

Teil 2: Statistische Versuchsplanung

4. Einführung in die stat. Versuchsplanung

4.1 Arten statistischer Versuchspläne

- Faktorielle Versuchspläne 1. Ordnung 2^k und 2^{k-1}
- Zentral zusammengesetzte Versuchspläne
- Mischungspläne

4.2 Beispiele zu stat. Versuchsplänen

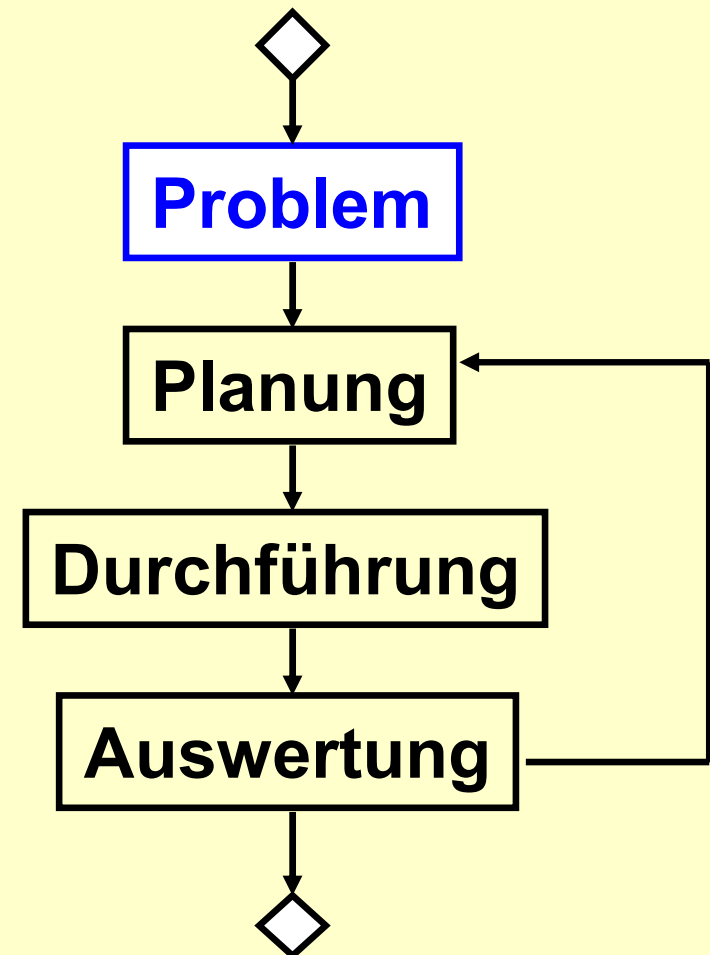
- Herstellung eines chemischen Produktes
- Entwicklung eines glutenfreien und ballaststoffangereicherten Gebäckes mit optimalen Eigenschaften

Am PC werden mit einem Statistikprogramm konkrete Datensätze und Übungsaufgaben ausgewertet.

4. Einführung in die Methoden der statistischen Versuchsplanung

Ziel: Erzielen von Ergebnissen mit ausreichender
Sicherheit und **Genauigkeit** bei **minimaler Anzahl**
von Versuchen

3 (4) Versuchsetappen:



Schritte der SVP

1. Erfassen des **Gesamtproblems** und aller **Teilprobleme** und Präzisieren der **Versuchsfrage**
2. Aufstellen des **statistischen Modells**
3. Ableitung des **Versuchsplanes**
4. Ermittlung des notwendigen **Versuchsumfangs**
5. Durchführung der **Versuche**
6. Statistische **Auswertung** der **Versuche** und technologische **Interpretation** der **Ergebnisse**
7. **Schlussfolgerungen**

Konventionelle Methoden der VP

Bsp.: 2 Einflussgrößen X_1 u. X_2 , 1 Zielgröße Y , $y = f(x_1, x_2)$

- **Zufalls- Experiment:**

Zufällige Variation von x_1 und x_2 und Messung von y

→ *Zufälliges Erreichen des Optimums, viele Versuche*

- **Gitterlinien- Experiment:**

Variation von x_1 und x_2 in einem Gitternetzraster

→ *Bei feinem Gitter gute Ergebnisse, viele Versuche*

- **Einfaktoren- Experiment:**

Variation von x_1 (bei $x_2 = \text{konst.}$), optimalen Wert von x_1 bestimmen und festhalten, dann optimalen Wert von x_2 bestimmen

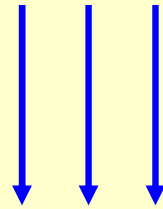
→ *Unpräzise, vom Startpunkt abhängige Methode, keine Wechselwirkungen bestimmbar*

Grundprinzipien der SVP

- **Wiederholen von Versuchspunkten** (Mittelwerte sind sicherer, Wiederholungen ermöglichen eine Information über die Versuchsstreuung)
- **Randomisierung** (Störeffekte gehen in die Versuchsstreuung und nicht in den zu untersuchenden Effekt ein)
- **Blockbildung** (Störeffekte werden als Blockfaktor erfasst)
- **Symmetrie**
- **Vermengen** (Systematisches Überlagern von wesentlichen und unwesentlichen Effekten)
- **Sequentielles Experimentieren** (Stufenweises Planen, Experimentieren und Auswerten von Ergebnisse)

Statistisches Modell

Störgrößen: ε



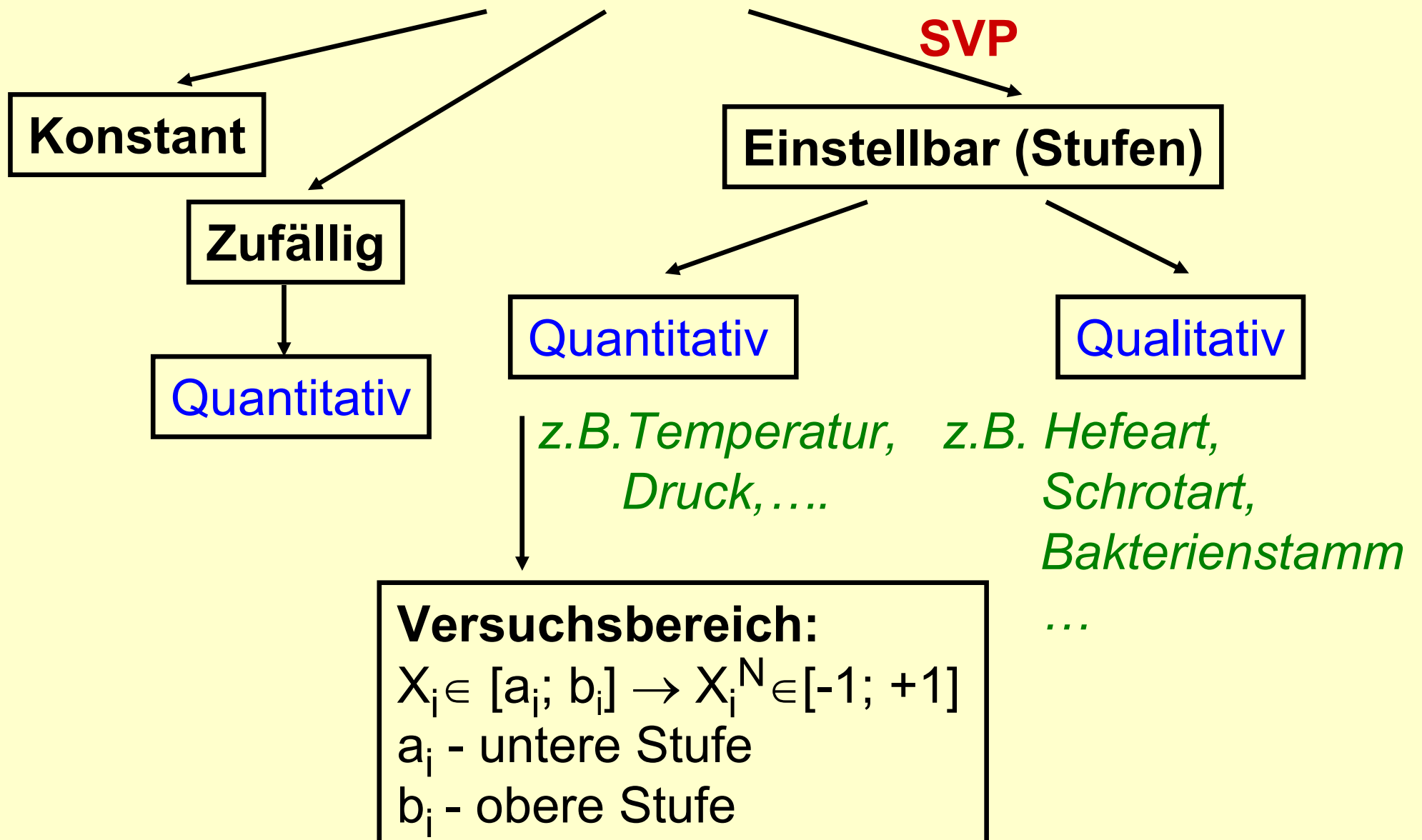
Messgrößen



$$y = f(x_1, x_2, \dots)$$

$$Y = f(x_1, x_2, \dots) + \varepsilon$$

Einflussgrößen



4.1 Arten statistischer Versuchspläne (VP)

Faktorielle Versuchspläne (Box):

- *Plackett- Burman- VP*
- *Vollständige und fraktionierte VP 1. oder 2. Ordnung vom Typ 2^k und 2^{k-p} bzw. vom Typ 3^k und 3^{k-p}*
- *Box- Behnken- VP*
- *Zentral zusammengesetzte VP vom Typ 5^{k-p}*

Mischungspläne (Scheffé):

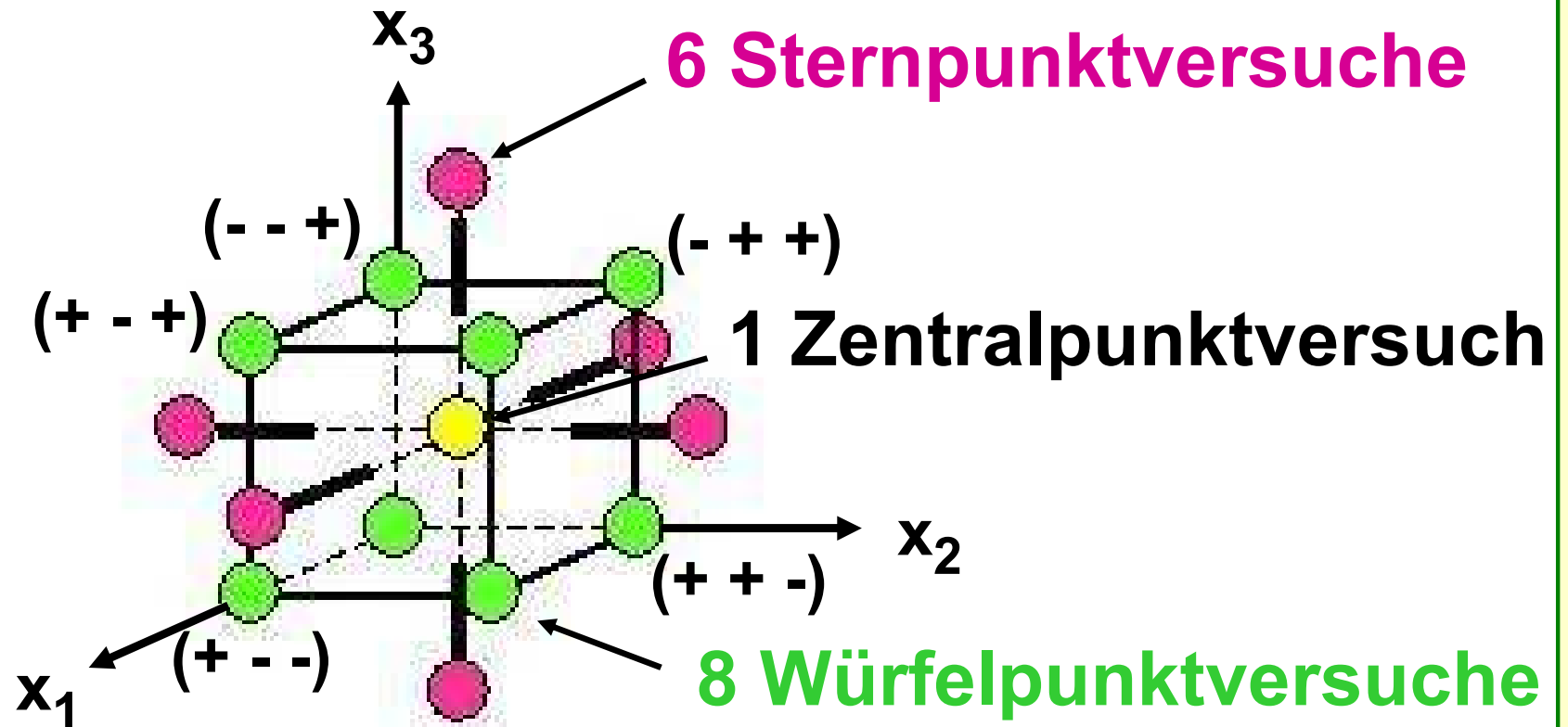
- *Simplex- Gitter und Zentroid- Pläne*

Optimale Versuchspläne (Kiefer):

A,- D,- G-, I- optimale Versuchspläne

Faktorielle Versuchspläne

Bsp.: 3 Einflussgrößen,
 $y = f(x_1, x_2, x_3)$

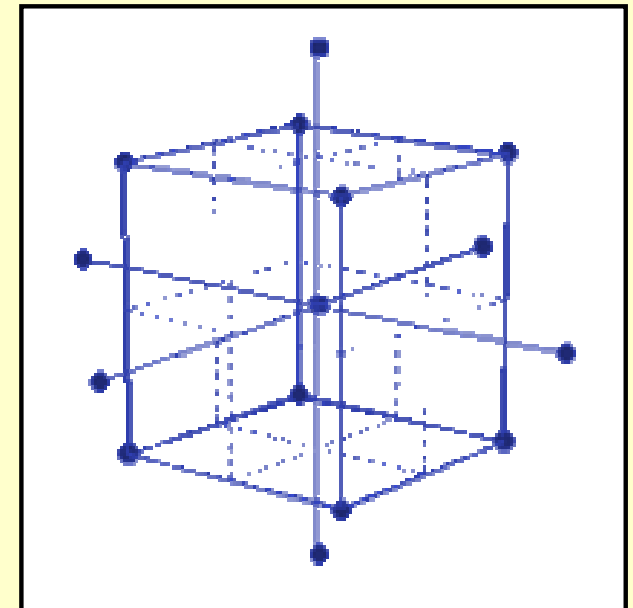


Faktorielle VP 1. Ordnung vom Typ 2^k bzw. 2^{k-1} ($k=3$)

Vers. Nr. j	B	Einflussgrößen				2-fakt. WW			Zielgrößen	
		X_1	X_2	X_3	X_4 $X_1X_2X_3$	X_1X_2 X_3X_4	X_1X_3 X_2X_4	X_2X_3 X_1X_4 B	Y1	Y2
1	+	-	-	-	-	+	+	+		
2	+	+	-	-	+	-	-	+		
3	-	-	+	-	+	-	+	-		
4	-	+	+	-	-	+	-	-		
5	-	-	-	+	+	+	-	-		
6	-	+	-	+	-	-	+	-		
7	+	-	+	+	-	-	-	+		
8	+	+	+	+	+	+	+	+		
9-14		0	0	0	0					

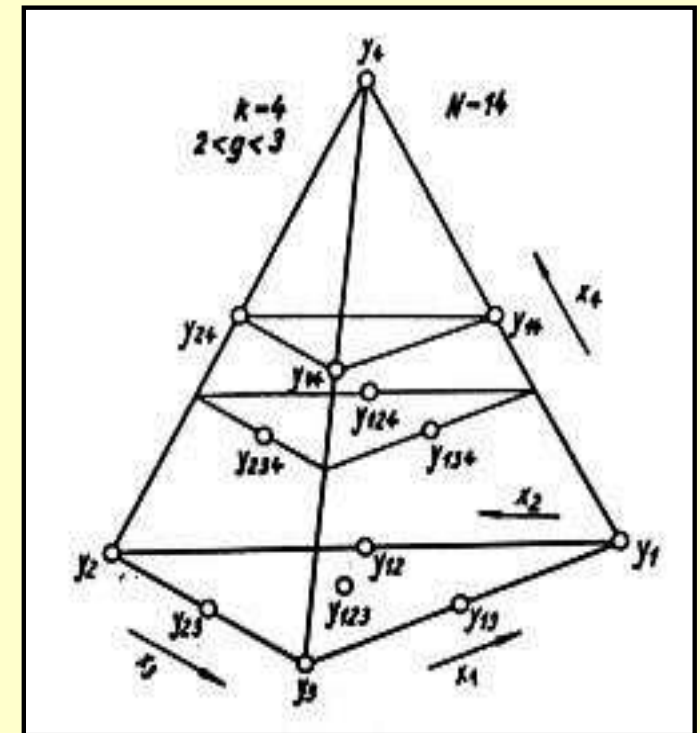
Zentral zusammengesetzter VP (ZZVP)

Vers. Nr. j	Einflussgrößen			Zielgrößen			
	X_1	X_2	X_3	Y_1	Y_2	Y_3	Y_4
1	-	-	-				
2	+	-	-				
3	-	+	-				
4	+	+	-				
5	-	-	+				
6	+	-	+				
7	-	+	+				
8	+	+	+				
9	-1,682	0	0				
10	+1,682	0	0				
11	0	-1,682	0				
12	0	+1,682	0				
13	0	0	-1,682				
14	0	0	+1,682				
15-20	0	0	0				



Simplex- Zentroid Mischungsplan für 4 Komponenten

Nr.	K1	K2	K3	K4	Y
1	1	0	0	0	
2	0	1	0	0	
3	0	0	1	0	
4	0	0	0	1	
5	1/2	1/2	0	0	
6	1/2	0	1/2	0	
7	1/2	0	0	1/2	
8	0	1/2	1/2	0	
9	0	1/2	0	1/2	
10	0	0	1/2	1/2	
11	1/3	1/3	1/3	0	
12	1/3	0	1/3	1/3	
13	1/3	1/3	0	1/3	
14	0	1/3	1/3	1/3	
15	1/4	1/4	1/4	1/4	



Statistische Auswertung eines faktoriellen VP

- **Varianzanalyse**

Aufstellen eines Varianzanalysemodells,
Schätzung und Test der Effekte der Einflussgrößen

Paretdiagramm

- **Regressionsanalyse**

Aufstellen eines Regressionsanalysemodells,
Schätzung und Test der Regressionsparameter,
Prüfung der Modelladäquatheit,
Residualanalyse (Prüfung der Modellvoraussetzungen)

- **Optimierung der Zielgrößen**

Bestimmung der Bedingungen, bei denen eine oder
mehrere Zielgrößen ihr Optimum annehmen,

Contour-, Surface- u. Traceplots, Wirkungsprofile

Statistikprogramme zur SVP

- **SAS** (www.sas.com)
- **STATISTICA** (www.statsoft.de, wurde bei den 3 Beispielen benutzt!)
- **STATGRAPHICS** (www.statgraphics.com)
- **STAVEX** (www.aicos.com)
- **DESIGN EXPERT** (www.statease.com)
- **MOODE** (www.umesoft.de)

Bsp.1: Herstellung einer best. Chemikalie

[s. /7/]

PROBLEM:

Zur Herstellung einer Chemikalie werden mehrere Ausgangsstoffe einschließlich Katalysator vermischt und über längere Zeit erhitzt. Dabei erfolgt eine Reaktion und das Reaktionsprodukt wird abgetrennt.

ZIEL:

Erhöhung der Ausbeute durch eine Untersuchung der **Wirkung der Einflussgrößen:**

- *Temperatur [°C]*
 - *Reaktionszeit [h] und*
 - *Katalysatormenge [%]*
- und ihrer Wechselwirkungen

Versuchsbereich der Einflussgrößen

Einfluss- größe	Bezeichnung	Dim.	Versuchsbereich	
			-1	+1
X_1	Temperatur	°C	120	140
X_2	Reaktionszeit	h	2	4
X_3	Katalysatormenge	%	0,1	0,5
Ziel- größe	Bezeichnung	Dim.		
Y	Ausbeute	%		

Statistische Planung und Auswertung der Versuche

- Modellannahmen:

- **Varianzanalysemodell I:**

$$Y_{ijkl} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \gamma_k + w_{ij} + w_{ik} + w_{jk} + \varepsilon_{ijkl} \quad (i,j,k, =1,2)$$

mit $\varepsilon_{ijkl} \sim N(0, \sigma^2)$

- **Regressionsmodell I:**

$$Y_i = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{23} x_2 x_3 + \varepsilon_i \quad \text{mit } \varepsilon_i \sim N(0, \sigma^2)$$

- Versuchsplan:

Vollst. 3- fakt. **VP vom Typ 2^3 mit Wiederholung/ Block**

- Versuchsumfang:

- Bekannte Standardabw. der Ausbeute: $\sigma = 1 \%$
- Wahrsch. für die Fehler: $\alpha = 0,05$ und $\beta = 0,2$
- Prakt. relev. Differenz der Effekte (Ausbeuteunterschied):
 $\delta = 1,5 \%$ → **mind. $n = 14 \rightarrow 2 \times 8 = 16$ Versuche**

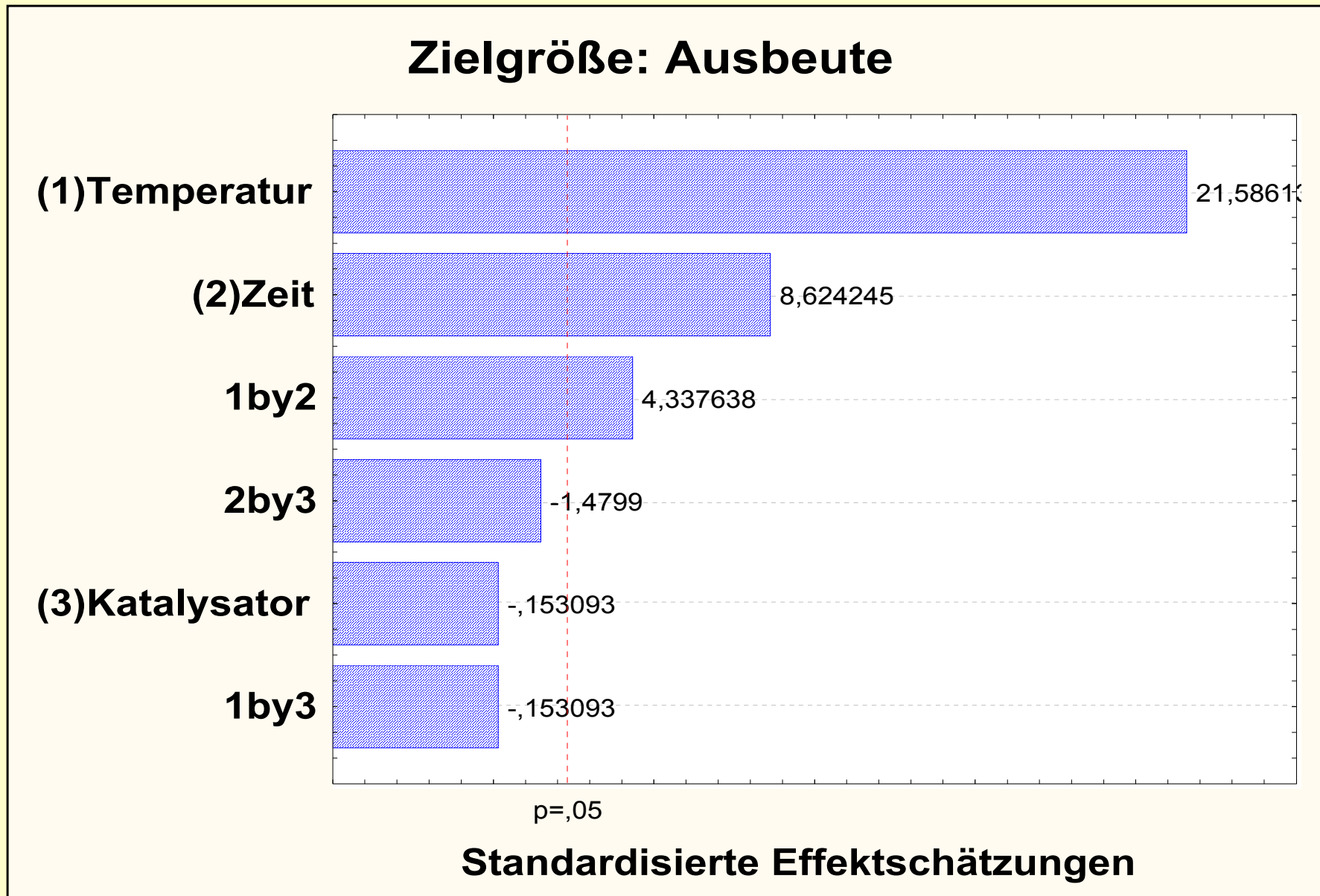
Vollst. fakt. Versuchsplan vom Typ 2^k (Wdhl. od. Block)

Nr.	Wiederholung/ Block	Temperatur	Zeit	Katalysator	Ausbeute Y
1	1	120	2	0,10	52,80
2	1	140	2	0,10	61,50
3	1	120	4	0,10	56,70
4	1	140	4	0,10	67,90
5	1	120	2	0,50	53,60
6	1	140	2	0,50	62,20
7	1	120	4	0,50	56,50
8	1	140	4	0,50	68,50
9	2	120	2	0,10	54,10
10	2	140	2	0,10	61,80
11	2	120	4	0,10	55,20
12	2	140	4	0,10	70,20
13	2	120	2	0,50	54,10
14	2	140	2	0,50	62,90
15	2	120	4	0,50	54,60
16	2	140	4	0,50	67,20

Schätzung der Haupt- und Wechselwirkungseffekte und ihrer Konfidenzintervalle (Wiederh.)

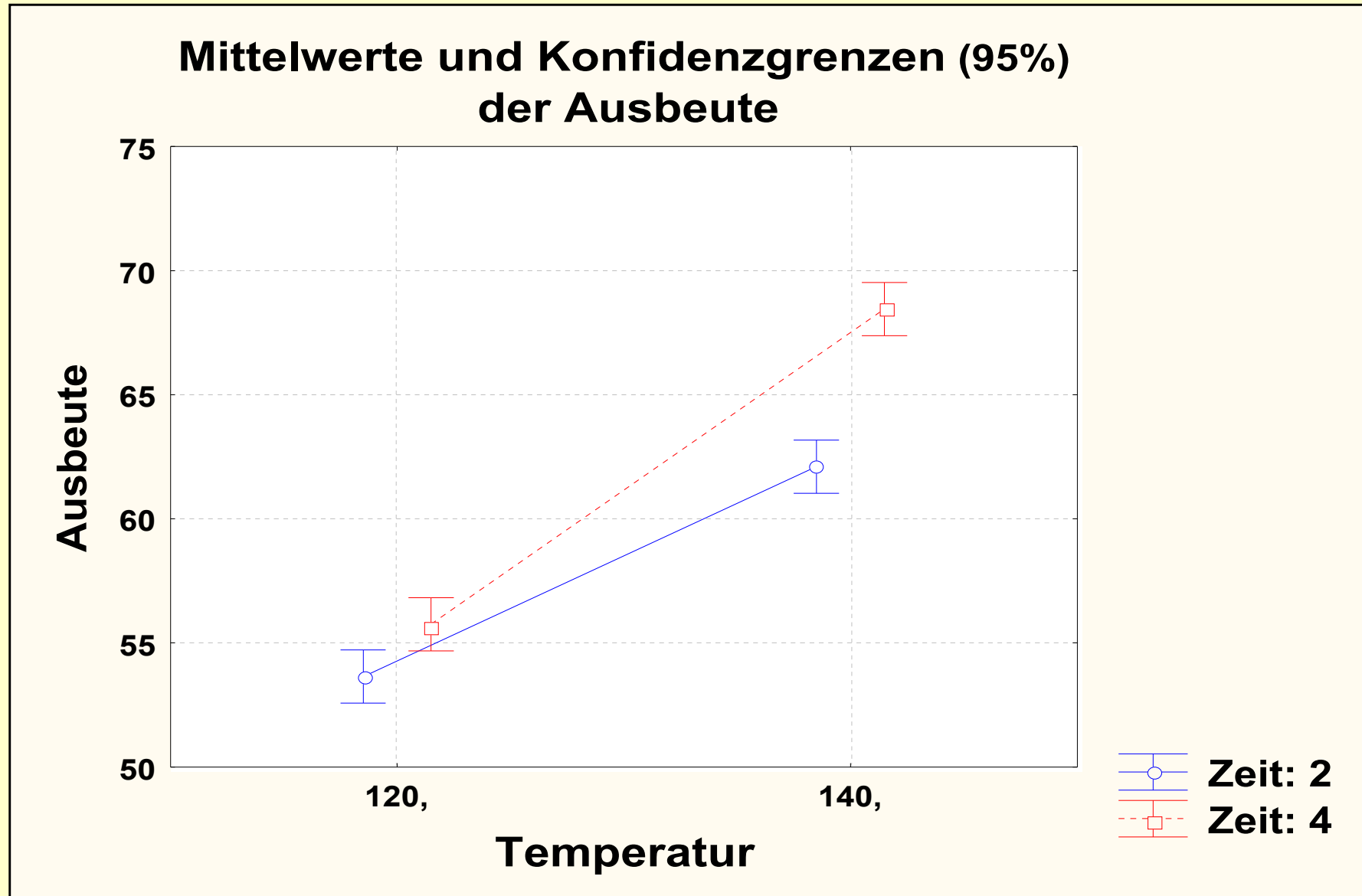
Faktor	Zielgröße: Ausbeute, MS (R.Fehler)=0,96; $R^2 = 0,985$; $R^2 \text{ Adj} = 0,975$						
	Effekt	Stdf. (R.F.)	t(8)	p	- 95% - Konf.gr.	+ 95% - Konf.gr.	Norm. Regr.k.
MW/ Konst.	59,99	0,2449	244,89	0,000	59,42	60,55	59,99
(1)Tempe- ratur	10,57	0,4898	21,58	0,000	9,445	11,7051	5,287
(2)Zeit	4,225	0,4898	8,62	0,000	3,095	5,355	2,112
(3)Kataly- sator	-0,075	0,4898	-0,15	0,882	-1,205	1,055	-0,037
WW(1,2)	2,125	0,4898	4,33	0,002	0,995	3,255	1,062
WW(1,3)	-0,075	0,4898	-0,15	0,882	-1,205	1,055	-0,037
WW(2,3)	-0,725	0,4898	-1,48	0,177	-1,855	0,405	-0,362

Paretdiagramm der standardisierten Effekte **W**



Wechselwirkungsplot (Temp., Zeit)

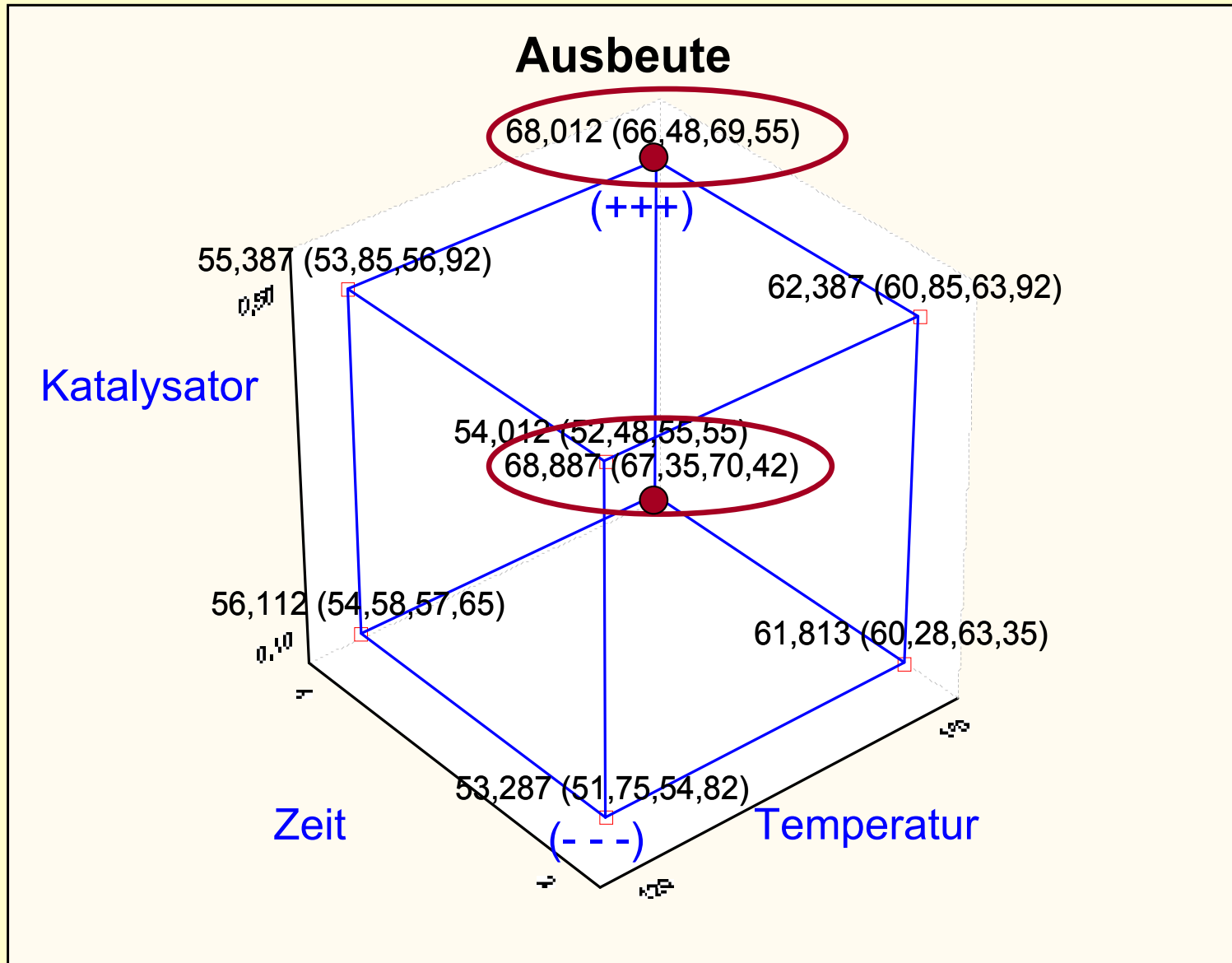
(Wiederh.)



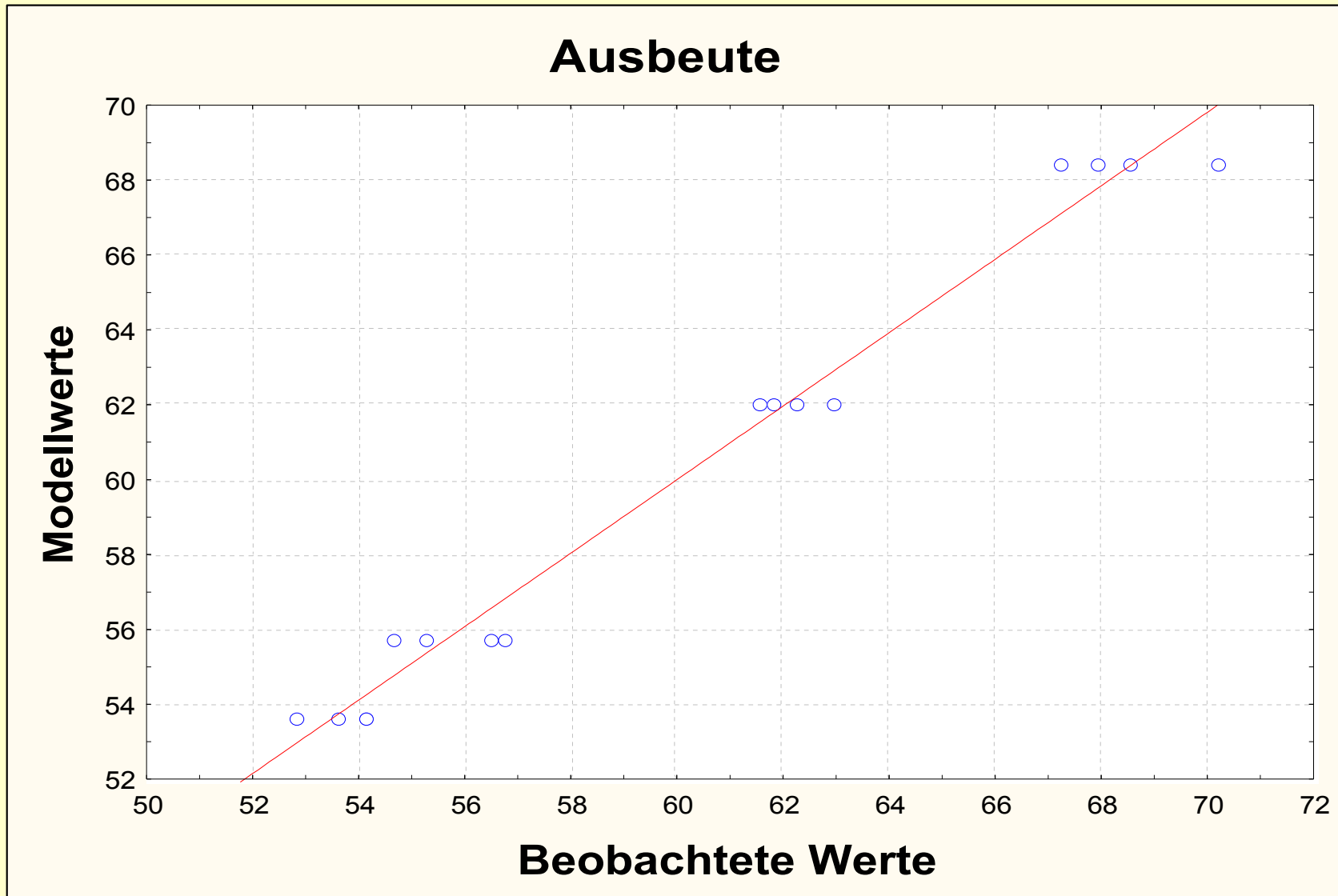
Schätzung der Haupt- und Wechselwirkungseffekte und ihrer Konfidenzintervalle (Block)

Faktor	Zielgröße: Ausbeute, MS (Residuen)=0,93; $R^2 = 0,98519$; $R^2 \text{ Adj} = 0,97531$						
	Effekt	Stdf. (Resid.)	t(11)	p	-95,% - Konf.gr.	+95,% - Konf.gr.	Norm. Regr.k.
MW/ Konst.	59,99	0,2412	248,69	0,000	59,46	60,518	59,99
Block	0,05	0,4824	0,10	0,919	-1,012	1,112	0,025
(1)Tempe- ratur	10,57	0,4824	21,92	0,000	9,513	11,637	5,287
(2) Zeit	4,225	0,4824	8,76	0,000	3,163	5,287	2,112
WW(1,2)	2,125	0,4824	4,40	0,001	1,063	3,187	1,062

Mittelwerte der Ausbeute



Vergleich der Beobachtungs- und Modellwerte



$$y = 26,35 + 0,21 x_1 - 11,7 x_2 + 0,11 x_1 x_2$$

Test der Güte des Modells

(Wiederh.)

Faktor	ANOVA				
	Zielgröße: Ausbeute, MS (R.Fehler)=0,96; $R^2 = 0,985$; $R^2 \text{ Adj} = 0,975$				
	SS	FG	MS	F	p
(1)Temperatur	447,3225	1	447,3225	465,9609	0,000000
(2)Zeit	71,4025	1	71,4025	74,3776	0,000025
1 by 2	18,0625	1	18,0625	18,8151	0,002486
Lack of Fit	2,5700	4	0,6425	0,6693	0,631269
Reiner Fehler	7,6800	8	0,9600		
Total SS	547,0375	15			

Da $p > \alpha = 0,05 \rightarrow$ gut angepasstes Modell
auf dem 95%-igen Konfidenzniveau!

Interpretation der Ergebnisse

1. Die Haupt- und Wechselwirkungseffekte von Temp. und Zeit bedeuten:

- die Ausbeute ist im Mittel um 10,57% höher, wenn die Temperatur von 120°C auf 140°C erhöht wird
- die Ausbeute ist im Mittel um 4,22% höher, wenn die Reaktionszeit von 2h auf 4 h erhöht wird
- bei der längeren Reaktionszeit von 4h gibt es eine mittlere Ausbeuteerhöhung um 2,12% im Vergleich zur Reaktionszeit von 2h.

2. Die Katalysatormenge hat keinen signifikanten Effekt auf die Ausbeute

→ Wahl der Einflussgrößen:

Temp.: 140°C; Zeit: 4h; Katalysator: 0,1%

Bsp. 2: Herstellung eines glutenfreien und ballaststoffangereicherten Gebäcks (Ind. Projekt)

[s. Poster!]

PROBLEM:

Unzureichende Versorgung von an „Zöliakie“ erkrankten Menschen mit glutenfreien Backwaren hinsichtlich des Sortiments und Umfangs

ZIEL:

1. Entwicklung eines **glutenfreien Gebäckes**
2. Untersuchung von Ballaststoffpräparaten verschiedenen Ursprungs (Leguminosen, Gemüse und Obst) auf ihre **funktionelle Eignung** für glutenfreie Gebäcke
3. Ermittlung einer **optimalen Kombination der Ballaststoffpräparate**, die zu einer max. Volumenausbeute bei guten Teig- und Gebäckeeigenschaften führt

1. Teilaufgabe: Herstellung eines glutenfreien Gebäckes

- Untersuchung der **Wirkung der 5 Einflussgrößen:**

- *Guarkernmehl (X_1),*
- *Fett (X_2),*
- *Zucker (X_3),*
- *Emulgator (X_4) und*
- *Teigausbeute (X_5)*

und ihrer Wechselwirkungen auf die **3 Zielgrößen:**

- *Volumenausbeute (Y_1)*
- *Krustenoberfläche (Y_2) und*
- *Teigklebrigkeit (Y_3)*

- Aufstellen eines **Modells** für den Zusammenhang

- Ableitung **opt. Bedingungen** für hohe Volumenausbeute bei akzeptablen Werten der sensor. Parameter

Statistische Planung und Auswertung der Versuche

- Modellannahmen:

Varianzanalysemodell I:

$$Y_{ijklmn} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \gamma_k + \delta_l + \eta_m + w_{ij} + w_{ik} + w_{il} + w_{im} + w_{jk} \\ + w_{jl} + w_{jm} + w_{kl} + w_{km} + w_{lm} + \varepsilon_{ijklmn} \quad (i,j,k,l,m=1,2) \\ \text{mit } \varepsilon_{ijklmn} \sim N(0, \sigma^2)$$

Regressionsmodell I:

$$Y_i = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_4 x_4 + \beta_5 x_5 + \beta_{12} x_1 x_2 + \\ \beta_{13} x_1 x_3 + \dots + \beta_{45} x_4 x_5 + \varepsilon_i \quad \text{mit } \varepsilon_i \sim N(0, \sigma^2)$$

- Versuchsplan:

Fraktionierter 5- fakt. **VP vom Typ 2^{5-1} mit Zentralpunkt**

- Versuchsumfang:

min. Versuchsumfang (ohne Genauigkeitsvorgaben an die Effekte):

$$n = n_0 + n_w = 22 \quad (n_0 = 6: \text{ZP- Versuche}; n_w = 16: \text{WP- Versuche})$$

2. Teilaufgabe: Entwicklung eines glutenfreien und ballaststoffangereicherten Gebäckes

- Untersuchung von Ballaststoffpräparaten verschiedenen Ursprungs (Leguminosen, Gemüse und Obst) auf ihre **funktionelle Eignung** für glutenfreie Gebäcke
- Aufstellen eines **Mischungsmodells** für den Zusammenhang zwischen Ballaststoffpräparaten und Zielgrößen
- Ermittlung einer **optimalen Kombination der Ballaststoffpräparate**, die zu einer max. Volumenausbeute bei guten Teig- und Gebäckeeigenschaften führt

Statistische Planung und Auswertung der Versuche

- Modellannahmen:

Quadratische, kubische oder spezielle kubische Modelle

Quadratisches Modell:

$$y = \beta_0 + \sum_{1 \leq i \leq k} \beta_i x_i + \sum_{1 \leq i < j \leq k} \beta_{ij} x_i x_j \quad \text{mit} \quad \sum_{i=1}^k x_i = 1$$

$$\rightarrow y = \sum_{1 \leq i \leq k} \beta_i^* x_i + \sum_{1 \leq i < j \leq k} \beta_{ij}^* x_i x_j \quad (\text{hier: } k=4)$$

Spezielles kubisches Modell:

$$\rightarrow y = \sum_{1 \leq i \leq k} \beta_i^* x_i + \sum_{1 \leq i < j \leq k} \beta_{ij}^* x_i x_j + \sum_{1 \leq i < j < h \leq k} \beta_{ijh}^* x_i x_j x_h \quad (\text{hier: bestes Modell!})$$

- Versuchsplan:

Simplex- Zentroid Mischungsplan für 4 Komponenten

Bsp.: Entwicklung eines innovativen Gärungs- mischgetränkes

(Ind. Projekt)

PROBLEM:

Untersuchung des Einflusses einer Reihe verfahrenstechnisch wichtiger Einflussgrößen auf den Gärprozess zur Entwicklung eines neuartigen Gärungsmischgetränkes

ZIEL:

1. Untersuchung der **Wirkung von 4 Einflussgrößen** und ihrer Wechselwirkungen (Gärtemperatur, Hefestamm, Mischverhältnis, Würze) **auf 5 Zielgrößen** des Gärungsprozesses
2. Ermittlung **optimaler Bedingungen** für den Gärprozess

→ **Anw. von Methoden der SVPA**