



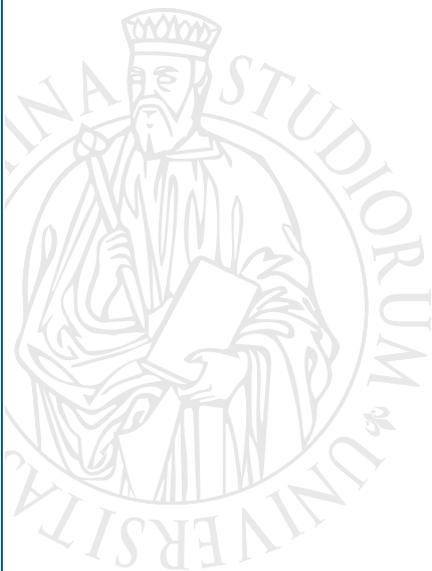
UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
FIRENZE

DISIA

DIPARTIMENTO DI STATISTICA,
INFORMATICA, APPLICAZIONI
"GIUSEPPE PARENTI"

**Disegno split-plot
e superfici di risposta
con effetti casuali**

Rossella Berni



**DISIA WORKING PAPER
2014/10**

© Copyright is held by the author(s).

DISEGNO SPLIT-PLOT E SUPERFICI DI RISPOSTA CON EFFETTI CASUALI

Rossella Berni

Dipartimento di Statistica, Informatica, Applicazioni “G.Parenti”
Università degli Studi di Firenze
berni@disia.unifi.it

Riassunto

Questo lavoro illustra il disegno sperimentale split-plot ponendo l’attenzione allo sviluppo che questo piano sperimentale ha ottenuto negli ultimi anni in ambito tecnologico e ambientale. In particolare, tale disegno sperimentale è qui brevemente introdotto considerando la struttura “classica” del disegno split-plot e dell’analisi della varianza ad esso corrispondente, successivamente si illustra la nuova interpretazione di questo disegno sperimentale entro la metodologia delle superfici di risposta, con particolare attenzione alle superfici di risposta con effetti casuali.

Il lavoro è ampiamente integrato da esempi che possono aiutare nell’interpretazione dei concetti teorici illustrati; si presuppone comunque la conoscenza da parte del lettore dei fondamenti del disegno degli esperimenti, dell’analisi della varianza e della metodologia delle superfici di risposta, che qui è riassunta in un breve paragrafo.

La struttura del lavoro è la seguente: nel primo paragrafo si introducono i primi elementi definatori del disegno split-plot; successivamente, tramite una breve rassegna, si illustra l’evoluzione metodologica che questo disegno sperimentale ha avuto negli ultimi anni. Il terzo paragrafo è dedicato all’illustrazione teorica dello split-plot, con particolare riferimento alla distinzione tra fattori whole-plot e sub-plot. Il paragrafo 1.6 illustra in breve la metodologia della superfici di risposta, ponendo l’attenzione alle superfici di risposta con effetti casuali (*mixed response surface models*) e alla definizione del modello statistico per il disegno sperimentale split-plot. L’ultimo paragrafo illustra il disegno split-plot con due esempi relativi al settore industriale-tecnologico e al settore ambientale.

1.1 Un esempio introduttivo

Per facilitare la comprensione del disegno sperimentale split-plot ai fini anche della successiva rassegna, si introducono alcuni elementi definatori

tramite un esempio fittizio; nel paragrafo 1.3 se ne illustra la struttura nel dettaglio.

Si consideri (Salvi, Chiandotto 1978) un disegno sperimentale split-plot in cui vi siano due fattori, di cui il primo fattore, A, identificato da tre livelli: A_1, A_2, A_3 corrispondenti a tre diversi tipi di irrigazione, secondo una disposizione in blocchi randomizzati completi, dove il singolo blocco b_k ($k=1, \dots, 3$) rappresenta un appezzamento di terreno della stessa dimensione. Si noti, figura 1.1, che i livelli di A sono assegnati causalmente entro ciascun blocco/appezzamento.

Ogni blocco/appezzamento può essere rappresentato nel modo seguente, dove ogni rettangolo, interno al blocco, rappresenta una particella di terreno:

Fig.1.1: Struttura descrittiva iniziale

| | | |
|-------|-------|-------|
| A_3 | A_1 | A_2 |
| A_1 | A_3 | A_1 |
| A_2 | A_2 | A_3 |

Si hanno quindi tre blocchi, ciascuno suddiviso in tre particelle, alle quali sono state assegnate casualmente tre diversi tipi di irrigazione.

Si supponga inoltre che il secondo fattore sia una particolare coltura, ad esempio il mais (M), analizzato a quattro livelli contraddistinti da quattro varietà del mais: $m_j; j=1, \dots, 4$. Considerando il primo blocco, ogni particella viene suddivisa in 4 sub-particelle corrispondenti alla disposizione casuale delle 4 varietà di mais, come rappresentato in figura 1.2.

Si noti come ognuna delle quattro particelle sia comunque caratterizzata dallo stesso tipo di irrigazione per riga, contraddistinta dal livello del fattore A; i quattro diversi tipi di mais sono assegnati casualmente (randomizzazione) entro ogni appezzamento, caratterizzato dal tipo di irrigazione.

Per la prima particella (Figura1.2), si hanno quattro combinazioni sperimentali: $A_3m_3, A_3m_1, A_3m_2, A_3m_4$.

In totale si hanno 12 combinazioni sperimentali (trattamenti) per blocco.

Fig.1.2: Struttura dello *split-plot* per il primo blocco

| | | | |
|-------|-------|-------|-------|
| A_3 | | | |
| m_3 | m_1 | m_2 | m_4 |
| A_1 | | | |
| m_3 | m_4 | m_2 | m_1 |
| A_2 | | | |
| m_1 | m_2 | m_4 | m_3 |

Considerando i tre blocchi/appezzamenti, si hanno $b=3$ replicazioni: il concetto di blocco viene pertanto a coincidere, per questo disegno, con il concetto di replicazione sperimentale, e la replica è la ripetizione dell'intero blocco nelle stesse condizioni sperimentali (ma con diversa assegnazione casuale).

La generica particella A_i ($i=1, \dots, 3$) è pertanto l'unità (*plot*) suddivisa (*split*) in tante sub-particelle (sub-unità o Sub-Units, SU) quante sono le varietà del mais; il disegno *split-plot* (o *split-unit*) è infatti anche detto disegno ad unità suddivise ed è spesso utilizzato negli esperimenti condotti in contesti agricoli, di laboratorio, tecnologici e ambientali.

I livelli A_i dell'unico fattore Whole-Plot in questo caso coincidono con le Whole Units (WU); nell'accezione "classica" del disegno *split-plot* si inseriscono negli Whole-Plots (WP), i fattori - gruppo primario - i cui livelli difficilmente possono essere variati (sia per eccessivi costi, sia per restrizioni imposte dal processo stesso) rispetto ad altri fattori, inseriti nei Sub-Plots (SP). Pertanto, in questo semplice esempio, A è fattore WP, mentre M è fattore SP.

Questa è la particolare struttura di un disegno *split-plot*, che si distingue dal disegno fattoriale completo proprio perché in quest'ultimo caso l'assegnazione dei dodici trattamenti avverrebbe senza alcun vincolo nella conduzione dell'esperimento, ovvero in modo completamente randomizzato; si differenzia inoltre, anche perché più efficiente, rispetto al disegno a blocchi randomizzati completi per il distinguo tra concetto di fattore blocco e concetto di fattore WP, come vedremo in dettaglio nel proseguo di questo lavoro.

1.2 Una breve rassegna

Il disegno sperimentale *split-plot* (Cochran e Cox, 1957) nasce in tempi storicamente lontani (anni '50). Dato il concetto di *plot*, si può pensare che tale disegno trovi una collocazione naturale in un contesto agronomico, dove il *plot* è spesso rappresentato da un appezzamento di terreno; tuttavia,

lo split-plot si è caratterizzato e differenziato nel corso degli anni, diventando un disegno sperimentale ampiamente utilizzato in ambito industriale e tecnologico, per i *microarray experiments* (Berni e Stefanini, 2004) e nel settore ambientale.

Considerando l'evoluzione storica della metodologia del disegno degli esperimenti, si deve osservare che molti aspetti innovativi del disegno sperimentale sono stati introdotti proprio negli anni '50; si pensi al disegno fattoriale frazionale (Plackett Burman, 1946; Box et al., 1978), si pensi ai criteri di ottimalità del disegno e al teorema di Equivalenza Generale (Kiefer, 1959; Atkinson e Donev, 1992); si pensi alla metodologia delle superfici di risposta (Box e Wilson, 1951).

Si osservi che il disegno split-plot è stato inizialmente introdotto come disegno sperimentale a sé stante, pur avendo degli elementi in comune con il disegno fattoriale e con il disegno a Quadrato Latino, si vedano a questo riguardo le specifiche strutture del disegno Strips-Block e del disegno Half Plaid Latin Square (Cochran e Cox, 1957; Box e Jones, 1992).

E' proprio in relazione agli sviluppi che il disegno sperimentale fattoriale frazionale e la metodologia delle superfici di risposta hanno avuto a partire dagli anni '80, che il disegno split-plot ha trovato un particolare rinnovamento, ampliando notevolmente le sue potenzialità. Si noti infatti che il disegno fattoriale frazionale ha avuto un notevole sviluppo sotto il profilo metodologico, soprattutto considerando le potenzialità applicative, dopo l'introduzione del criterio di Risoluzione, (Box et al., 1978). Tale criterio permette infatti di individuare in modo agevole la tipologia di confondimento per uno specifico disegno fattoriale frazionale (con fattori a due o a tre livelli) e di conseguenza la determinazione di tutto l'alias pattern, ovvero lo schema dei confondimenti. Parallelamente, fin dagli anni '80, si è verificata una vera e propria esplosione, soprattutto in ambito statunitense, del disegno degli esperimenti e della metodologia delle superfici di risposta come metodo alternativo ai semplici metodi statistici utilizzati dalla scuola Giapponese e in particolare da Genichi Taguchi (Phadke et al. 1983; Kacker, 1985; Taguchi, 1991; Nair, 1992) per l'analisi statistica nell'ambito del miglioramento della qualità del prodotto; a questo riguardo il primo lavoro in letteratura è attribuito a Vining, Myers, (1990); seguito da ulteriori sviluppi (Myers et al., 1992), fino ad oggi (Vining, 2013).

In questo quadro di rinnovamento metodologico e di conseguenza applicativo, volto anche a considerare nello specifico l'unione tra il perseguimento della qualità del prodotto e la progettazione robusta (robust design), si è inserito, nel 1992, un articolo fondamentale per il disegno

split-plot: Box e Jones, (1992). In tale lavoro, gli autori propongono il disegno split-plot come valida alternativa al product-array di Taguchi per la progettazione robusta.

Si ricorda che la progettazione robusta si affianca alla regolazione dei fattori/variabili inclusi nel disegno sperimentale e influenti sulla misura di qualità (Y) al fine di ottenere una regolazione ottimale (soluzione ottimale) che sia anche robusta rispetto al variare dei fattori di disturbo (noise factors), che possono essere fattori ambientali o comunque fattori che inducono nel processo fonti di variabilità interne o esterne (Robinson et al., 2006). Si pensi, ad esempio, all'umidità di una magazzino per lo stoccaggio del prodotto prima dell'immissione sul mercato (fattore noise interno all'azienda) oppure alla temperatura esterna nel caso di misure effettuate tramite una macchina a controllo numerico (Berni e Gonnelli, 2006; Berni, 2010).

In questo contesto, il disegno split-plot viene rivisitato per la sua particolare struttura, considerando la possibilità di inserire i fattori ambientali come fattori WP e i fattori sperimentali (o di interesse) come fattori SP. Si sottolinea che in Box e Jones (1992) questa particolare assegnazione viene studiata anche considerando la specifica conduzione dell'esperimento, rispetto ad altre due situazioni sperimentali. Nonostante l'assegnazione dei fattori ambientali come fattori WP non sia la più efficiente, certamente è la soluzione che permette la stima più accurata dei fattori di interesse e di eventuali interazioni, in particolare l'interazione tra fattori WP (noise) con fattori sperimentali (o di progetto), necessaria per la valutazione della progettazione robusta.

Questa nuova interpretazione del disegno split-plot è stata poi affiancata successivamente da sviluppi metodologici volti a definire il disegno split-plot come un particolare disegno fattoriale frazionale (Bisgaard, 2000; Bingham e Sitter, 2001). Un passo ulteriore è stata l'interpretazione dello split-plot come un disegno sperimentale *bi-randomized*, (Myers e Montgomery, 2002). I disegni bi-randomizzati si suddividono in due classi: incrociati (*crossed-BRD*), tra i quali rientra appunto lo *split-plot*, e non incrociati (*non-crossed-BRD*). L'inclusione del disegno split-plot tra i disegni *crossed-BRD* lo inserisce a tutti gli effetti come disegno sperimentale della metodologia delle superfici di risposta. Si osservi che, se questi ulteriori sviluppi ne hanno notevolmente ampliato le peculiarità e le possibilità applicative, tuttavia si deve essere consapevoli che in questo caso pianificare un disegno split-plot vuol dire presupporre che tutte le variabili incluse nel piano sperimentale (siano essi fattori WP o SP) debbano essere di natura quantitativa. La considerazione di una variabile

qualitativa implica infatti una analisi statistica, soprattutto in fase di ottimizzazione e di soluzione ottimale, condizionata ai livelli di tale variabile; proprio per questo è auspicabile non avere più di un fattore qualitativo (si veda Berni, 2010). E' ovvio che questo limite si ha proprio inserendo il disegno split-plot in ambito di metodologia delle superfici di risposta. Tuttavia, la presenza di fattori noise di difficile misurabilità e/o controllabilità e aspetti innovativi delle superfici di risposta sono due elementi che trovano soluzione nel disegno split-plot con superfici di risposta ed effetti casuali (*mixed response surface models*).

Ulteriori e recenti sviluppi in letteratura hanno contribuito notevolmente all'inserimento del disegno split-plot nell'ambito della metodologia delle superfici di risposta: in Vining, Kowalsky e Montgomery (2005) è dimostrata l'equivalenza tra stime *Ordinary Least Squares* (OLS) e *Generalised Least Squares* (GLS) per risolvere i problemi legati alla stima degli effetti fissi di WP e SP, come vedremo nel paragrafo 1.6.

1.3 La struttura del disegno

Riprendendo l'esempio iniziale (par.1.1), nella fase di pianificazione di un disegno sperimentale split-plot è essenziale procedere ad una primaria classificazione o distinzione tra fattori WP e fattori SP, tutti aventi influenza sulla variabile di risposta o dipendente (Y). È pertanto auspicabile valutare con attenzione la specifica definizione del fenomeno (processo industriale, esperimento in laboratorio, rilevazione di dati di natura ambientale) che si deve analizzare, considerando l'esatta definizione della variabile quantitativa Y; successivamente, è necessario definire il ruolo che ciascuna variabile (fattore) riveste all'interno del fenomeno considerato e quindi nella sua influenza sulla Y. Questa fase, che può sembrare di scarso interesse e meramente introduttiva, svolge invece un ruolo centrale, non solo per l'attribuzione dei fattori alle whole-units o alle sub-units, ma per la formulazione e la stima del successivo modello statistico, nel quale ogni variabile, secondo la sua natura (qualitativa, quantitativa discreta o continua) avrà una specifica collocazione, anche considerando la distinzione tra effetto fisso ed effetto casuale.

Riassumendo, ad ogni whole-unit è associato un trattamento, in modo casuale, combinazione dei livelli dei fattori WP; ogni whole-unit viene successivamente suddivisa in sub-unità, per le quali il livello dei fattori WP è già assegnato; ad ogni sub-unità entro una unità WP, si associano casualmente le combinazioni dei livelli (trattamenti) dei fattori SP. Si noti che per ogni sub-unità l'assegnazione casuale è effettuata separatamente.

La restrizione alla randomizzazione introdotta in questo tipo di disegno deriva proprio dal fatto che l'associazione dei trattamenti alle sub-unità non avviene in modo completamente randomizzato. L'associazione casuale avviene infatti entro ogni WP, in modo tale che ogni trattamento compaia una ed una sola volta all'interno di ciascuna whole-unit.

L'esempio (fig.1.3) propone la schematizzazione di uno split-plot in presenza di due fattori: A , con due livelli, e B a due livelli; il disegno presenta due blocchi (b_1, b_2), in ognuno dei quali compare ciascun livello del fattore A che contraddistingue le whole-units, all'interno di ogni WU sono presenti due sub-units, a ciascuna delle quali è associato casualmente un livello del fattore B . Come precedentemente specificato, in tutte le WU ritroviamo tutti i livelli del fattore B , ognuno dei quali è presente una sola volta.

Fig.:1.3 Esempio di *split-plot*

| | b_1 | | b_2 | |
|------|-------|-------|-------|-------|
| WU | A_1 | A_2 | A_2 | A_1 |
| SU | B_1 | B_2 | B_1 | B_1 |
| | B_2 | B_1 | B_2 | B_2 |

Questo disegno sperimentale presenta, accanto a lati positivi come la flessibilità nella conduzione dell'esperimento e la maggiore efficienza rispetto al disegno a blocchi randomizzati completi, alcuni limiti di natura metodologica. Il primo è legato sicuramente al possibile confondimento tra la stima della variabilità "tra blocchi" e la variabilità del fattore A , o in generale del fattore WP. Si noti che quando si pianifica un disegno sperimentale fattoriale frazionale (par. 1.2), il confondimento può verificarsi tra effetti di interazione oppure tra gli effetti principali ed effetti di interazione, ma mai tra effetti principali. Il secondo problema, che illustreremo nel par.1.5, è legato a problemi di stima, ovvero: i fattori WP vengono stimati con minore precisione dei fattori SP e delle interazioni inserite a livello di sub-unità. Terzo, ma non ultimo, aspetto di differenziazione: si ha la presenza di una duplice fonte di errore che complica notevolmente l'analisi. La duplice fonte di errore deriva dalle due distinte randomizzazioni, a livello primario (WP) e a livello secondario (SP). Per quanto appena affermato, l'utilizzo del disegno split-plot si è diffuso soprattutto in contesti in cui la necessità di un'elevata precisione delle stime è richiesta esclusivamente per alcuni fattori, e non per altri; oppure in casi in cui si ritiene necessario distinguere al meglio il ruolo dei fattori per la determinazione di un processo ottimale (Berni, 2010).

1.3 L'assegnazione dei fattori

Nel disegno split-plot i fattori sono distinti in “gruppi” secondo una gerarchia che è relativa soltanto ad una maggiore efficienza nella conduzione dell'esperimento e/o alla facilità di tali fattori nell'essere variati di livello. Solitamente si hanno due gruppi, gruppo del I e del II ordine (rispettivamente WP e SP), niente vieta che però si possa pensare ad un terzo livello, se la situazione sperimentale lo prevede (Berni e Stefanini, 2004).

Si hanno inoltre regole ben precise allorché si devono inserire le interazioni, che di solito si riducono a quelle del I ordine, sia per motivi di interpretazione sia per motivi di riduzione e parsimoniosità del disegno, secondo criteri ormai consolidati in letteratura.

Le regole per l'assegnazione degli effetti di interazione sono le seguenti (Logothetis e Wynn, 1989):

- L'interazione tra due fattori appartenenti a gruppi differenti, di ordini diversi, viene assegnata ad un vettore colonna appartenente al gruppo di ordine maggiore.
- L'interazione tra due fattori appartenenti allo stesso gruppo viene assegnata ad un vettore colonna di un gruppo di ordine minore.
- Nel caso in cui l'interazione tra due fattori corrisponda a più vettori colonna, per esempio nel caso d'interazione tra due fattori a tre livelli, solo uno dei suddetti vettori appare nel disegno, e precisamente in un gruppo di ordine minore.

In relazione al disegno rappresentato in Figura 1.3, si illustra in Tabella 1.1 la matrice sperimentale, presupponendo che vi sia l'interazione del I ordine tra i due fattori A e B.

In Tabella 1.1 tale interazione, essendo relativa a due fattori che appartengono a gruppi di ordine diverso, viene assegnata ad una colonna del gruppo del II ordine, che è il gruppo con ordine superiore tra i due contenenti i fattori considerati, a conferma della prima regola suddetta. Si notino i due vettori colonna indicati con e_1 e e_2 , relativi alle due componenti di errore.

1.4 Il modello di analisi della varianza

In questo paragrafo si illustra il modello di analisi della varianza¹ (ANOVA) per un disegno sperimentale split-plot.

In questo contesto è importante sottolineare la corrispondenza esistente tra modello statistico e disegno sperimentale. Infatti, una volta pianificato il disegno sperimentale e dopo aver effettuato l'assegnazione tra vettore colonna ed effetto da stimare, sia esso effetto principale o di interazione, il vincolo che si crea tra disegno sperimentale e modello statistico è tanto più stretto quanto più stringenti sono le ipotesi a-priori effettuate in fase di pianificazione; si pensi per esempio ad un disegno split-plot derivante dall'incrocio (*crossed*) di due disegni fattoriali frazionali altamente ridotti (Bisgaard, 2000).

Tab.:1.1 Struttura matriciale dello split-plot di figura 1.3

| Fonti var. | Rep. | A | e_1 | B | AxB | e_2 |
|--------------|------|----|-------|----|-----|-------|
| osservazioni | | | | | | |
| 1 | -1 | -1 | 1 | -1 | 1 | 1 |
| 2 | -1 | -1 | 1 | 1 | -1 | -1 |
| 3 | -1 | 1 | -1 | 1 | 1 | -1 |
| 4 | -1 | 1 | -1 | -1 | -1 | 1 |
| 5 | 1 | 1 | 1 | -1 | -1 | -1 |
| 6 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 7 | 1 | -1 | -1 | -1 | 1 | -1 |
| 8 | 1 | -1 | -1 | 1 | -1 | 1 |
| gruppi | I | | | | II | |

Generalizziamo l'esempio illustrato nel paragrafo 1.2, con due fattori: A e B , il primo con t livelli ($i=1, \dots, t$), mentre il secondo con s livelli ($j=1, \dots, s$); con b ($k=1, \dots, b$) blocchi o repliche; indichiamo inoltre con n il numero complessivo di osservazioni sperimentali ($n=bst$). Il modello di analisi della varianza è il seguente:

$$Y_{ijk} = \mu + \rho_k + \alpha_i + \delta_{ik} + \beta_j + (\alpha\beta)_{ij} + \varepsilon_{ijk} \quad (1.1)$$

¹ Si presuppongono noti i fondamenti di analisi della varianza, per dettagli si rimanda a: Cochran e Cox (1957); Box, Hunter e Hunter (1978); Cox e Reid (2000); Toutenbourg (2002).

Dove μ è il valor medio delle osservazioni, ρ_k rappresenta l'effetto del k -mo blocco o replica, α_i l'effetto dello i -mo livello del fattore A , δ_{ik} rappresenta la componente erratica associata alla WU relativa al k -mo blocco e allo i -mo livello del fattore A , β_j rappresenta invece l'effetto del j -mo livello del fattore B , $(\alpha\beta)_{ij}$ è la componente relativa all'interazione tra i due fattori A e B , corrispondente allo i -mo livello del fattore A e al j -imo livello del fattore B , ε_{ijk} infine, rappresenta la componente di errore casuale associata ai SP.

Le assunzioni del modello appena descritto riguardano le due componenti di errore che vengono ipotizzate indipendenti e identicamente distribuite secondo una distribuzione Normale, con media nulla e varianza costante (ipotesi di omoschedasticità); quest'ultima sarà pari a σ_{wp}^2 per la componente erratica relativa a WP e pari a σ_{sp}^2 per quella associata ai SP.

Ovvero:

$$\delta_{ik} \sim \text{IID } N(0, \sigma_{wp}^2) \text{ e } \varepsilon_{ijk} \sim \text{IID } N(0, \sigma_{sp}^2).$$

In Tabella 1.2 si illustra la scomposizione dei gradi di libertà per l'analisi della varianza del disegno split-plot qui descritto.

1.5.1 La natura dell'errore sperimentale

Come già accennato nel paragrafo precedente, in questa tipologia di disegno sperimentale particolare attenzione è dovuta al fatto che le osservazioni appartenenti a sub-unità diverse, ma di una stessa WU, possono essere tra loro correlate; a titolo di esempio possiamo considerare gli esperimenti condotti in ambito agricolo (esempio par.1.1); in tali casi, la correlazione nasce dal fatto che appezzamenti di terreno vicini tra loro tendono ad essere simili, relativamente alla fertilità o ad altre caratteristiche specifiche. Per analizzare il problema della correlazione presente tra le osservazioni sperimentali, consideriamo l'esempio illustrato nel paragrafo 1.4: siamo quindi in presenza di un fattore WP, il fattore A a t livelli, e un fattore SP, il fattore B a s livelli; in tal caso, per le sub-unità appartenenti ad una stessa WU, i e k rimangono invariati.

In base a quanto detto si assume che tra la componente erratica ε_{ijk} e la componente ε_{ilk} , ovvero tra errori associati a due sub-unità (j ed l) di una stessa WU, esista una correlazione, che indichiamo con ρ , mentre si ipotizza che sub-unità (j ed r) appartenenti a diverse WU siano incorrelate, ovvero:

$$E(\varepsilon_{ijk}\varepsilon_{ilk}) = \rho\sigma^2 \quad \text{e} \quad E(\varepsilon_{ijk}\varepsilon_{itr}) = 0 \quad (1.2)$$

Si considerino, ora, gli effetti di una tale situazione sulla stima degli effetti sistematici. L'effetto principale di A è stimato sulla unità WP; per semplicità supponiamo che ogni unità WP sia composta da due unità SP; allora la varianza della componente erratica associata alla singola unità WP è data da:

$$\begin{aligned} E(\varepsilon_{ik1} + \varepsilon_{ik2})^2 &= E(\varepsilon_{ik1}^2) + E(\varepsilon_{ik2}^2) + 2E(\varepsilon_{ik1}\varepsilon_{ik2}) = \\ &= \sigma^2 + \sigma^2 + 2\rho\sigma^2 = 2\sigma^2(1 + \rho) \end{aligned} \quad (1.3)$$

Pertanto, per l'effetto principale del fattore A , la varianza di errore per le sub-unità è pari a:

$$\sigma^2(1 + \rho) \quad (1.4)$$

Se nel disegno sono presenti s unità SP per ciascuna unità WP, la corrispondente componente di errore è espressa da:

$$\sigma^2[1 + (s - 1)\rho] \quad (1.5)$$

D'altra parte, l'effetto principale di B è stimato attraverso le differenze osservate tra due unità SP appartenenti alla stessa unità WP.

In questo caso abbiamo che:

$$E(\varepsilon_{ik1} - \varepsilon_{ik2})^2 = 2\sigma^2(1 - \rho) \quad (1.6)$$

Si ha quindi che la varianza effettiva associata a ciascuna unità SP è pari a: $\sigma^2(1 - \rho)$.

Un limite molto importante riguarda ρ che è, nella quasi totalità dei casi, positivo. Questo risultato implica che l'effetto principale del fattore A venga stimato con minore precisione rispetto all'effetto del fattore B e a quello dell'interazione AB . Questa minore precisione delle stime è ovviamente estesa a tutti i fattori WP.

1.6 Metodologia delle superfici di risposta

In questo paragrafo si illustra brevemente la Metodologia delle Superfici di Risposta (MSR) con effetti casuali (*mixed response surface models*). Si deve sottolineare, vedi anche paragrafo 1.2, che la metodologia delle

superfici di risposta ha dato un forte impulso al miglioramento delle tecniche statistiche per la qualità; tuttavia, nel corso degli anni, altri metodi statistici sono stati applicati in questo settore, vedi per esempio i Modelli Lineari Generalizzati (*Generalized Linear Models*- GLMs; McCullagh e Nelder, 1989) con Nelder, Lee (1991) and Lee, Nelder (2003) e i *Generalized Linear Mixed Models* - GLMMs (Robinson et al., 2006).

Tab.:1.2 Prospetto riassuntivo delle fonti di variabilità e della scomposizione in gradi di libertà per il disegno split-plot (par.1.5-formula (1.1))

| Unità WP | gradi di libertà |
|-------------|-------------------------|
| blocchi | $(b - 1)$ |
| A | $(t - 1)$ |
| errore (WP) | $(t - 1)(b - 1)$ |
| <hr/> | |
| Totale (WP) | $(bt - 1)$ |
| <hr/> | |
| Unità SP | |
| B | $(s - 1)$ |
| AB | $(t - 1)(s - 1)$ |
| errore (SP) | $b(t - 1)(s - 1)$ |
| Totale (SP) | $(s - 1)[t + b(t - 1)]$ |
| <hr/> | |
| Totale | $bst - 1$ |

La MSR è un insieme di metodi (disegno degli esperimenti- modello statistico- metodo di ottimizzazione) atti a sviluppare una procedura di analisi che parte con la pianificazione del disegno sperimentale e si conclude con il raggiungimento dell'ottimo della variabile dipendente/i, ottimo configurabile in un massimo oppure in un minimo, oppure in un valore preciso (target).

Si deve però evidenziare che mentre la MSR non si limita all'adattamento di un modello statistico, i GLMs e i GLMMs sono appunto classi di modelli statistici che possono essere particolarmente flessibili e idonei per l'analisi di dati sperimentali in presenza di eteroschedasticità o altre forme di sovra-dispersione, tuttavia, non danno luogo alla applicazione di procedure sequenziali di investigazione di una superficie sperimentale. In quest'ottica i computer experiments (Sacks et al., 1989) e il metodo del kriging (Roustant et al., 2012) rappresentano una valida alternativa in contesti idonei. Per una ottimizzazione di processo, il kriging

può essere applicato per modellare superfici di risposta simulate o per fare previsioni da computer experiments. L'arricchimento della MSR (Khuri e Cornell, 1996; Myers e Montgomery, 2002; Box e Draper, 1987) con l'inserimento di effetti casuali (Khuri, 1996; Khuri, 2006; Khuri e Mukhopadhyay, 2010) rende di fatto questa metodologia tra le più versatili per la valutazione e l'ottimizzazione di processo (Del Castillo, 2007).

1.6.1 La metodologia delle superfici di risposta: concetti di base

Il concetto di base nella MSR è l'analisi di una superficie, identificata da una (o più) variabili di risposta, rispetto ad un insieme di variabili indipendenti di natura quantitativa, inserite nel disegno sperimentale. L'area sperimentale (regione sperimentale) investigata è pertanto individuata dal campo di variazione delle variabili indipendenti; il campo di variazione di ciascuna variabile è identificato tramite i livelli sperimentali.

Pertanto, un aspetto molto importante è che il disegno sperimentale permette la selezione di un numero finito di punti (prove sperimentali) sulla regione sperimentale di riferimento; successivamente, tramite il modello statistico, viene analizzata l'intera superficie di riferimento, facendo inferenza su tutta la regione sperimentale. Di seguito alcune importanti considerazioni che devono essere fatte:

- tramite il modello si può fare inferenza solo sulla regione sperimentale di riferimento, di solito codificata; questo è ovviamente valido anche per la successiva ottimizzazione della variabile di risposta;
- i fattori del disegno sperimentale sono a tutti gli effetti le variabili del modello statistico; si ribadisce la natura quantitativa di tali variabili;
- l'eventuale inserimento di un fattore qualitativo dà luogo ad una diversa formulazione del modello statistico; la successiva ottimizzazione deve considerare la natura di questa variabile (per dettagli sul modello statistico di un disegno split-plot e sulla successiva ottimizzazione con un fattore qualitativo si veda Berni, 2010).

Il modello statistico individua l'ordine della MSR; si parla infatti essenzialmente di I e II ordine secondo l'ordine di approssimazione della superficie iniziale $\eta=f(x_1, \dots, x_j, \dots, x_J)$, funzione di J variabili indipendenti. Tale approssimazione è condotta tramite il metodo di approssimazione locale in serie di Taylor in un intorno di x_0 , l'ipotesi di base è che la

funzione sia continua e derivabile fino al $d+1$ -mo ordine. E' chiaro che l'ordine d -mo della MSR è connesso al grado di approssimazione in serie di Taylor; per cui il modello polinomiale del I ordine include l'intercetta e le derivate del primo ordine, ovvero i singoli coefficienti sono le derivate parziali di η rispetto alle variabili: $x_1, \dots, x_j, \dots, x_J$; il resto corrisponde all'errore casuale. Il modello polinomiale del II ordine è esteso rispetto a quello del I ordine e include le interazioni del I ordine (tra due variabili) e gli effetti quadratici. In una ottica puramente matematica, i coefficienti delle interazioni sono le derivate parziali di η rispetto a $x_j x_i$ con $j \neq i$, mentre gli effetti quadratici sono le derivate parziali di η rispetto a $x_j x_i$ con $j=i$. E' implicito che quanto più alto è l'ordine della MSR quanto maggiore è l'approssimazione alla superficie originaria η .

In letteratura, e anche in un contesto applicativo, è difficile trovare studi relativi alla MSR di III ordine; si deve però rilevare che le principali differenze si hanno tra il I e il II ordine in termini di: disegni sperimentali, per la struttura del modello statistico ed infine per i metodi di ottimizzazione. Si rimanda alla letteratura già più volte citata per dettagli teorici ed esempi.

Si consideri una variabile dipendente y e l'insieme dei fattori/variabili $(x_1, \dots, x_j, \dots, x_J)$; per semplicità notazionale si considera un solo insieme di variabili, prescindendo da distinzioni tra variabili di interesse e variabili sub-sperimentali. Il modello polinomiale del II ordine per la generica osservazione sperimentale u è il seguente ($J=2$):

$$y_u = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \varepsilon_u \quad u=1, \dots, n \quad (1.7)$$

In formula (1.7), β_1 e β_2 sono i due coefficienti relativi agli effetti lineari del modello per le due variabili indipendenti; β_{12} è il coefficiente di interazione del I ordine; β_{11} e β_{22} sono i due coefficienti per gli effetti quadratici; β_{12}, β_{11} e β_{22} sono gli elementi della matrice \mathbf{B} , in questo caso di dimensione $[2 \times 2]$, composta dagli effetti di II ordine; tale matrice gioca un ruolo fondamentale anche in fase di ottimizzazione; ε_u è la componente erratica per l' u -ma osservazione sperimentale ($u=1, \dots, n$).

1.6.2 Il modello di superficie di risposta con effetti casuali

L'inclusione di effetti casuali entro il modello delle superfici di risposta trova i suoi primi fondamenti metodologici nell'articolo di Khuri (1996). Tale estensione è riconducibile alla necessità di considerare in ambito tecnologico-industriale fonti di variabilità specifiche, come quella di un

fattore blocco oppure di una fonte di disturbo (noise), misurabile ma non controllabile, e la cui misurazione è necessaria per la regolazione ottimale dei fattori di processo, secondo il concetto di progettazione robusta. Tuttavia, in generale e anche in altri settori legati all'applicazione di disegni sperimentali, quali il settore agronomico e quello ambientale, il fattore casuale è in genere definito come un fattore per il quale i livelli non sono di facile misurazione.

Per ben interpretare il modello (1.7) riformulato al fine di includere gli effetti casuali, si consideri inizialmente un modello lineare ad effetti misti (*mixed linear models*), formula (1.8); tale modello (Searle et al., 1992) può essere visto come una estensione del modello lineare, permettendo l'inclusione di effetti casuali e la specificazione della matrice di varianza-covarianza per l'errore. Si ha quindi la possibilità di considerare strutture particolari di correlazione e di eterogeneità delle varianze; tuttavia, si assume sempre l'ipotesi di distribuzione Normale, prescindendo da altre distribuzioni statistiche, discrete o continue.

$$\mathbf{y} = \mathbf{X}\boldsymbol{\beta} + \mathbf{Z}\boldsymbol{\gamma} + \boldsymbol{\varepsilon} \quad (1.8)$$

Nella formula (1.8) la matrice \mathbf{Z} è la matrice nota delle variabili casuali e $\boldsymbol{\gamma}$ è il vettore incognito dei coefficienti casuali. Pertanto il termine "misto" o *mixed* indica proprio l'inclusione nel modello (1.8) di effetti fissi e di effetti casuali. In questo contesto, particolare attenzione è riservata alla matrice \mathbf{V} , matrice di varianza-covarianza della variabile dipendente; tale matrice è modellata tramite la matrice \mathbf{Z} e tramite la struttura di altre due matrici: *i*) la matrice \mathbf{G} , che è la matrice delle stime di varianza-covarianza degli effetti casuali e *ii*) la matrice \mathbf{R} , matrice delle stime di varianza-covarianza dell'errore. Si ha quindi:

$$\mathbf{V} = \mathbf{Z}'\mathbf{G}\mathbf{Z} + \mathbf{R}$$

In questa parte iniziale si ipotizza che entrambe le matrici \mathbf{G} ed \mathbf{R} siano indipendenti e diagonali; si deve però evidenziare che proprio in relazione alle problematiche del disegno split-plot illustrate nel paragrafo 1.5, la matrice \mathbf{V} assume struttura diversa in dipendenza di \mathbf{R} . Per meglio spiegarne il significato si rimanda al successivo paragrafo (par.1.6.3) e al paragrafo 1.7, dove la struttura delle due matrici \mathbf{G} ed \mathbf{R} è illustrata in relazione ai due esempi applicativi.

Si noti che il modello lineare può essere visto come caso particolare del modello (1.8) con $\mathbf{Z}=\mathbf{0}$ e $\mathbf{R}=\sigma^2\mathbf{I}_n$, dove n rappresenta il numero totale di osservazioni.

Si consideri adesso il modello polinomiale del II ordine, come formulato in formula (1.7) e la definizione di modello lineare misto ora illustrata. Il modello di superficie di risposta con effetti casuali per la singola osservazione sperimentale y_u ($u=1,..n$) e per J variabili ($\mathbf{x}_1, \dots, \mathbf{x}_j, \dots, \mathbf{x}_J$) assume la seguente struttura:

$$y_u = \beta_0 + f(\mathbf{x}_u) \boldsymbol{\beta} + \mathbf{z}_u \boldsymbol{\gamma} + g(\mathbf{x}_u) \boldsymbol{\Delta} \mathbf{z}'_u + \boldsymbol{\varepsilon}_u \quad (1.9)$$

dove β_0 è l'intercetta; $\boldsymbol{\beta}$ è il vettore colonna [$p \times 1$] dei parametri incogniti dove $p \geq J$; $f(\mathbf{x}_u)$ è funzione lineare e indipendente per ogni \mathbf{x}_u , ovvero $f(\mathbf{x}_u) = (x_{u1}, \dots, x_{up})$ in relazione ai p effetti di II ordine delle J variabili. Pertanto \mathbf{F} è la cosiddetta matrice "estesa" di dimensione [$n \times p$]; $\boldsymbol{\varepsilon}_u$ è il vettore colonna della componente di errore. Considerando gli effetti casuali, $\mathbf{z}_u = (z_{u1}, \dots, z_{ub})$ è il vettore riga di valori binari (0,1) relativo alla presenza di variabili sub-sperimentali o fattori blocco; $\boldsymbol{\gamma} = (\gamma_1, \dots, \gamma_b)$ è il vettore colonna dei coefficienti incogniti relativo agli effetti casuali di dimensione [$b \times 1$]. La matrice $\boldsymbol{\Delta}$ è la matrice relativa alle interazioni del I ordine tra effetti polinomiali (fissi) ed effetti casuali; pertanto la sua massima dimensione può essere [$p \times b$] se per tutti gli effetti fissi si include nel modello (1.9) la loro interazione con gli effetti casuali. Si noti che quest'ultima matrice contiene i coefficienti per la valutazione della progettazione robusta.

Si supponga di avere un fattore blocco a b livelli; allora, possiamo presupporre per semplicità di avere un disegno sperimentale bilanciato, con numero di osservazioni sperimentali uguale in ciascun blocco. La matrice \mathbf{R} assume la seguente struttura diagonale a blocchi:

$$\mathbf{R} = \text{diag} (\sigma_1^2 \mathbf{I}_{n1}, \dots, \sigma_b^2 \mathbf{I}_{nb})$$

Analogamente, ma ovviamente con diversi elementi matriciali, si può definire la matrice \mathbf{G} , matrice di varianza-covarianza degli effetti casuali, qui descritta in relazione al fattore blocco e agli effetti di interazione considerati con la matrice $\boldsymbol{\Delta}$ del modello (1.9):

$$\mathbf{G} = \text{diag} (\sigma_\gamma^2 \mathbf{I}_b, \dots, \sigma_{\delta_p}^2 \mathbf{I}_{qp})$$

dove δ_p e q_p indicano rispettivamente: *i*) il vettore dei coefficienti di interazione tra blocchi e l'effetto fisso e *ii*) il numero dei livelli per quel fattore.

Considerando i metodi di stima generalmente utilizzati in letteratura e applicati nel paragrafo 1.7, si utilizza il metodo di stima GLS per la stima degli effetti fissi e il metodo *Restricted Maximum Likelihood* (REML) per la stima delle componenti di varianza. Per dettagli sul metodo di stima REML si rimanda a Searle et al. (1992).

1.6.3 Disegno sperimentale split-plot e modello lineare misto

Nei due precedenti paragrafi abbiamo descritto molto brevemente il modello polinomiale del II ordine per la MSR (1.7) e il modello lineare misto (1.8), al fine di introdurre il modello di superficie di risposta con effetti casuali (1.9). In questo paragrafo e nel successivo (par.1.6.4) si illustra come il modello (1.8) e il modello (1.9) possano essere applicati per un disegno sperimentale split-plot.

Considerando il modello (1.8), è implicito che tale modello statistico sia il modello base per qualsiasi disegno sperimentale nella cui struttura siano inclusi effetti fissi ed effetti casuali.

In generale, se il disegno sperimentale è il disegno split-plot, ciò che cambia è la struttura della matrice \mathbf{Z} , connessa ai fattori WP, di dimensione $[nxw]$ dove w indica il numero degli WP in ciascun blocco. Di conseguenza, il vettore $\boldsymbol{\gamma}$ ha dimensione $[wx1]$. Le due matrici \mathbf{G} ed \mathbf{R} hanno la stessa definizione prima illustrata, però si inserisce in questo contesto il problema della correlazione tra unità sperimentali entro lo stesso WP, che implica una diversa struttura della matrice \mathbf{V} , ovvero della matrice di varianza-covarianza della variabile dipendente. Ciò si riflette non soltanto sulle stime delle matrici suddette ma anche sulle stime dei coefficienti per gli effetti fissi, vettore $\boldsymbol{\beta}$ di formula (1.8) stimato tramite il metodo GLS:

$$\hat{\boldsymbol{\beta}} = (\mathbf{X}'\mathbf{V}^{-1}\mathbf{X})^{-1} \mathbf{X}'\mathbf{V}^{-1}\mathbf{y} \quad (1.10)$$

Vi sono tuttavia specifiche condizioni di struttura del disegno split-plot che implicano l'uguaglianza tra stime OLS e stime GLS, estendibili anche al disegno split-plot in un contesto MSR, come vedremo nel successivo paragrafo.

1.6.4 Disegno sperimentale split-plot e modello polinomiale del II ordine con effetti casuali

Si illustra adesso il modello polinomiale del II ordine delle superfici di risposta e il disegno split-plot, con tutti fattori quantitativi; a tal fine, il modello (1.7) viene esteso considerando il modello (1.8) e il modello (1.9). Per ulteriori dettagli teorici si veda Myers e Montgomery, (2002).

Si considerino due insiemi di fattori: i) l'insieme Z per I fattori WP e ii) l'insieme X per J fattori SP. Questa notazione si riconduce all'idea di inserire come WP fattori sub-sperimentali o di disturbo (par.1.2). Siano \mathbf{Z} : $(\mathbf{z}_1, \dots, \mathbf{z}_i, \dots, \mathbf{z}_I)$ e \mathbf{X} : $(\mathbf{x}_{i1}, \dots, \mathbf{x}_{ij}, \dots, \mathbf{x}_{iJ})$. Il modello del II ordine per un disegno split-plot definito per il k -mo blocco ($k=1, \dots, K$) è il seguente:

$$y_{ijk}(Z, X) = \beta_0 + \gamma_i' \mathbf{z}_i + \beta_j' \mathbf{x}_{ij} + \mathbf{z}_i' \Gamma \mathbf{z}_i + \mathbf{x}_{ij}' \mathbf{B} \mathbf{x}_{ij} + \mathbf{z}_i' \Delta \mathbf{x}_{ij} + \psi_{ik} + \varepsilon_{ijk} \quad (1.11)$$

dove, rispetto alle formule precedenti, si nota l'inclusione della matrice Γ , relativa ai coefficienti degli effetti di interazione del I ordine e quadratici per le variabili WP; la matrice \mathbf{B} , contenente i coefficienti di II ordine per gli effetti fissi; la matrice Δ , relativa ai coefficienti degli effetti di interazione del I ordine tra fattori WP e fattori SP, importante in un contesto di progettazione robusta. Per le componenti di errore, ψ_{ik} è la componente di errore WP e si assume che $\psi_{ik} \sim \text{iid } N(0, \sigma_\psi^2)$ mentre ε_{ijk} è la componente di errore SP e si assume che $\varepsilon_{ijk} \sim \text{iid } N(0, \sigma_\varepsilon^2)$, inoltre $\text{Cov}(\psi_{ik}, \varepsilon_{ijk}) = 0 \forall i, j$.

Nel modello (1.11), le ipotesi sulle varianze d'errore sono analoghe ad assumere che la covarianza tra due osservazioni appartenenti alla stessa WU rimanga costante per tutte le sue osservazioni, ovvero, se y_{ij} e y_{ij+1} sono due osservazioni appartenenti allo stesso i -mo WP, si ha che:

$$\begin{aligned} \text{COV}(y_{ij}, y_{ij+1}) &= \sigma_\psi^2 \quad \forall i \\ \text{e} \\ \text{COV}(y_{ij}, y_{i'j'}) &= 0 \quad i \neq i', j \neq j' \end{aligned} \quad (1.12)$$

L'esistenza di due componenti di errore e di conseguenza di due componenti di varianza di errore non semplifica l'applicazione di uno split-plot nell'ambito della MSR, anche alla luce del fatto che tutta la struttura definitoria del disegno split-plot non è nata in un contesto di MSR. Questo influisce notevolmente sia sulla stima delle componenti di varianza, σ_ψ^2 e σ_ε^2 ,

sia sulla stima dei coefficienti (par.1.6.3). Inoltre, la valutazione di un errore σ_{ψ}^2 tramite l'accorpamento di effetti di interazione in ambito di gruppo primario può risultare quantomeno uno svantaggio nell'ambito della MSR, laddove si desidera valutare la progettazione robusta.

In generale, e quindi prescindendo da specifiche strutture della matrice \mathbf{V} definite anche in relazione alla matrice \mathbf{R} (formula 1.12) ed alla situazione sperimentale analizzata, si può ipotizzare la seguente struttura generale di base della matrice \mathbf{V} per un disegno split-plot:

$$\mathbf{V} = \begin{pmatrix} V_1 & 0 & \dots & 0 \\ 0 & V_2 & \dots & 0 \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ 0 & \dots & \dots & V_I \end{pmatrix} \quad (1.13)$$

dove $V_i = \sigma^2 \mathbf{I}_{J \times J} + \sigma_{\psi}^2 \mathbf{1}_{J \times 1} \mathbf{1}'_{1 \times J}$ e $\mathbf{V} = [IJ \times IJ]$, per un blocco (replica).

Anche in questo contesto le stime dei coefficienti per gli effetti fissi sono stime GLS (1.10), tuttavia, in Vining, Kowalsky e Montgomery (2005), è dimostrata l'equivalenza tra stime OLS e GLS se nel disegno split-plot è soddisfatta almeno una delle seguenti condizioni: i) si deve avere lo stesso disegno in tutte le unità SP; oppure ii) una condizione sufficiente è data dalla struttura del corrispondente modello, ovvero il modello deve contenere l'intercetta e gli effetti del I ordine, oppure gli effetti del I ordine più gli effetti di interazione; iii) un'altra possibilità è quella di avere un disegno ortogonale in ciascuna unità SP entro ogni unità WP.

1.7 Esempi applicativi

In questo paragrafo si illustrano due esempi² per il disegno split-plot; in entrambi gli esempi i dati sono fittizi ma basati su casi di studio reali; tuttavia, proprio per le finalità di questo lavoro, sono esempi molto semplificati e non si pretende quindi che siano esaustivi della situazione reale. Per ogni esempio si rimanda anche a casi di studio pubblicati in letteratura.

Le applicazioni sono effettuate usando la procedura MIXED del software SAS (Windows Platform, SAS Software versione 9.2).

² I dati sono fittizi e quindi i commenti hanno finalità puramente didattica.

1.7.1 Primo esempio: il caso delle colle conduttive

Il primo esempio, inserito in un contesto di nuovi materiali e tecnologie in ambito industriale, è relativo allo studio delle colle conduttive, o adesivi elettricamente conduttivi, nuovi materiali saldanti lead-free per la realizzazione di saldature in elettronica senza l'uso di piombo. L'esempio di disegno split-plot entro la metodologia delle superfici di risposta è semplificato; per dettagli e per uno studio completo sull'argomento si rimanda a Catelani et al. (2011); Berni et al., (2013).

In breve, l'uso di colla conduttiva in elettronica prevede la deposizione di materiale sul supporto di interesse (scheda, piastrina, base di sensori, etc.). Per rendere uniforme il film di adesivo conduttivo depositato, si applica un processo di centrifugazione, caratterizzato da due variabili: tempo d'applicazione (tempo-sc) o tempo di spin-coating [s] e velocità (speed-sc) radiale [giri/min]; successivamente, il supporto viene inserito in forno per la fase di polimerizzazione (curing) dell'adesivo per la quale è importante considerare altre due variabili: la temperatura (temp-c) di polimerizzazione [°C] e il tempo (time-c) o durata del trattamento [min]; il trattamento congiunto di temperatura e tempo in fase di curing viene considerato come una singola infornata. La variabile di risposta (Y) è in questo caso la resistenza elettrica [Ω], misura di prestazione che permette una valutazione del materiale dal punto di vista elettrico. Tutti e quattro i fattori, di natura quantitativa continua, sono studiati a due livelli; si ricorda, (par.1.6) che la selezione di un numero discreto di punti sperimentali sulla regione sperimentale permette poi di fare inferenza, tramite il modello statistico, su tutta la regione sperimentale delimitata (frontiera) dal range o campo di variazione dei quattro fattori inseriti nel piano sperimentale. Tutta l'analisi è effettuata sulla regione sperimentale codificata.

Proprio considerando la fase di polimerizzazione, si ipotizza di poter studiare le due variabili congiuntamente (quattro infornate ognuna a una determinata combinazione di temperatura e tempo) poiché questi due fattori possono essere considerati più importanti per la loro rilevanza congiunta sul processo di deposizione piuttosto che per il loro effetto singolo (principale).

Si suppone quindi di pianificare un disegno split-plot $2^2 \times 2^2$ con tre blocchi o repliche, ovvero, 16 prove sperimentali per ciascun blocco, per un totale di 48 osservazioni sperimentali. In particolare, i due fattori relativi alla polimerizzazione (curing) sono inseriti nel disegno come fattori WP, mentre i due fattori di spin-coating sono considerati fattori SP.

Il vantaggio di pianificare questo disegno risiede anche nella sua conduzione: quattro infornate, ad una precisa combinazione di temperatura e tempo nella fase di curing, dei quattro supporti, identificati dalle quattro combinazioni (quattro whole units – WU) dei due fattori WP. In tabella 1.3 si mostra la struttura del primo blocco.

La struttura del disegno illustrata in tabella 1.3 non è ovviamente la matrice del disegno, come illustrato nel paragrafo 1.5, tuttavia è facile dall'una ottenere l'altra.

Tab.1.3 Struttura del disegno split-plot e dati del primo blocco (dati fittizi) per l'esempio 1.7.1

| | | Infornata | 1 | 2 | 3 | 4 |
|----------|----------|-----------|------|------|------|------|
| | | Time-c | - | + | + | - |
| | | Temp-c | + | - | + | - |
| Tempo-sc | Speed-sc | | | | | |
| - | - | | 11.1 | 1.78 | 0.10 | 1.06 |
| + | - | | 11.6 | 1.01 | 1.10 | 0.46 |
| - | + | | 8e-3 | 4e-4 | 0.19 | 1e-3 |
| + | + | | 0.14 | 0.10 | 0.04 | 1.13 |

In Tabella 1.4 si illustrano le stime REML e il test di Wald per le componenti di varianza. Si noti la particolare struttura ipotizzata nella scomposizione dell'errore residuale. Tale fonte di variabilità è stata infatti calcolata secondo le infornate (WU) entro ciascun blocco.

Data la struttura della parte casuale del modello, si ha che la matrice \mathbf{G} (Tab. 1.5) ha dimensione $[5 \times 5]$, mentre la matrice \mathbf{R} è definita tenendo conto della particolare struttura sperimentale relativa alle infornate (Tabella 1.4). Si noti come le stime dell'errore così calcolate mettono in evidenza le significatività delle singole infornate entro blocco; a conferma del fatto che la struttura matriciale di \mathbf{R} non deve essere ipotizzata in modo astratto ma valutata attentamente in relazione al disegno sperimentale prescelto ed alla situazione sperimentale analizzata.

La matrice \mathbf{V} , matrice di varianza/covarianza di \mathbf{y} , ha dimensione data da:

$$\mathbf{V} = \mathbf{Z}'\mathbf{G}\mathbf{Z} + \mathbf{R} = [48 \times 5][5 \times 5][5 \times 48] + [48 \times 48] = [48 \times 48].$$

Nella tabella 1.6 le stime degli effetti casuali relative ai tre blocchi non sono significative. Sono invece altamente significativi gli altri due effetti: l'effetto casuale della temperatura di curing e l'effetto di interazione del I

ordine tra la temperatura di curing (fattore WP) e il tempo di spin-coating (fattore SP).

Quest'ultimo risultato è da commentare per mettere in evidenza una interazione tra fattori WP e fattori SP: se nelle unità WP sono inseriti noise e/o variabili ambientali, questa interazione assume rilevanza -nell'ambito tecnologico- per la progettazione robusta (Par.1.2). E' infatti tramite questo coefficiente che la soluzione ottimale per la variabile risposta può essere regolata per il fattore SP condizionatamente alla variazione del fattore WP, in modo tale da rendere robusto il fattore di interesse rispetto a quello di disturbo. In questo caso, la resistenza elettrica verrebbe ottimizzata anche considerando l'interazione tra tempo di spin-coating (fattore SP, di interesse) e la temperatura di curing (fattore WP).

Tab. 1.4 Stime REML e test di Wald per le componenti di varianza

| Effetto | | Stima | St. Error | Pr > Z |
|-----------------|----------------|--------|-----------|--------|
| Blocco | | 0.0183 | 0.0222 | 0.2052 |
| temp_c | | 8.9202 | 12.6181 | 0.2398 |
| tempo_sc*temp_c | | 7.1179 | 10.0684 | 0.2398 |
| Errore | WU(Blocco) 1 1 | 0.4183 | 0.3050 | 0.0851 |
| Errore | WU(Blocco) 2 1 | 0.0691 | 0.0550 | 0.1045 |
| Errore | WU(Blocco) 3 1 | 0.0388 | 0.0295 | 0.0945 |
| Errore | WU(Blocco) 4 1 | 0.0202 | 0.0214 | 0.1731 |
| Errore | WU(Blocco) 1 2 | 0.9857 | 0.7127 | 0.0833 |
| Errore | WU(Blocco) 2 2 | 0.2088 | 0.1636 | 0.1010 |
| Errore | WU(Blocco) 3 2 | 0.2660 | 0.2013 | 0.0932 |
| Errore | WU(Blocco) 4 2 | 0.2269 | 0.1723 | 0.0939 |
| Errore | WU(Blocco) 1 3 | 0.0117 | 0.0143 | 0.2075 |
| Errore | WU(Blocco) 2 3 | 0.1794 | 0.1356 | 0.0930 |
| Errore | WU(Blocco) 3 3 | 0.3405 | 0.2515 | 0.0879 |
| Errore | WU(Blocco) 4 3 | 0.0093 | 0.0081 | 0.1250 |

Le Tabelle 1.7 e 1.8 illustrano i risultati per gli effetti fissi, rispettivamente le stime GLS dei coefficienti e l'analisi della varianza.

La tabella 1.7 mostra due effetti altamente significativi: l'intercetta e il tempo di spin-coating; la velocità radiale, pur non essendo significativa, non è per niente trascurabile, avendo un p-value di 0.13.

Tab.1.5 Matrice G di varianza-covarianza degli effetti casuali

| Matrice G | |
|------------------|-------------------------------------|
| Effetto | Blocco |
| Blocco | 1 0.0183 |
| Blocco | 2 0.0183 |
| Blocco | 3 0.0183 |
| temp_c | 8.9202 |
| tempo_sc*temp_c | 7.1179 |

Tab. 1.6 Stima dei coefficienti per gli effetti casuali

| Stime effetti casuali | | | | |
|------------------------------|---|--------------|-----------------|--------------------|
| Effetto | | Stima | Std Err. | Pr > t |
| Blocco | 1 | -0.0898 | 0.1055 | 0.4809 |
| Blocco | 2 | -0.0418 | 0.1328 | 0.7776 |
| Blocco | 3 | 0.1315 | 0.1034 | 0.3279 |
| temp_c | | -2.9865 | 0.0487 | <.0001 |
| tempo_sc*temp_c | | 2.6677 | 0.0494 | <.0001 |

Va sottolineato in quest'ambito la rilevanza dell'intercetta; è infatti il valor medio raggiungibile con il modello stimato. Pertanto, esprime immediatamente quanto siamo vicini o lontani dal valore ottimale (target) prefissato per la variabile di risposta. Si può avere una situazione sperimentale e di modello talmente buona, che già l'intercetta arriva molto vicina al target, per poi avere piccoli aggiustamenti con i coefficienti delle variabili. Questa situazione, che si evince dalle stime degli effetti fissi, trova poi successivo riscontro nella fase di ottimizzazione.

Un'altra osservazione attiene al coefficiente e al p-value della velocità radiale; è molto importante tenere presente che in questo contesto le variabili inserite nel disegno sperimentale sono tutte variabili di interesse per lo sperimentatore e giocano un ruolo fondamentale per il raggiungimento della soluzione ottima per la variabile di risposta. Pertanto il migliore modello stimato non è detto sia quello che contiene solo gli effetti significativi; al contrario, come si vede in tantissimi esempi in letteratura (Berni e Gonnelli, 2006), il raggiungimento dell'ottimo è dato

spesso dall'importanza che il fattore riveste globalmente con tutti i suoi effetti: lineare, in interazione e quadratico, se il modello è del II ordine.

Infine una ultima considerazione riguarda la stima dei gradi di libertà, in questo esempio tale stima è effettuata con la correzione di Kenward-Roger. Si rimanda comunque alla letteratura (Khuri, 1996; Khuri, 2006) per dettagli e specifiche formule per il calcolo del test-F e della significatività di ciascun effetto.

Tab. 1.7 Stima GLS dei coefficienti per gli effetti fissi

| Stima effetti fissi | | | |
|---------------------|---------|------------|---------|
| Coefficiente | Stima | Std. Error | Pr > t |
| Intercetta | 3.0709 | 0.1001 | 0.0008 |
| tempo_sc | -2.7152 | 0.0491 | <.0001 |
| speed_sc | -0.0709 | 0.0434 | 0.1367 |

Tab. 1.8 Tabella di Analisi della Varianza- Type III

| Fonte var. | Num GL | Den GL | F Value | Pr>F |
|------------|--------|--------|---------|--------|
| tempo_sc | 1 | 8.09 | 4112.32 | <.0001 |
| speed_sc | 1 | 8.97 | 2.67 | 0.1367 |

1.7.2 Secondo esempio: disegno split-plot per lo studio delle emissioni di CO₂

Il secondo esempio, sempre con dati fittizi, riguarda l'applicazione di un disegno sperimentale split-plot per lo studio delle emissioni di anidride carbonica (CO₂). Anche per questo secondo esempio si illustra una situazione sperimentale molto semplificata, che non può essere esaustiva del problema; tuttavia l'esempio è simulato considerando la letteratura esistente, alla quale si rimanda per esempi in un contesto ambientale e agronomico (Liu et al., 2009; Nkyi, et al., 2011; Paquette et al., 2013).

In breve, si ipotizza di pianificare un disegno sperimentale split-plot in cui il plot è costituito da un appezzamento di un ettaro. Gli appezzamenti si caratterizzano e si differenziano per due fattori SP: topografia (piano, pendio); alberi (assenti, presenza di cipresso e/o pino). Le rilevazioni sono effettuate al tempo iniziale, e successivamente a 50, 180, 300 giorni. Tale fattore è inserito nel disegno come fattore WP. Ogni blocco è formato da un

plot suddiviso in unità sub-plot (particelle) caratterizzate dalla combinazione dei livelli dei due fattori SP.

La variabile di risposta è l'emissione di anidride carbonica misurata con la tecnica *eddy covariance*; nell'esempio si è effettuata la trasformazione logaritmica.

La struttura del disegno split-plot e i dati fittizi relativi al primo blocco sono illustrati in tabella 1.9.

Si noti che in questo esempio i due fattori SP sono qualitativi, mentre la variabile "giorni" viene considerata continua (i giorni sono cumulati).

Pertanto, in questo caso il modello statistico corrispondente al disegno sperimentale ipotizzato non è riconducibile ad un *mixed response surface models*, ma è semplicemente un *mixed linear model* (formula (1.8) par. 1.6.3) che nella sua forma base permette di studiare gli effetti casuali tipici di un disegno split-plot, come l'effetto delle repliche (blocchi).

Tab.1.9. Struttura del disegno split-plot e dati del primo blocco (dati fittizi) per l'esempio 1.7.2

| | | Ril. giorni | 0 | 50 | 180 | 300 |
|------------|--------|-------------|------|------|------|------|
| Topografia | Alberi | | | | | |
| + | - | | 1.97 | 1.12 | 1.35 | 2.32 |
| - | - | | 1.98 | 1.12 | 1.45 | 1.89 |
| - | + | | 2.06 | 1.50 | 1.08 | 1.70 |
| + | + | | 2.06 | 2.34 | 1.20 | 1.80 |

Le stime REML per le componenti di varianza sono illustrate in Tabella 1.10; per questo esempio, si ha l'effetto casuale dei tempi di rilevazione e la componente di errore, calcolata entro ogni blocco (within blocks).

Come per l'esempio precedente, si rileva una significatività dell'errore entro blocchi. Tuttavia, l'errore in questo esempio è suddiviso solo considerando le tre repliche. La matrice \mathbf{R} delle stime (Tabella 1.10) di varianza-covarianza ha dimensione $[48 \times 48]$, dove ciascun blocco ha dimensione $[16 \times 16]$, ovvero $n_1 = n_2 = n_3 = 16$.

Si noti che in questo esempio la matrice \mathbf{G} è composta da un unico effetto, i giorni di rilevazione; la matrice \mathbf{Z} relativa agli effetti casuali ha dimensione $\mathbf{Z} = [1 \times 48]$. Pertanto la matrice \mathbf{V} di varianza-covarianza di y è data da:

$$\mathbf{V} = \mathbf{Z}'\mathbf{G}\mathbf{Z} + \mathbf{R} = [48 \times 1][1 \times 1][1 \times 48] + [48 \times 48] = [48 \times 48].$$

In tabella 1.11 si riporta la stima dell'unico effetto casuale, che si ricorda è fattore WP.

Tab. 1.10 Stime REML e test di Wald per le componenti di varianza

| Effetto | | Stima | Std. Error | Pr > Z |
|----------------|----------|--------------|-------------------|------------------|
| Giorni | | 7.4e-7 | 1.4e-6 | 0.2575 |
| Errore | blocco 1 | 0.0801 | 0.0328 | 0.0072 |
| Errore | blocco 2 | 0.0304 | 0.0112 | 0.0032 |
| Errore | blocco 3 | 0.0337 | 0.0140 | 0.0083 |

Tab. 1.11 Stima dei coefficienti per gli effetti casuali

| Stima effetti casuali | | | |
|------------------------------|--------------|------------------|--------------------|
| Effetto | Stima | Std. Err. | Pr > t |
| Giorni | 0.0008 | 0.0003 | 0.0078 |

La diversa natura dei fattori inseriti nel disegno implica ovviamente anche risultati teoricamente diversi. Si confronti per esempio la tabella 1.8 con la tabella 1.12. In quest'ultima tabella per ogni fattore qualitativo si stimano due coefficienti, o meglio, il coefficiente con livello più basso (alto) viene stimato in riferimento a quello di livello più alto (basso), posto uguale a zero. Si noti che in generale, il numero dei coefficienti stimati è uguale al numero dei gradi di libertà per quella variabile. L'interpretazione del coefficiente di livello più basso deve essere fatta in confronto al significato del livello di riferimento: per esempio nel caso della variabile topografia, il livello alberi = -1, corrispondente all'assenza di alberi, aumenta l'emissione di CO₂; lo stesso dicasi per la topografia, confrontando il piano rispetto al pendio.

Non si rileva una interazione del I ordine tra alberi e topografia, che avrebbe potuto esserci, data la significatività (al 5%) di uno dei due fattori.

Non si include qui la tabella di analisi della varianza per motivi di brevità, poiché non aggiunge ulteriori informazioni rispetto alla tabella 1.12.

Tab. 1.12 Stime GLS dei coefficienti per gli effetti fissi

| Stima Effetti fissi | | | | |
|----------------------------|----|--------------|-------------------|--------------------|
| Coefficiente | | Stima | Std. Error | Pr > t |
| Intercetta | | 0.2561 | 0.0672 | 0.0005 |
| Alberi | -1 | 0.1267 | 0.0633 | 0.0527 |
| Alberi | 1 | 0 | . | . |
| Topografia | -1 | 0.0414 | 0.0632 | 0.5170 |
| Topografia | 1 | 0 | . | . |

Bibliografia

- Atkinson A. C. e Donev A. N. (1992) *Optimum Experimental Designs*, Oxford Statistical Science Series-No.8. Clarendon Press, Oxford.
- Berni R. e Stefanini F.M. (2004), "A Split-plot analysis for microarray experiments", *Proceedings of the XIX International Workshop on Statistical Modelling*, pp.: 320-324, Firenze University Press.
- Berni R. e Gonnelli C. (2006), "Planning and optimization of a numerical control machine in a multiple response case", *Quality and Reliability Engineering International*, 22: 517-526.
- Berni R. (2010), "Split-plot for robust design: weighting and optimization in the multiple response case", in: *MoDA 9- Advances in Model-Oriented Design and Analysis*, (Eds. Giovagnoli A., Atkinson A.C., Torsney B.; Co-Eds C. May) - Physica-Verlag, Heidelberg, Germany, pp.: 25-32.
- Berni R., Scarano V.L., Bertocci F. e Catelani M. (2013), "Mixed response surface models and Bayesian analysis of variance components for Electrically Conductive Adhesives", *Applied Stochastic Models and Business in Industry*, 29: 387-398.
- Bingham D. R. e Sitter R. R. (2001), "Design issues in fractional factorial split-plot experiments", *Journal of Quality Technology*, 33: 2-15.
- Bisgaard S. (2000), "The design and analysis of $2^{k-p} \times 2^{q-r}$ split-plot experiments", *Journal of Quality Technology*, 32: 39-56.
- Box G. E. P. e Draper N. R. (1987), *Empirical model-building and response surfaces*, John Wiley & Sons, Inc., New York, U.S.A.
- Box G. E. P., Hunter W. G. e Hunter S. J. (1978), *Statistics for experimenters: an introduction to design, data analysis and model building*, John Wiley & Sons, Inc., New York, U.S.A.
- Box G. E. P. e Jones S. (1992), "Split-plot designs for robust product experimentation", *Journal of Applied Statistics*, 19: 3-26.

- Box G.E.P. e Wilson K.B., (1951), On the experimental attainment of optimum conditions, *Journal of The Royal Statistical Society, Serie B*, 13: 1-38.
- Catelani M., Scarano V.L., Bertocci F. e Berni R. (2011), "Optimization of the soldering process with ECAs in electronic equipments: characterization measurement and experimental design", *IEEE Transactions on Components, Packaging and Manufacturing Technology*, 1: 1616-1626.
- Cochran W. G. e Cox G. M. (1957), *Experimental Designs*, (2nd edn), John Wiley & Sons, Inc., New York, U.S.A.
- Cox D. R. e Reid N. (2000), *The Theory of the Design of Experiment*, Chapman e Hall/CRC, New York, U.S.A.
- Del Castillo E. (2007) *Process optimization*, Springer-Verlag, New York.
- Kackar R. N. (1985), "Off-Line quality control, Parameter Design and the Taguchi method", *Journal of Quality Technology*, 17: 176-188.
- Khuri A. I. (1996) "Response surface models with mixed effects", *Journal of Quality Technology*, 28: 177-186.
- Khuri A. I. e Cornell J.A. (1996), *Response surfaces*, (2nd edn), Marcel Dekker, New York.
- Khuri A. I. (2006) "Mixed response surface models with heterogeneous within-block error variances", *Technometrics*, 48: 206-218.
- Khuri A. I. e Mukhopadhyay S. (2010). "Response surface methodology", *WIREs Computational Statistics*, 2: 128-149.
- Kiefer J. (1959). "Optimum experimental designs", *Journal of The Royal Statistical Society, Serie B*, 21: 272-319.
- Lee Y. e Nelder J.A. (2003) "Robust design via Generalized Linear Models", *Journal of Quality Technology*, 35: 2-12.
- Liu W., Zhang Z. e Wan S. (2009), "Predominant role of water in regulating soil and microbial respiration and their responses to climate change in a semiarid grassland", *Global Change Biology*, 15: 184-195.
- Logothetis N. e Wynn H. P. (1989), *Quality Through Design, experimental design, off-line quality control and Taguchi's contributions*, Clarendon Press, Oxford, UK.
- McCullagh P. e Nelder J.A. (1989) *Generalized Linear Models*, (2nd edn), Chapman & Hall, London, England.
- Montgomery D. C. (2001), *Design and analysis of experiments*, (5th edn), John Wiley Sons, Inc., New York, U.S.A..
- Myers R.H., Khuri A.I. e Vining G. (1992), "Response Surface alternatives to the Taguchi robust parameter design approach", *The American Statistician*, 46: 131-139.

- Myers R. H. e Montgomery D. C. (2002), *Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments*, (2nd edn), John Wiley Sons, Inc., New York, U.S.A.
- Nair V.N. (ed.). (1992), "Taguchi's Parametr Design: a panel discussion", *Technometrics*, 30: 127-161.
- Nelder J.A. e Lee Y. (1991) "Generalized linear models for the analysis of Taguchi-type experiments". *Applied Stochastic Model and Data Analysis* 7: 107-120.
- Nkyi K.A., Oduro W. e Gyedu O.O. (2011), "Effect of collar diameter and lifting period on shoot biomass production of teak (*Tectona Grandis* Linn. F) stumps" *Journal of Science and Technology*, 31: 21-29.
- Paquette A., Fontaine B., Messier C. e Brisson J. (2013), "Homogeneous light in shade-house experiment overestimates carbon gains in Norway maple seedlings", *African Journal of Wood Science and Forestry*, 1: 84-87.
- Phadke M.S. , Kackar R.N., Speeney D.V. e Grieco M.J., (1983), Off-Line Quality Control in Integrated Circuit Fabrication Using Experimental Design, *The Bell System Technical Journal*, 62: 1273-1309
- Plackett R.L. e Burman J.P. (1946), "The design of optimum multifactorial experiments", *Biometrika*, 33: 305-325.
- Robinson, T.J., Wulff, S.S., Montgomery, D.C. e Khuri, A.I. (2006) Robust parameter design using Generalized Linear Mixed Models, *Journal of Quality Technology*, 38:65-75
- Robinson, T. J., Brenneman, W.A. e Myers W.R. (2006) "Process optimization via robust parameter design when categorical noise factors are present", *Quality and Reliability Engineering International*, 22: 307-320.
- Roustant O., Ginsbourger D. e Deville Y. (2012), "DiceKriging, DiceOptim: Two R Packages for the Analysis of Computer Experiments by Kriging-Based Metamodeling and Optimization", *Journal of the Statistical Software*, 51: 1-55.
- Sacks, J., Welch W.J., Mitchell T.J. e Wynn H.P. (1989), "Design and analysis of computer experiments", *Statistical Science*, 4: 409-435.
- Salvi, F. e Chiandotto B. (Ed.), (1978), *Biometria, principi e metodi*, Piccin Editore, Padova.
- Searle, S. R., Casella G. e McCulloch C. E. (1992), *Variance components*, John Wiley & Sons, Inc., New Jersey.
- Vining, G. e Myers R.H. (1990) "Taguchi and response surface philosophies: a dual response approach", *Journal of Quality Technology*, 22 : 38-45.
- Vining, G.G., Kowalski S. e Montgomery D.C. (2005), "Response Surface Designs within a split-plot structure", *Journal of Quality Technology*, 37: 115-129.

- Vining, G. (2013) “ Technical advice: experimental protocol and the basic principle of experimental designs”, *Quality Engineering*, 25: 307-311.
- Taguchi, G. (1991), *Introduzione alle tecniche per la qualità; progettare qualità nei prodotti e nei processi*, Franco Angeli, Azienda Moderna.
- Toutenbourg, H. (2002), *Statistical analysis of designed experiments*, (2nd edn), Springer-Verlag N.Y, Inc. U.S.A.

