressionsstatistiken für Reaktionsrate								
			Ursache	SSQ	FG	MSS	F-Stat	p-Wert
Anz. Beob.:	15		TSS	199.29821511	14	14.23558679		
Anz. fehl. Beob.:	0		RSS	198.76258790	9	22.08473199	206.15767469	0.00000693
R ² :	0.99731243		Error	0.53562721	5	0.10712544		
St.Abw. Error:	0.32730023		LoF	0.52062654	3	0.17354218	23.13792909	0.04171319
AIC_ols:	-29.98550599		pure Error	0.01500067	2	0.00750033		
BIC_ols:	-22.90500398							
Variable	Koeffizient	SE	SE (HC2)	t SE	t HC2	p SE	p HC2	VIF
Konstante	5.71110667	0.08450856	0.09672429	67.58021794	59.04521943	0.00000001	0.00000001	
X1	-1.95523750	0.11571811	0.15515862	-16.89655625	-12.60153957	0.00000664	0.00002794	1.00000000
X2	3.49585000	0.11571811	0.13027597	30.21005181	26.83418813	0.00000037	0.00000067	1.00000000
X3	-2.47826250	0.11571811	0.15502352	-21.41637614	-15.98636486	0.00000206	0.00000872	1.00000000
X1*X2	-0.98845000	0.16365012	0.18446537	-6.04002016	-5.35845834	0.00089599	0.00152157	1.00000000
X1*X3	1.76012500	0.16365012	0.24953821	10.75541554	7.05352902	0.00006022	0.00044257	1.00000000
X2*X3	-0.40220000	0.16365012	0.18401045	-2.45768234	-2.18574545	0.02869591	0.04026370	1.00000000
X1^2	0.62704583	0.17033244	0.18211037	3.68130598	3.44321872	0.00713709	0.00918573	1.01111111
X2^2	-0.60342917	0.17033244	0.18211037	-3.54265554	-3.31353546	0.00825794	0.01057901	1.01111111
X3^2	0.59189583	0.17033244	0.18211037	3.47494482	3.25020390	0.00887741	0.01134538	1.01111111
Prüfung auf Heteroskedastizität			Prüfung auf Normalität					
BP-Test:	0.86207032	0.35315997	AD-Test:	0.89250935	0.02266758			

Regressionsanalyse für die Reaktionsrate eines chemischen Prozesses

Bei der Optimierung der Reaktionsrate wird erstmalig nach einem Zielwert (Reaktionsrate = 10) gesucht.

Definition der Zielwerte und Berechnung des Optimums									
Zielgrößenwerte					Optimierungsergebnis				
Zielgrößen	Ymin	Y1	Zielwert	Y2	Ymax	Kenngrößen		Werte	
Y1	8	9.8	10	10.2	12	Anzahl der Zielgrößen		1	
						Produktsumme ind. Wunschwerte		1	
						aggregierter Wunschwert			
						1			
Funktionen zur Ermittlung der Wunschfunktion									
Zielgrößen	steigende Gerade		Approximations-Polynom 4-ten Grades					fallende Gerade	
	a1	b1	A	B	C	D	E	a2	b2
Y1	-4	0.5	312125.999	-124925	18746.25	-1250	31.24999999	6	-0.5
Start- und Ergebniswerte					Definiton der Zielgrößen und Wunschwerte				
Faktoren	cod. Fak.	reale Fak.	Schrittweite	Zentrum	Zielgrößen	opt. Richt.	Antwort	Bezeichner	Wunschwert
Wasserstoff	-0.99674025	100.603054	185	285	Y1	Ziel	10	1	1
n-Pentan	-0.45545162	139.900322	110	190					
Isopentan	-0.85266156	18.103614	55	65					

Optimumssuche für die Reaktionsrate eines chemischen Prozesses

4 Mischungsversuchspläne

Mischungen sind durch die generelle Restriktion gekennzeichnet, dass die Summe der Anteile aller Komponenten gleich 1 ist. Diese Restriktion bedingt, dass Mischungsversuchspläne nicht orthogonal sein können, gleichzeitig sind diese Versuchspläne relativ klein. Da im Normalfall Komponenten zwischen 0 und 1 variiert werden, sind häufig Modelle höheren Grades erforderlich. Wir unterscheiden folgende Modelle

- 1 Quadratisches Modell (Modell 2. Grades)
- 2 Spezialkubisches Modell (Modell reduzierten 3. Grades)
- 3 Kubisches Modell (Modell 3. Grades)
- 4 Spezialbiquadratisches Modell (Modell reduzierten 4. Grades)
- 5 Biquadratisches Modell (Modell 4. Grades)

Weitere Restriktionen sind möglich, so können zum Beispiel Untergrenzen definiert werden. Diese ergeben verkleinerte Versuchsbereiche, aber immer noch Dreiecke, Tetraeder und Hypertetraeder. Diese können durch einfache Transformationen wieder in die Versuchsbereiche von 0 bis 1 überführt werden. Man spricht in diesem Fall von einem Pseudokomponenten. OQM-Stat beherrscht diese Restriktion. Es können auch wirksame Obergrenzen definiert werden, diese können von OQM-Stat zwar analysiert und optimiert werden, es ist keine Versuchsplanung möglich. Der interessierte Leser sei auf mein Buch (Eckehardt Spenhoff, Prozess-Sicherheit II. Statistische Versuchsplanung für Ingenieure in Produkt- und Prozessentwicklung) hingewiesen. Dort findet man Verfahren, welche die Versuchsplanung mit Excel unterstützen. Ich empfehle ein Ratio-Design, weil dies wieder orthogonal ist. Das Vertex-Design produziert nicht selten VIF-Werte die keine brauchbaren Schätzungen erlauben.

Im Allgemeinen können Restriktionen vermieden werden, weil auch Mischungen einer Mischungsanalyse unterzogen werden können. Wir werden dazu im weiteren Text Beispiele kennenlernen welche exakt dieses Problem behandeln. OQM-Stat erlaubt für 3 und 4 Komponenten Modelle bis 4. Grades, für 5 und 6 Komponenten können nur Modelle bis zum reduzierten 3. Grad analysiert werden. Leider ist es nicht möglich grafische Darstellungen der Komponenten in Excel anzufertigen, deshalb wurde auf Minitab Darstellungen für die Beispiele zurückgegriffen.

Die Mischungsmodelle sind grundsätzlich gesättigt, d.h. Sie haben eine Redundanz von 1, deshalb sind sogenannte Kontrollpunkte notwendig. Im Falle dreier Komponenten sind es drei Kontrollpunkte, für vier Komponenten sind es vier Kontrollpunkte, es kommt also für jede weitere Komponente ein weiterer Kontrollpunkt hinzu. Es gilt das Gleiche wie bei den CCD ohne Kontrollpunkte und keine Wiederholungen kann das Regressionsmodell nicht verifiziert werden.

4.1 Dehnung eines Garns

Dieses Beispiel hat mit der Dehnung des Garns auf der Grundlage seiner Gewebekomponenten zu tun. Es gibt drei Komponenten PE (0 - 1), PS (0 - 1) und PP (0 - 1) in dieser Mischung und jede Komponente ist ein synthetisches Material. Das Mischungsdesign war ein Versuchsplan zweiten Grades für Mischungen. Es ist ein einfaches Gitterdesign 2. Grades. Das bedeutet, dass es Mischungen von 0, 1/2, 1 gibt. Die sechs notwendigen Versuche wurden wegen der Redundanz um drei Kontrollpunkte erweitert, außerdem wurden drei Wiederholungen geplant um den Versuchsfehler zu bestimmen. Es galt die Dehnung zu optimieren, d.h. zu erhöhen.

Testdurchführung Matrix				Zielgröße		
Versuch	PE	PS	PP	Dehnung		
1	1	0	0	11.0	12.4	11.5
2	0	1	0	10.0	8.8	9.5
3	0	0	1	16.0	16.8	15.6
4	0.5	0.5	0	15.0	14.8	16.1
5	0.5	0	0.5	17.7	16.4	16.6
6	0	0.5	0.5	10.0	9.7	11.8
7	0.66666667	0.16666667	0.16666667	15.6	15.3	15.2
8	0.16666667	0.66666667	0.16666667	11.7	11.1	13.4
9	0.16666667	0.16666667	0.66666667	16.2	14.3	15.9

Mischung von Garnen zur Optimierung der Dehnung

Es wurde eine Mischungsversuch 2. Grades mit drei Kontrollpunkten und drei Wiederholungen geplant. Bei der Analyse muss das Kontrollkästchen *Mischungsanalysen* aktiviert werden.

X Variablen mit Namen einlesen !

Y Variable mit Namen einlesen !

mit Regressionskonstante Ausgabe der Residuen **Mischungsanalysen**

Typ des robusten Standardfehler
 HC0 HC1 HC2 HC3

Ausgabe der Regression
 Neues Tabellenblatt
 Ausgabe beginnend in Zelle ?

Ausgabe der Matrizen
 Ausgabe der Ergebnisse

Ausführen

Beenden

OQM-Stat 3.3.1
 copyright 2017
 E. Spenhoff & HJK
 oqm@espenhoff.de

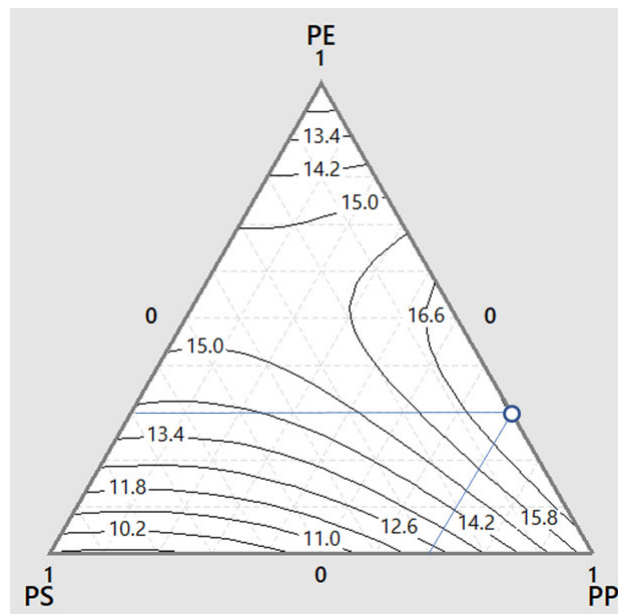
Mischungsanalyse mit OQM-Stat

Dies ist erforderlich, weil in Mischungsanalysen keine Regressionskonstante berechnen und auch die Freiheitsgrade angepasst werden müssen.

Regressionsstatistiken für Dehnung									
			Ursache	SSQ	FG	MSS	F-Stat	p-Wert	
Anz. Beob.:	27		TSS	191.96666667	26	7.38333333			
Anz. fehl. Beob.:	0		RSS	179.39212121	5	35.87842424	59.91842105	0.00000000	
R ² :	0.93449620		Error	12.57454545	21	0.59878788			
St.Abw. Error:	0.77381385		LoF	0.53454545	3	0.17818182	0.26638478	0.8487314	
AIC_ols:	-8.63238203		pure Error	12.04000000	18	0.66888889			
BIC_ols:	-0.85736083								
Variable	Koeffizient	SE	SE (HC2)	t_SE	t_HC2	p_SE	p_HC2	VIF	
A	11.65454545	0.43301182	0.38949132	26.91507475	29.92247823	0.00000000	0.00000000	1.8787878	
B	9.33636364	0.43301182	0.35199018	21.56145223	26.52450007	0.00000000	0.00000000	1.8787878	
C	16.20909091	0.43301182	0.35051587	37.43336839	46.24352953	0.00000000	0.00000000	1.8787878	
AB	19.04848485	2.05174566	1.79953423	9.28403810	10.58523065	0.00000000	0.00000000	1.8552188	
AC	12.39393939	2.05174566	1.80388380	6.04068022	6.87069722	0.00000270	0.00000043	1.8552188	
BC	-9.04242424	2.05174566	2.36948527	-4.40718576	-3.81619769	0.00012271	0.00050368	1.8552188	
Prüfung auf Heteroskedastizität				Prüfung auf Normalität					
BP-Test:	1.29321740	0.25545587		AD-Test:	0.54247989	0.16370587			

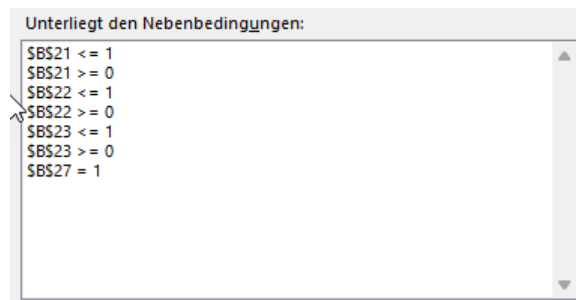
Regressionsanalyse der Mischung von Garnen

Die linearen Wirkungen A, B und C dürfen auch im Falle nicht signifikanter Befunde nicht gelöscht werden, weil sie mit der Regressionskonstante vermengt sind. Die quadratischen Wirkungen AB, AC und BC sind keine Wechselwirkungen, sondern quadratische Wirkungen vermengt mit den Wechselwirkungen.



Ternäre Grafik der Mischung von Garnen

Aus der Grafik lässt sich ein optimaler Wert ablesen. Wir wollen dies mit Hilfe der Polyoptimierung überprüfen. Der Excel-Solver sucht Lösungen auch außerhalb erlaubter Grenzen. Deshalb muss der erlaubte Wertebereich für jede Komponente zwischen 0 bis 1 festgelegt werden. Dies reicht aber nicht aus, weil auch die generelle Restriktion (Summe aller Komponenten = 1) dem Excel-Solver mitgeteilt werden muss.



Definitionen im Excel-Solver

Definition der Zielwerte und Berechnung des Optimums									
Zielgrößenwerte					Optimierungsergebnis				
Zielgrößen	Ymin	Y1	Zielwert	Y2	Ymax	Kenngrößen		Werte	
Dehnung	16	18.3	17.5			Anzahl der Zielgrößen		1	
						Produktsumme ind. Wunschwerte		0.96697995	
						aggregierter Wunschwert			
						0.96697995			
Funktionen zur Ermittlung der Wunschkfunktion									
Zielgrößen	steigende Gerade		Approximations-Polynom 4-ten Grades					fallende Gerade	
	a1	b1	A	B	C	D	E	a2	b2
Dehnung	-4	0.28571429							
Start- und Ergebniswerte			Definiton der Zielgrößen und Wunschwerte						
Faktoren	cod. Fak.	reale Fak.	Schrittweite	Zentrum	Zielgrößen	opt. Richt.	Antwort	Bezeichner	Wunschwert
PE	0.29385965	0.29385965	1	0	Dehnung	größer	17.38443	1	0.96697995
PS	0	0	1	0					
PP	0.70614035	0.70614035	1	0					
Summe	1								

Templete für die Garnoptimierung

Das Ergebnis der Polyoptimierung deckt sich mit der grafischen Analyse. So gesehen ist eine ternäre Grafik nicht unbedingt notwendig, zumal mir außer R (aufwendig zu programmieren) keine Freeware bekannt ist, welche diese Aufgabe erfüllen kann.

4.2 Pestizide für Milben

Vier chemische Pestizide Vendex (0 - 1), Omite (0 - 1), Kelthane (0 - 1) und Dibrom(0 - 1) wurden auf Erdbeerpflanzen gesprüht, um die Milbenpopulation zu kontrollieren. Jede Chemikalie wurde einzeln und in Kombination mit jeder der anderen aufgebracht (special cubic design), um die vier Mischungen der vier Chemikalien zusammen abzubilden. Jede der 15 + (4 Kontrollpunkte) Behandlungen wurde auf drei Pflanzen in jedem von fünf Feldern mit 57 Pflanzen gesprüht. Die interessierende Reaktion war der durchschnittliche Prozentsatz an Milben pro Behandlung über die fünf Wiederholungen sieben Tage nach dem Besprühen relativ zu der Milbenpopulation, die unmittelbar vor dem Besprühen auf den Pflanzen gezählt wurde. Diese Antwort nähert sich der prozentualen Überlebensrate an.

Testdurchführung Matrix					Zielgröße				
Versuch	Vendex	Omite	Kelthane	Dibrom	Milben				
1	1	0	0	0	1.8	1.8	1.9	1.6	1.5
2	0	1	0	0	25.4	25.0	25.3	25.5	24.8
3	0	0	1	0	28.6	29.2	28.7	29.0	29.0
4	0	0	0	1	38.5	38.8	38.6	38.9	38.1
5	0.5	0.5	0	0	4.9	5.2	6.1	3.9	5.0
6	0.5	0	0.5	0	3.1	3.5	3.4	3.1	3.2
7	0.5	0	0	0.5	28.7	28.2	28.3	28.3	28.6
8	0	0.5	0.5	0	3.4	3.3	3.5	3.6	2.8
9	0	0.5	0	0.5	37.4	36.8	37.9	37.1	36.1
10	0	0	0.5	0.5	10.7	10.2	10.1	10.0	10.8
11	0.333333	0.333333	0.333333	0	22.0	23.0	22.6	22.4	22.2
12	0.333333	0.333333	0	0.333333	2.6	2.8	2.5	2.6	2.6
13	0.333333	0	0.333333	0.333333	2.4	2.8	2.2	2.4	2.1
14	0	0.333333	0.333333	0.333333	11.1	11.6	11.5	11.2	11.1
15	0.25	0.25	0.25	0.25	0.8	1.6	0.9	0.9	0.8
16	0.625	0.125	0.125	0.125	1.4	2.2	3.0	2.7	2.4
17	0.125	0.625	0.125	0.125	11.3	12.0	11.5	12.8	12.6
18	0.125	0.125	0.625	0.125	8.7	9.3	8.4	8.9	8.7
19	0.125	0.125	0.125	0.625	16.7	16.4	16.2	16.1	16.4

Mischungsversuchsplan von Pestiziden gegen Milbenbefall von Erdbeeren

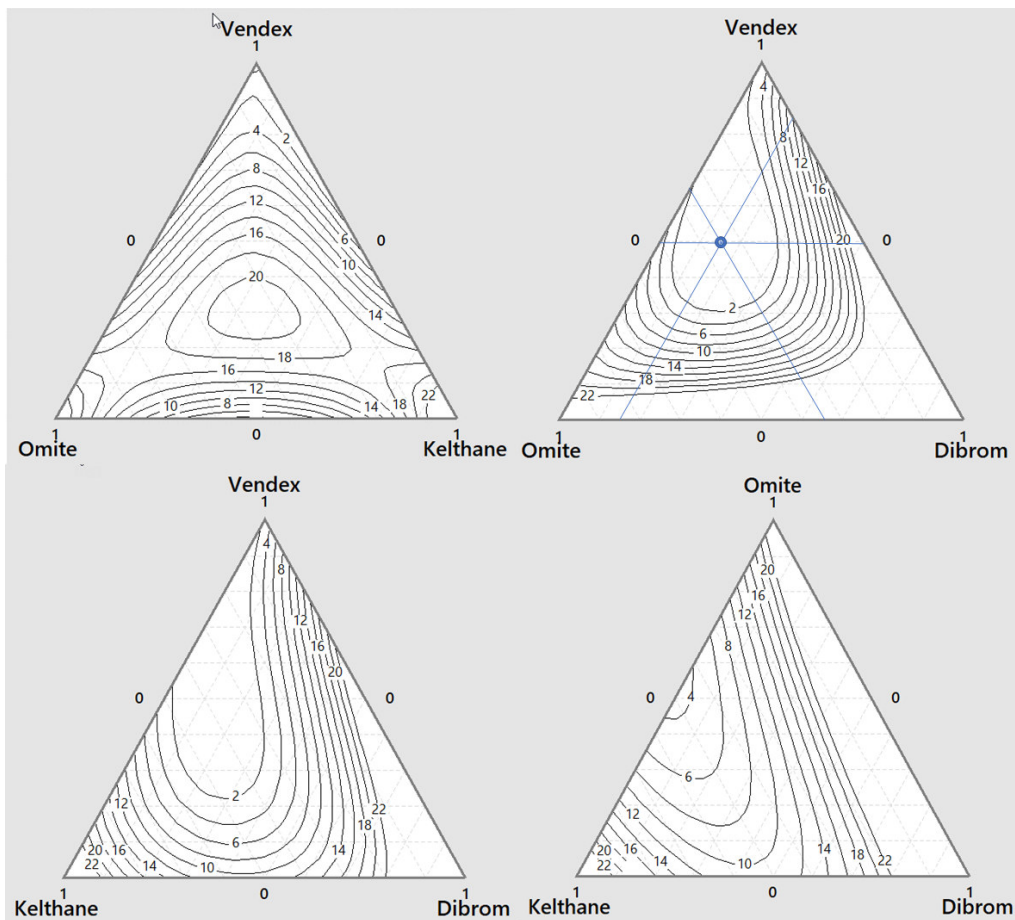
Die Planungsdatei ist leider so groß, dass sie im Text nur verkürzt dargestellt werden kann. Man kann die einzelnen Wirkungen gut erkennen.

- Abb. 1 Zeilen 1 - 4 Lineare Wirkungen
- Abb. 2 Zeilen 5 - 10 Quadratische Wirkungen
- Abb. 3 Zeilen 11 - 14 Kubische Wirkungen
- Abb. 4 Zeile 15 Schwerpunkt des Tetraeder
- Abb. 5 Zeilen 16 - 19 Kontrollpunkte

Die Regressionsanalyse lehnt die Nullhypothese für Modelladäquatheit nicht ab, somit ist das Regressionsmodell verifiziert. Auch die Nullhypothese bezüglich Homoskedastizität wird nicht verworfen. Einziges Problem ist das Fehlen der Normalverteilung der Residuen. Ursache ist eine spitzgipflige Verteilung mit einigen Extremwerten für hohe und niedrige Werte, die Ursache für diesen Sachverhalt ist das gut angepasste Modell und die geringe Redundanz des Versuchsplanes.

Regressionsstatistiken für Milben								
			Ursache	SSQ	FG	MSS	F-Stat	p-Wert
Anz. Beob.:	95		TSS	14255.2131	94	151.65120		
Anz. fehl. Beob.:	0		RSS	14242.7020	14	1017.33586	6505.19122	0.00000
R ² :	0.99912		Error	12.51106	80	0.15639		
St.Abw. Error:	0.39546		LoF	0.45106	4	0.11277	0.71063	0.58718
AIC_ols:	-162.59003		pure Error	12.06000	76	0.15868		
BIC_ols:	-124.28188							
Variable	Koeffizient	SE	SE (HC2)	t_SE	t_HC2	p_SE	p_HC2	VIF
A	1.67896	0.17228	0.09036	9.74536	18.58088	0.00000	0.00000	2.45151
B	25.16804	0.17228	0.13665	146.08504	184.18322	0.00000	0.00000	2.45151
C	28.92557	0.17228	0.10900	167.89522	265.36837	0.00000	0.00000	2.45151
D	38.58000	0.17228	0.13411	223.93330	287.68494	0.00000	0.00000	2.45151
A*B	-33.78086	0.86630	1.43157	-38.99457	-23.59709	0.00000	0.00000	2.49039
A*C	-48.20442	0.86630	0.42031	-55.64425	-114.68909	0.00000	0.00000	2.49039
A*D	33.06828	0.86630	0.50163	38.17201	65.92124	0.00000	0.00000	2.49039
B*C	-94.92183	0.86630	0.65141	-109.57199	-145.71741	0.00000	0.00000	2.49039
B*D	20.67087	0.86630	1.25683	23.86119	16.44685	0.00000	0.00000	2.49039
C*D	-93.51269	0.86630	0.73984	-107.94537	-126.39644	0.00000	0.00000	2.49039
A*B*C	633.66027	6.07595	6.61107	104.28984	95.84841	0.00000	0.00000	2.24943
A*B*D	-579.49832	6.07595	6.03676	-95.37569	-95.99489	0.00000	0.00000	2.24943
A*C*D	-232.77640	6.07595	4.11524	-38.31109	-56.56442	0.00000	0.00000	2.24943
B*C*D	-25.80465	6.07595	5.36232	-4.24701	-4.81221	0.00003	0.00000	2.24943
A*B*C*D	-1525.7499	58.97318	48.27881	-25.87193	-31.60289	0.00000	0.00000	2.35942
Prüfung auf Heteroskedastizität			Prüfung auf Normalität					
BP-Test:	0.00845	0.92674	AD-Test:	1.63069	0.00177			

Mischungsversuchsplan von Pestiziden gegen Milbenbefall von Erdbeeren



Ternäre Grafiken für die Mischungen von Pestiziden

Es ist auffällig, wie flexibel die Antwortkonturen durch das Vorhandensein ternärer Wirkungen ist.

Definition der Zielwerte und Berechnung des Optimums									
Zielgrößenwerte					Optimierungsergebnis				
Zielgrößen	Ymin	Y1	Zielwert	Y2	Ymax	Kenngrößen			Werte
Milben			-2	-1.9	2	Anzahl der Zielgrößen			1
						Produktsumme ind. Wunschwerte			1
						aggregierter Wunschwert			
						1			
Funktionen zur Ermittlung der Wunschfunktion									
Zielgrößen	steigende Gerade		Approximations-Polynom 4-ten Grades					fallende Gerade	
	a1	b1	A	B	C	D	E	a2	b2
Milben								0.5	-0.25
Start- und Ergebniswerte			Definiton der Zielgrößen und Wunschwerte						
Faktoren	cod. Fak.	reale Fak.	Schrittweite	Zentrum	Zielgrößen	opt. Richt.	Antwort	Bezeichner	Wunschwert
Vendex	0.51	0.51	1	0	Milben	kleiner	-2.185267	1	1
Omite	0.34	0.34	1	0					
Kelthane	0	0	1	0					
Dibrom	0.15	0.15	1	0					
Summe	1								

Optimale Mischung von Pestiziden

Eine fast ebenso gute Rezeptur ist eine zweier Kombination mit den Pestiziden Vendex (0.69) und Kelthane (0.31) mit einer Überlebensrate von -0.24. Man sollte beide Möglichkeiten validieren.

4.3 Liquidustemperatur

Es war das Schmelzverhalten in der Nিকেlecke des Systems Ni - Al - Nb zu untersuchen, um die Suche nach einer neuen warmfesten Ni-Legierung zu unterstützen. Der interessierende Bereich ist begrenzt durch Ni (B) sowie den Legierungen Ni₃Al (C) und Ni₃Nb (A), die als Komponenten betrachtet werden. Die binären Schmelzdiagramme mit Eutektikum waren bekannt. Im ternären System war deshalb eine Liquidusfläche mit drei eutektischen Rinnen zu erwarten, die in einem ternären eutektischen Punkt zusammenstoßen. Man entschied sich für ein Modell vierten Grades. Wegen zu erwartender großer Streuungen wurde der gesamte Versuchsplan fünfmal wiederholt.

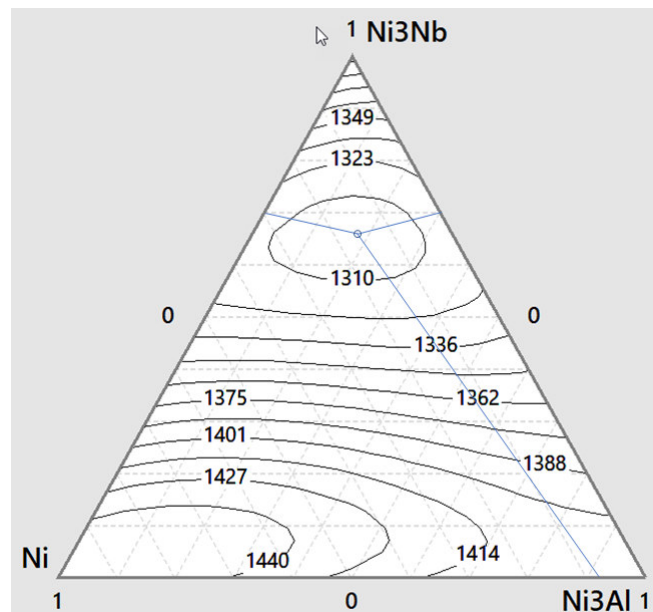
Testdurchführung Matrix				Zielgröße				
Versuch	Ni ₃ Nb	Ni	Ni ₃ Al	Liquidus-Temperatur				
1	1	0	0	1400	1409	1409	1406	1407
2	0	1	0	1452	1453	1449	1446	1451
3	0	0	1	1407	1411	1412	1398	1417
4	0.5	0.5	0	1332	1326	1328	1329	1325
5	0.5	0	0.5	1323	1327	1336	1329	1323
6	0	0.5	0.5	1425	1414	1421	1429	1425
7	0.75	0.25	0	1322	1322	1322	1320	1321
8	0.75	0	0.25	1326	1325	1317	1322	1322
9	0.25	0.75	0	1403	1393	1397	1395	1414
10	0.25	0	0.75	1378	1377	1384	1381	1379
11	0	0.75	0.25	1442	1445	1452	1437	1438
12	0	0.25	0.75	1403	1412	1395	1412	1410
13	0.5	0.25	0.25	1314	1320	1331	1327	1327
14	0.25	0.5	0.25	1408	1413	1399	1394	1411
15	0.25	0.25	0.5	1388	1392	1395	1374	1385
16	1/3	1/3	1/3	1384	1369	1381	1366	1365
17	2/3	1/6	1/6	1308	1312	1301	1309	1292
18	1/6	2/3	1/6	1437	1426	1433	1444	1434
19	1/6	1/6	2/3	1402	1411	1410	1410	1403

Mischungsversuchsplan von reinem Nickel (Ni) und den Legierungen (Ni₃Nb, Ni₃Al)

Regressionsstatistiken für Liquidus									
+				Ursache	SSQ	FG	MSS	F-Stat	p-Wert
Anz. Beob.:	95			TSS	196968.5263	94	2095.4099		
Anz. fehl. Beob.:	0			RSS	193822.1890	12	16151.8491	420.9503	0.0000
R ² :	0.9840			Error	3146.3373	82	38.3700		
St.Abw. Error:	6.1943			LoF	321.9373	6	53.6562	1.4438	0.2092
AIC_ols:	358.5112			pure Error	2824.4000	76	37.1632		
BIC_ols:	391.7116								
Variable	Koeffizient	SE	SE (HC2)	t SE	t HC2	p_SE	p_HC2	VIF	
A	1406.65522	2.74967	1.66492	511.57282	844.87671	0.00000	0.00000	3.68094	
B	1450.31827	2.74967	1.26424	527.45221	1147.18494	0.00000	0.00000	3.68094	
C	1409.70229	2.72720	3.11687	516.90371	452.28197	0.00000	0.00000	3.62104	
A*B	-403.05747	13.24119	6.91934	-30.43967	-58.25088	0.00000	0.00000	4.70143	
A*C	-311.82783	11.81254	10.37038	-26.39802	-30.06909	0.00000	0.00000	3.74165	
B*C	-27.71507	11.81254	10.59809	-2.34624	-2.61510	0.01069	0.00531	3.74165	
A*B*(A-B)	-306.71087	23.20192	20.87235	-13.21920	-14.69460	0.00000	0.00000	1.80314	
A*C*(A-C)	-303.26043	23.20596	15.25171	-13.06821	-19.88369	0.00000	0.00000	1.80376	
B*C*(A-C)	82.38378	23.20596	23.82519	3.55011	3.45784	0.00032	0.00043	1.80376	
A*B*(A-B)^2	180.26421	55.49948	45.03203	3.24803	4.00302	0.00084	0.00007	2.43229	
A*A*B*C	-973.15215	256.75041	243.63634	-3.79027	-3.99428	0.00014	0.00007	5.92802	
A*B*B*C	2015.04032	256.75041	289.16700	7.84825	6.96843	0.00000	0.00000	5.92802	
A*B*C*C	1603.85294	260.82037	292.73635	6.14926	5.47883	0.00000	0.00000	6.11745	
Prüfung auf Heteroskedastizität				Prüfung auf Normalität					
BP-Test:	0.2505	0.6167		AD-Test:	0.4952	0.2144			

Regressionsanalyse einer Mischung aus reinem Nickel (Ni) und den Legierungen (Ni₃Nb, Ni₃Al)

Das Regressionspolynom wird bestätigt und die Adäquadheitsprüfung bestanden. Auch bezüglich der Tests für Normalverteilung und Homoskedastizität sind nicht zu beanstanden. Beachtet werden muss, dass in den eutektischen Rinnen mit größeren Abweichungen gerechnet werden muss. In diesem Fall kann auf eine ternäre Grafik fast nicht verzichtet werden, diese wird folgend dargestellt.



Ternäre Grafik der Liquidustemperaturen in der Nischecke (Ni, Ni₃Nb, Ni₃Al)

5 Ausblick auf weitere Verbesserungen

Mit zukünftigen Versionen von OQM-Stat sollen auch D-optimale Versuchspläne entwickelt werden können. Als weitere Möglichkeiten sind Konturliniengrafiken und ternäre Grafiken vorgesehen.

