



**MELISSA WENDY RIBEIRO VICENTE**

**ESTUDO DE SIMULAÇÃO MONTE CARLO EM RELAÇÃO A  
ORDEM DE ADIÇÃO DE SUBPRODUTOS DE CAFÉ EM  
EXPERIMENTOS DE MISTURA UTILIZADOS NA  
COMPOSIÇÃO DE SILAGENS PARA RUMINANTES**

**LAVRAS – MG**

**2025**

**MELISSA WENDY RIBEIRO VICENTE**

**ESTUDO DE SIMULAÇÃO MONTE CARLO EM RELAÇÃO A ORDEM DE ADIÇÃO  
DE SUBPRODUTOS DE CAFÉ EM EXPERIMENTOS DE MISTURA UTILIZADOS  
NA COMPOSIÇÃO DE SILAGENS PARA RUMINANTES**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Estatística e Experimentação Agropecuária, área de concentração em Estatística Experimental, para a obtenção do título de Mestre.

Prof. Dr. Marcelo Ângelo Cirillo  
Orientador

**LAVRAS – MG  
2025**

**Ficha Catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração  
de Ficha Catalográfica da Biblioteca Universitária da UFLA, com  
dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).**

Vicente, Melissa Wendy Ribeiro .

Estudo de simulação Monte Carlo em relação a ordem de adição de subprodutos de café em experimentos de mistura utilizados na composição de silagens para ruminantes / Melissa Wendy Ribeiro Vicente. - 2025.

56 p.

Orientador: Marcelo Ângelo Cirillo

Dissertação (Mestrado Acadêmico) - Universidade Federal de Lavras, 2025.  
Bibliografia.

1. Estatística. 2. Experimentação Agropecuária. 3. Experimentos de mistura. 4. Aproveitamento de subprodutos de café. 5. Alimentação de Ruminantes. I. Cirillo, Marcelo Ângelo . II. Universidade Federal de Lavras. III. Título.

**MELISSA WENDY RIBEIRO VICENTE**

**ESTUDO DE SIMULAÇÃO MONTE CARLO EM RELAÇÃO A ORDEM DE ADIÇÃO  
DE SUBPRODUTOS DE CAFÉ EM EXPERIMENTOS DE MISTURA UTILIZADOS  
NA COMPOSIÇÃO DE SILAGENS PARA RUMINANTES**

**A MONTE CARLO SIMULATION STUDY ON THE ORDER OF ADDITION OF  
COFFEE BY-PRODUCTS IN MIXTURE EXPERIMENTS FOR RUMINANT SILAGE  
COMPOSITION**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Estatística e Experimentação Agropecuária, área de concentração em Estatística Experimental, para a obtenção do título de Mestre.

APROVADA em 18 de julho de 2025.

Dr. Marcelo Ribeiro Malta EPAMIG

Dra. Mariana Resende UFLA

Prof. Dr. Elias de Sá Farias UFU

Prof. Dr. Marcelo Ângelo Cirillo  
Orientador

**LAVRAS – MG  
2025**

*Ao meu amigo Felipe Augusto (in memoriam),  
que sempre acreditou nesta jornada  
e sempre fará parte dela.*

## AGRADECIMENTOS

Dedico esta conquista aos meus pais, Cátia e Claudinei. Nada disso seria possível sem o sacrifício, o incentivo e o amor incondicional de vocês.

Aos meus primos, Júlia e Rafael, guardiões das minhas memórias mais aconchegantes da infância. A presença de vocês garantiu que eu nunca me sentisse sozinha.

Aos meus amigos do Colégio Cenecista Catanduvas, obrigada por continuarem presentes, torcendo por mim e fazendo parte de cada capítulo da minha vida.

Às minhas amigas do Laboratório de Biotecnologia da Procafé, meu muito obrigada pelo companheirismo e pela torcida constante. Sinto falta de vocês.

À melhor amiga que Lavras me presenteou, Rainy. Sua amizade foi como chuva leve, trazendo calma, conforto e memórias.

Para minha querida Maria Dominique, cujo ronronar foi a trilha sonora desta jornada acadêmica, meu muito obrigada. Teu carinho silencioso tornou cada palavra mais leve.

Ao meu namorado, Rafael, agradeço por todo o amor, paciência e suporte que tornaram este período o mais leve possível.

Aos meus amigos e colegas do Programa de Pós-Graduação em Estatística e Experimentação Agropecuária, que foram meu principal suporte nesta jornada acadêmica. Cada conversa, cada ajuda nos momentos de dúvida e cada comemoração compartilhada tornaram este caminho mais bonito.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Marcelo Ângelo Cirillo, minha gratidão. Agradeço imensamente pela confiança depositada em mim e em nosso trabalho desde o primeiro momento. Sua orientação segura, paciência e conhecimento foram essenciais.

Agradeço à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG) pelo auxílio financeiro concedido, cujo suporte foi indispensável para a viabilização e dedicação integral a este mestrado.

## RESUMO

A alimentação é um dos principais custos na criação intensiva de ruminantes. A utilização de resíduos agrícolas, como os subprodutos da agroindústria do café, surge como uma alternativa econômica, além de contribuir para a redução do impacto ambiental. Para otimizar o aproveitamento desses resíduos, é essencial o uso de metodologias estatísticas adequadas, como os experimentos de mistura, que investigam os efeitos de diferentes proporções de componentes em uma formulação, onde a soma das proporções deve totalizar 1. A ordem de adição dos componentes também pode influenciar as propriedades da mistura. A utilização de variáveis de folga é uma alternativa para lidar com regiões experimentais restritas e reduzir a colinearidade em experimentos de mistura. Os dados para este estudo foram fornecidos pela Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais (EPAMIG) e se referem à composição de silagens produzidas com subprodutos do café. As misturas foram preparadas com diferentes proporções de melaço (M), casca de café seca (CCS) e casca de café úmida (CCU), obtidas respectivamente por meio do processamento via seca e via úmida, e armazenadas em silos experimentais por 60 dias. Após a fermentação, as amostras foram coletadas, pré-secas, trituradas e encaminhadas para análise bromatológica. As variáveis-resposta analisadas foram matéria seca (MS), proteína bruta (PB), extrato etéreo (EE), digestibilidade in vitro (DIV), que são indicadores da qualidade nutricional das silagens. As simulações Monte Carlo foram realizadas considerando restrições nas proporções de cada componente. A inclusão da ordem de adição dos componentes foi feita utilizando o procedimento Pair-Wise-Ordering (PWO). Três modelos estatísticos foram avaliados: Modelo de Scheffé com ordem convencional, Modelo de Scheffé com ordem de adição, e Modelo de Scheffé com ordem de adição e variáveis de folga. Os resultados das simulações Monte Carlo mostraram que a qualidade de ajuste dos modelos foi preservada para todas as variáveis, indicando um alto poder preditivo. As misturas que proporcionaram as respostas máximas foram selecionadas com base em 1000 realizações Monte Carlo. Os valores médios das respostas máximas foram coerentes com os limites especificados em estudos anteriores. A ordem de adição dos componentes não interferiu significativamente nas formulações da silagem. Porém para a seleção dos modelos, a entrada inicial do componente  $x_3$  (CCU) é recomendada, pois resultou em amplitudes menores entre os modelos, mostrando maior estabilidade. As misturas ótimas identificadas pelos três modelos são viáveis para a composição de silagens.

Palavras-chave: otimização; alimentação; ruminantes; silagem; café.

## ABSTRACT

Feeding is one of the main costs in intensive ruminant production, making the search for cost-reduction strategies crucial. The use of agricultural residues, such as by-products from the coffee industry, emerges as an economic alternative, in addition to contributing to the reduction of environmental impact. To optimize the use of these residues, the application of appropriate statistical methodologies is essential, such as mixture experiments, which investigate the effects of different component proportions in a formulation where the sum of the proportions must equal 1. The order of addition of the components can also influence the mixture's properties. The use of slack variables is an alternative to handle constrained experimental regions and reduce collinearity in mixture experiments. The data for this study were provided by the Agricultural Research Company of Minas Gerais (EPAMIG) and relate to the composition of silages produced with coffee by-products. The mixtures were prepared with different proportions of molasses (M), dry coffee husk (CCS), and wet coffee husk (CCU), and stored in experimental silos for 60 days. After fermentation, the samples were collected, pre-dried, ground, and sent for bromatological analysis. The analyzed response variables were dry matter (DM), crude protein (CP), ether extract (EE), and in vitro digestibility (IVD), which are indicators of the nutritional quality of the silages. The Monte Carlo simulations were performed considering constraints on the proportions of each component. The inclusion of the order of addition of the components was done using the Pair-Wise-Ordering (PWO) procedure. Three statistical models were evaluated: Scheffé's model with conventional order, Scheffé's model with order of addition, and Scheffé's model with order of addition and slack variables. The results of the Monte Carlo simulations showed that the goodness of fit of the models was preserved for all variables, indicating high predictive power. The mixtures that yielded the maximum responses were selected based on 1000 Monte Carlo realizations. The average values of the maximum responses were consistent with the limits specified in previous studies. The order of addition of the components did not significantly interfere with the silage formulations. However, for model selection, the initial input of component  $x_3$  (CCU) is recommended, as it resulted in smaller ranges among the models, showing greater stability. The optimal mixtures identified by the three models are feasible for silage composition.

Keywords: optimization; feeding; ruminants; silage; coffee.

## INDICADORES DE IMPACTO

Este trabalho apresenta impactos potenciais de natureza tecnológica, econômica e ambiental, derivados do estudo de simulação para otimizar o uso de subprodutos do café na alimentação de ruminantes. A pesquisa, desenvolvida em parceria com a Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais (EPAMIG), estabelece uma ponte entre a academia e o setor produtivo, caracterizando um impacto extensionista relevante. O principal impacto econômico potencial reside na redução dos custos de produção para pecuaristas, uma vez que a alimentação representa uma parcela significativa das despesas na criação de ruminantes. Ao transformar um resíduo da cafeicultura em um insumo para a pecuária, o estudo agrega valor à cadeia do café e promove uma nova fonte de renda ou economia para os produtores. O público diretamente beneficiado são os produtores de ruminantes, especialmente os localizados em regiões cafeicultoras como o Sul de Minas Gerais, que podem adotar as formulações de silagem propostas para otimizar a nutrição animal de forma mais sustentável e econômica. O impacto tecnológico central é o desenvolvimento e a validação de modelos estatísticos avançados (Modelo de Scheffé com Ordem de Adição e com Variáveis de Folga) para otimizar misturas. Esta metodologia serve como uma ferramenta de precisão para a formulação de rações, podendo ser aplicada em outros contextos da agroindústria. Do ponto de vista ambiental, o estudo oferece uma solução de economia circular para um significativo desafio nas regiões cafeicultoras: a gestão de resíduos. A utilização dos subprodutos oriundos do processamento via seca e via úmida na alimentação animal minimiza o descarte inadequado, reduzindo o potencial de poluição do solo e da água e contribuindo para um sistema de produção agropecuária mais sustentável. Conforme as diretrizes da Política Nacional de Extensão, os impactos deste trabalho se enquadram principalmente nas áreas temáticas de 7 - Tecnologia e Produção e 5 - Meio Ambiente. Adicionalmente, a pesquisa está alinhada com os seguintes Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) da ONU: ODS 2 (Fome Zero e Agricultura Sustentável), ODS 9 (Indústria, Inovação e Infraestrutura), ODS 12 (Consumo e Produção Responsáveis) e ODS 15 (Vida Terrestre).

## IMPACT INDICATORS

This work presents potential technological, economic, and environmental impacts derived from the simulation study to optimize the use of coffee by-products in ruminant feed. The research, developed in partnership with the Agricultural Research Company of Minas Gerais (EPAMIG), establishes a bridge between academia and the productive sector, characterizing a relevant extension impact. The main potential economic impact lies in the reduction of production costs for livestock farmers, as feed represents a significant portion of expenses in ruminant husbandry. By transforming a residue from coffee cultivation into an input for livestock farming, the study adds value to the coffee production chain and promotes a new source of income or savings for producers. The directly benefited public are ruminant producers, especially those located in coffee-growing regions such as the South of Minas Gerais, who can adopt the proposed silage formulations to optimize animal nutrition in a more sustainable and economic manner. The central technological impact is the development and validation of advanced statistical models (Scheffé's Model with Order of Addition and with Slack Variables) to optimize mixtures. This methodology serves as a precision tool for feed formulation and can be applied in other agribusiness contexts. From an environmental standpoint, the study offers a circular economy solution for a significant challenge in coffee-growing regions: waste management. The use of coffee husks in animal feed minimizes improper disposal, reducing the potential for soil and water pollution and contributing to a more sustainable agricultural production system. According to the guidelines of the National Extension Policy, the impacts of this work fall mainly within the thematic areas of 7 - Technology and Production and 5 - Environment. Additionally, the research is aligned with the following UN Sustainable Development Goals (SDGs): SDG 2 (Zero Hunger), SDG 9 (Industry, Innovation, and Infrastructure), SDG 12 (Responsible Consumption and Production), and SDG 15 (Life on Land).

## LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 – Fluxograma do beneficiamento do café por via seca e via úmida. . . . .	17
Figura 3.2 – Representação gráfica de um experimento de mistura com três componentes.	20
Figura 4.1 – Processo de execução do experimento realizado pela EPAMIG para produção de silagem para ruminantes a partir dos subprodutos do processamento do café por via úmida e via seca. . . . .	39
Figura 4.2 – Delineamento usado para ajuste das proporções de casca de café seca (CCS), casca de café úmida (CCU) e melaço (M) na fabricação de silagem. . . . .	41
Figura 5.1 – Amplitude considerando a entrada do componente ( $x_1$ ). . . . .	46
Figura 5.2 – Amplitude considerando a entrada do componente ( $x_2$ ). . . . .	47
Figura 5.3 – Amplitude considerando a entrada do componente ( $x_3$ ). . . . .	48

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Matriz de design completa para três componentes. . . . .	25
Tabela 3.2 – Exemplo da análise da ordem de adição considerando uma proporção. . . .	25
Tabela 3.3 – Matriz de design completa para quatro componentes. . . . .	30
Tabela 3.4 – Comparação entre o número total de permutações em um experimento, de acordo com o número de componentes, e a utilização de um método fracionado. . . . .	33
Tabela 4.1 – Componentes utilizados nas misturas para formação de silagem. . . . .	40
Tabela 5.1 – Valores de $R^2$ ajustado para os modelos avaliados, considerando três entradas distintas. . . . .	43
Tabela 5.2 – Resposta média das misturas que proporcionaram respostas máximas obtidas em 1000 experimentos de Monte Carlo. . . . .	45

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>12</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b>	<b>13</b>
<b>2.1</b>	<b>Objetivo geral</b>	<b>13</b>
<b>2.2</b>	<b>Objetivos específicos</b>	<b>13</b>
<b>3</b>	<b>REFERENCIAL TEÓRICO</b>	<b>14</b>
<b>3.1</b>	<b>Animais ruminantes e sua alimentação</b>	<b>14</b>
<b>3.2</b>	<b>Subprodutos do beneficiamento do café</b>	<b>15</b>
<b>3.3</b>	<b>Experimentos de mistura</b>	<b>17</b>
<b>3.4</b>	<b>Delineamentos dos experimentos de mistura</b>	<b>18</b>
<b>3.5</b>	<b>Modelos de mistura</b>	<b>20</b>
<b>3.6</b>	<b>Ordem de adição em modelos de mistura</b>	<b>23</b>
<b>3.7</b>	<b>Modelo Pair-Wise Ordering (PWO)</b>	<b>23</b>
<b>3.8</b>	<b>Efficient Fractional Pair-Wise Ordering Design</b>	<b>31</b>
<b>3.9</b>	<b>Modelos para mistura (OofA)</b>	<b>33</b>
<b>3.9.1</b>	<b>Variáveis de folga (Slack Variable)</b>	<b>35</b>
<b>3.10</b>	<b>Modelos com variável de folga</b>	<b>36</b>
<b>4</b>	<b>METODOLOGIA</b>	<b>38</b>
<b>4.1</b>	<b>Adaptação dos delineamentos de mistura para estudos de simulação de ordens de adição</b>	<b>40</b>
<b>4.2</b>	<b>Modelos utilizados</b>	<b>42</b>
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	<b>43</b>
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO</b>	<b>50</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>51</b>
	<b>APÊNDICES</b>	<b>53</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Em sistemas intensivos de criação de ruminantes, a alimentação é um dos principais componentes dos custos totais de produção, podendo representar uma parcela significativa das despesas do produtor. Diante desse cenário, a busca por estratégias que possibilitem a redução desses custos torna-se essencial para garantir a sustentabilidade econômica da atividade pecuária. Uma das alternativas para minimizar os gastos com alimentação é o aproveitamento de resíduos agrícolas, que são subprodutos da agroindústria frequentemente descartados ou subutilizados (Rodrigues *et al.*, 2021).

Moura (2016) menciona que, nas regiões cafeeicultoras, os resíduos e subprodutos derivados do café constituem uma fonte considerável de poluição e um desafio ambiental substancial. Uma das soluções estudadas é o aproveitamento desses subprodutos na alimentação animal, o que representa um grande desafio devido à necessidade de garantir um sistema de produção agropecuária mais sustentável. Além de reduzir o desperdício, essa abordagem busca minimizar os efeitos adversos no meio ambiente, especialmente no solo e na água, promovendo um equilíbrio entre produtividade e conservação. Dessa forma, a reutilização responsável dos resíduos agrícolas não apenas visa diminuir impactos ambientais, mas também desempenha um papel crucial na sustentabilidade do setor.

O aproveitamento dos subprodutos obtidos pelo processamento via seca e via úmida apresentam um grande potencial para a utilização em diversas áreas. Esses resíduos podem ser reaproveitados de diferentes formas, reduzindo desperdícios e impactos ambientais. Além disso, sua valorização pode agregar mais eficiência e sustentabilidade à cadeia produtiva do café (Freitas, 2021).

Os modelos estatísticos de experimentos de mistura são ferramentas essenciais para analisar a composição ótima de diferentes componentes em uma formulação, garantindo que a combinação final atenda a critérios pré-estabelecidos (Montgomery, 2017). No contexto da reutilização de resíduos agrícolas, esses modelos permitem avaliar como diferentes proporções de subprodutos podem influenciar variáveis de interesse.

Além disso também é possível a otimização das proporções dos componentes, junto de um estudo da ordem de adição dos componentes, que pode influenciar significativamente as propriedades finais da mistura (Rios; Lin, 2021).

## 2 OBJETIVOS

O presente capítulo descreve os objetivos estabelecidos para este estudo. Primeiramente, é apresentado o objetivo geral que representa a meta principal da pesquisa. Em seguida, são detalhados os objetivos específicos, que consistem nas etapas necessárias para alcançar o objetivo geral.

### 2.1 Objetivo geral

Realizar estudos de simulação para determinar e propor novas ordens de sequência de adição nos componentes casca de café úmida (CCU), casca de café seca (CCS) e melão (M) na composição de silagens feitas para ruminantes, considerando as variáveis resposta matéria seca, proteína bruta, extrato etéreo e digestibilidade *in vitro*.

### 2.2 Objetivos específicos

- (a) determinar a recomendação ótima dos componentes em cenários de simulação que caracterize a qualidade da silagem;
- (b) realizar estudos de simulação, incorporando na parametrização de Scheffé as variáveis de folga, conhecida na literatura por *Slack's variables*, com o propósito de minimizar efeitos de colineariedade.

### **3 REFERENCIAL TEÓRICO**

Este capítulo estabelece a base teórica para o presente estudo, partindo do contexto geral da nutrição de ruminantes e da necessidade econômica de utilizar alimentos alternativos para reduzir os custos de produção. A discussão foca nos subprodutos do beneficiamento do café, um recurso abundante no Brasil, e seu potencial na composição de silagens, conforme estudos prévios na área. Para otimizar o uso desses ingredientes, o referencial aprofunda-se nas técnicas de experimentos de mistura, abordando os delineamentos e os modelos canônicos propostos por Scheffé. Adicionalmente, são explorados os efeitos da ordem de adição dos componentes, uma variável crítica no processo de formulação, e a aplicação de variáveis de folga como estratégia para refinar a modelagem estatística.

#### **3.1 Animais ruminantes e sua alimentação**

Os animais ruminantes, como bovinos, caprinos, ovinos e bubalinos, possuem um sistema digestivo altamente elaborado composto por várias partes, incluindo o rúmen, retículo, omaso, abomaso, intestino delgado e intestino grosso. Esses animais desempenham uma função crucial na transformação de alimentos brutos e subprodutos da agricultura em fontes valiosas de nutrição, como leite e carne (Santos; Farinha; Conceição, 2022).

Na criação intensiva de animais ruminantes, os custos com alimentação representam uma parcela significativa dos custos totais de produção, portanto, a busca por alternativas alimentares de baixo custo, como os resíduos agrícolas apresentam grande importância (Monteiro; Bertol; Kessler, 2017).

A busca por um sistema que otimize o desempenho dos animais, oferecendo uma alimentação econômica e nutricionalmente balanceada, tem levado à exploração de fontes alternativas de ingredientes. Nesse contexto, os coprodutos e subprodutos provenientes da agroindústria surgem como opções viáveis, podendo ser utilizados como suplementos alimentares, contribuindo para a melhoria da eficiência produtiva e econômica nos sistemas de criação (Fluck, 2023).

A utilização de alimentos alternativos tem se mostrado uma solução eficiente, especialmente diante da escassez de matéria-prima e do aumento dos custos de produção dos alimentos convencionais. No entanto, devido à variabilidade nutricional dos coprodutos e subprodutos,

é fundamental realizar análises bromatológicas frequentes para garantir que esses alimentos atendam às exigências nutricionais dos animais de forma eficaz e segura (Fluck, 2023)

Em experimentos realizados por Rocha (2005) observou-se que a substituição da silagem de milho por casca de café em dietas completas para vacas em lactação teve impactos variados. Embora tenha havido uma influência negativa no consumo e na digestibilidade de muitos nutrientes, a inclusão de 8,5% de casca de café resultou na máxima produção de leite. A inclusão de até 18% de casca de café reduziu alguns valores metabólicos, mas não afetou a eficiência de síntese microbiana. A substituição de silagem de milho por 15% de casca de café não comprometeu a produção de leite.

No trabalho de Malta *et al.* (2017), ao avaliar os atributos matéria seca, proteína bruta, extrato etéreo e digestibilidade *in vitro* da matéria seca, a fim de definir uma composição para alimentação de ruminantes, foi observado que a proporção ideal dos componentes das silagens para maximizar essas variáveis é de 76,40% de casca de café úmida, 18,77% de casca de café seca, 4,83% de melaço e 0,0001% de inoculante *Lactobacillus plantarum*.

### **3.2 Subprodutos do beneficiamento do café**

Com uma longa história no cultivo e comércio do café, o Brasil consolidou sua posição como o principal produtor global desta cultura, conforme divulgado pela Companhia Nacional de Abastecimento, em 2023, a produção de café do Brasil alcançou uma produção de 55,1 milhões de sacas beneficiadas (CONAB, 2023).

Especificamente, a região sul do estado de Minas Gerais emerge como um polo crucial dessa atividade, desempenhando um papel fundamental na exportação e na promoção desse grão para o mundo. Esta região exerce um impacto na economia nacional e internacional (Martins; Guimarães; Nogueira, 2022).

Segundo Rathinavelu e Graziosi (2005) nas regiões onde o café é cultivado, os resíduos e subprodutos provenientes desse cultivo representam uma fonte significativa de poluição e constituem um sério desafio ambiental. Logo surge a necessidade de métodos capazes de aproveitar esses resíduos como matéria-prima em uma variedade de aplicações, tais como na produção de rações, bebidas, vinagre, biogás, cafeína, pectina, enzimas pécnicas, proteína e adubo orgânico.

O processamento pós-colheita do café constitui uma operação de importância fundamental, exercendo influência direta sobre a aparência, a qualidade final e as características sen-

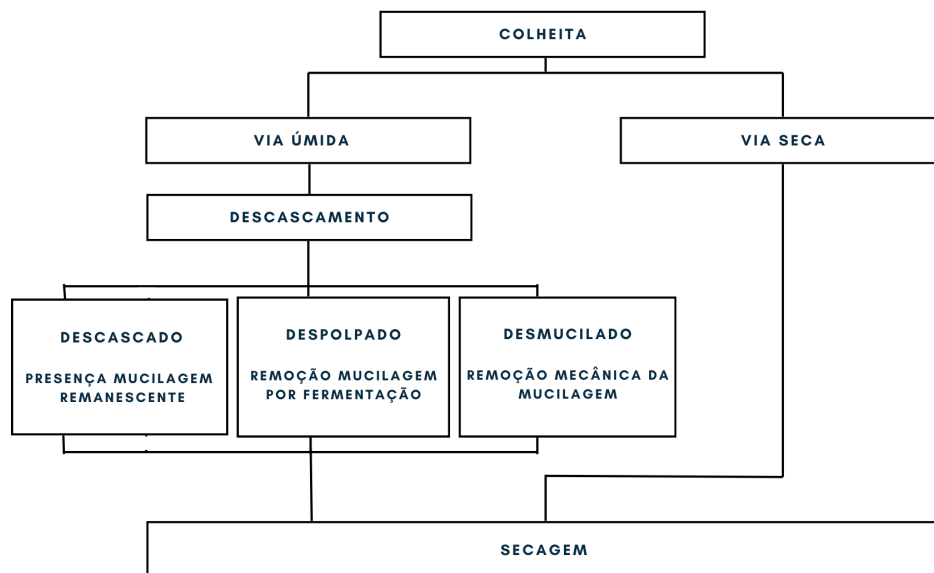
soriais da bebida. Conforme detalhado por Malta, Nadalet e Abreu (2024), as metodologias de processamento podem ser categorizadas em duas rotas principais: via seca e via úmida.

O processamento por via seca, o mais tradicional, envolve a secagem do fruto na sua forma integral, com todos os seus componentes estruturais — epicarpo (casca), mesocarpo (mucilagem) e endocarpo (pergaminho) — intactos. Este método resulta nos cafés conhecidos comercialmente como "em coco" ou "naturais", cujo perfil sensorial é caracterizado por uma fermentação complexa que ocorre durante a desidratação (Malta; Nadalet; Abreu, 2024).

Por outro lado, o processamento por via úmida representa uma abordagem tecnologicamente mais elaborada, que se inicia com a remoção de partes constituintes do fruto antes da etapa de secagem. A rota de processamento por via úmida se ramifica em três caminhos distintos, definidos pelo tratamento dado à mucilagem. O primeiro caminho resulta no café descascado (Malta; Nadalet; Abreu, 2024).

Os outros dois caminhos, por sua vez, têm como objetivo a remoção completa da mucilagem antes da secagem. A distinção entre eles reside no método de remoção empregado. Para a produção do café "despolpado", utiliza-se um método biológico: os grãos são submersos em tanques onde a mucilagem é degradada por fermentação e, posteriormente, lavada. Em contraste, o café "desmucilado" é obtido por um processo mecânico, no qual equipamentos removem a mucilagem por fricção. Como o fluxograma (Figura 3.1) evidencia, a decisão entre estes métodos não é trivial, envolvendo uma análise estratégica de fatores como a disponibilidade hídrica, os custos operacionais e as exigências do mercado consumidor para cada perfil de café (Malta; Nadalet; Abreu, 2024).

Figura 3.1 – Fluxograma do beneficiamento do café por via seca e via úmida.



Fonte: Malta, Nadalet e Abreu (2024).

### 3.3 Experimentos de mistura

Os experimentos de mistura, conforme Scheffé (1958), são projetos experimentais específicos que visam investigar os efeitos de diferentes combinações ou proporções de ingredientes em uma mistura. Nesses experimentos, as variáveis independentes são as quantidades dos componentes presentes na mistura, enquanto as variáveis dependentes são as características ou propriedades do produto resultante, como sabor, textura ou eficácia.

O objetivo principal é encontrar a composição ideal da mistura que maximize uma ou mais características desejadas do produto final. Esses experimentos são comumente empregados em diversas áreas, incluindo agricultura, indústria alimentícia, farmacêutica e manufatura de materiais (Montgomery, 2017).

Tais experimentos são uma abordagem experimental distinta que se destaca pela interdependência dos níveis dos fatores, ou seja, os componentes que compõem a mistura. A principal característica que os diferencia de outros tipos de experimentos é que a soma das proporções dos componentes deve ser igual a 1, representando 100% da mistura. Essa restrição impõe limites ao espaço experimental, tornando-o único: para duas proporções, o espaço é uma linha;

para três, é um triângulo; e para quatro ou mais, formas geométricas de dimensões superiores (Box; Draper, 2007).

Essa peculiaridade afeta tanto o planejamento quanto a análise dos experimentos. Em vez de trabalhar com níveis independentes para cada fator, como em experimentos tradicionais, os pesquisadores devem considerar que qualquer mudança na proporção de um componente altera automaticamente as proporções dos outros. Essa interdependência é representada graficamente em coordenadas trilineares, onde os vértices de um triângulo representam misturas puras e os pontos ao longo dos lados ou no interior representam combinações binárias ou ternárias (Montgomery, 2017).

Esses experimentos têm aplicações amplas em diversas indústrias. No setor de alimentos e bebidas, são usados para otimizar sabores, texturas e outras características sensoriais. Na área farmacêutica e biotecnológica, ajudam a formular medicamentos e reagentes que dependem de proporções precisas de ingredientes ativos. Em materiais de construção, servem para desenvolver misturas de concreto ou argamassa com propriedades específicas, como maior resistência ou menor permeabilidade. Produtos de consumo, como detergentes, cosméticos e tintas, também dependem dessa abordagem para equilibrar eficácia, custo e estabilidade (Box; Draper, 2007).

Conforme indica Montgomery (2017):

$$0 \leq x_i \leq 1, \quad i = 1, 2, \dots, q \quad (3.1)$$

$$\sum_{i=1}^q x_i = x_1 + x_2 + \dots + x_q = 1 \quad (3.2)$$

Em que,  $x_i$  é a proporção dos componentes na mistura e  $q$  é o número de componentes da mistura. Ressalta-se que variáveis não são independentes, significa que ao alterar o nível de uma variável, o nível de pelo menos outra variável também é afetado. Isso ocorre porque a proporção entre elas é a característica de interesse, e o total de ingredientes na mistura permanece constante, sempre equivalente a 100%.

### 3.4 Delineamentos dos experimentos de mistura

Cornell (1991) indica que, geometricamente o espaço é representado conforme o número de componentes  $q-1$ , ou seja, quando se estuda a interação entre duas componentes ( $q=2$ ) a

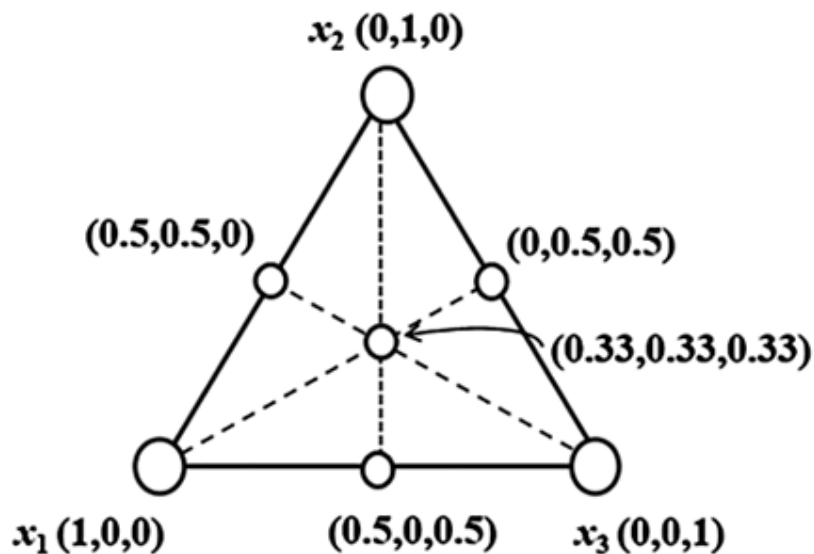
representação será em uma dimensão, no caso de três componentes ( $q=3$ ) a representação será em duas dimensões, e assim sucessivamente. Em um exemplo de  $q=3$ , cada lado do triângulo representada as misturas binárias, enquanto os vértices representam as misturas puras (Bello, 2010).

Cirillo (2015) menciona que se destacam três principais delineamentos em experimentos de mistura: o delineamento de simplex-centroides, o delineamento de lattice de simplex e os delineamentos com restrições. O delineamento de simplex-centroides (3.2) é amplamente utilizado por incluir pontos experimentais nos vértices do simplex, pontos médios das arestas e centro do simplex, permitindo o ajuste de modelos lineares e a captura de interações básicas entre os componentes.

O delineamento de lattice de simplex é uma extensão do simplex-centroides e inclui mais pontos, criando uma malha mais detalhada no espaço de mistura. Isso facilita o ajuste de modelos de ordem superior, como os quadráticos e cúbicos, sendo ideal para estudos que exigem uma análise mais aprofundada das interações entre os componentes da mistura (Cirillo, 2015).

Já os delineamentos com restrições são essenciais quando há limitações práticas nas proporções dos componentes, como custos ou propriedades específicas. Esses delineamentos garantem que a escolha dos pontos experimentais reflita regiões viáveis da mistura, mantendo a validade do experimento dentro dos limites impostos, e representando condições realistas para análise (Cirillo, 2015).

Figura 3.2 – Representação gráfica de um experimento de mistura com três componentes.



Fonte: Azcarate, Pinto e Goicoechea (2020).

### 3.5 Modelos de mistura

O modelo padrão de (Scheffé, 1958) é amplamente reconhecido por sua aplicação em experimentos de mistura, onde o objetivo principal é modelar como as proporções de diferentes componentes em uma mistura influenciam uma variável de resposta.

Conforme Bello (2010) para um conjunto de  $n$  observações, o modelo linear geral pode ser representado matricialmente da seguinte forma:

$$y_{n \times 1} = \begin{bmatrix} x_{11} & x_{12} & \cdots & x_{1p} \\ x_{21} & x_{22} & \cdots & x_{2p} \\ x_{31} & x_{32} & \cdots & x_{3p} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ x_{n1} & x_{n2} & \cdots & x_{np} \end{bmatrix}_{n \times p} \begin{bmatrix} \beta_1 \\ \beta_2 \\ \beta_3 \\ \vdots \\ \beta_p \end{bmatrix}_{p \times 1} + \begin{bmatrix} \epsilon_1 \\ \epsilon_2 \\ \epsilon_3 \\ \vdots \\ \epsilon_n \end{bmatrix}_{n \times 1} \quad (3.3)$$

Onde  $y$  é um vetor ( $n \times 1$ ) contendo as observações,  $X$  é uma matriz ( $n \times p$ ) dos preditores,  $\beta$  é um vetor ( $p \times 1$ ) dos coeficientes desconhecidos, e  $\epsilon$  é um vetor ( $n \times 1$ ) dos erros aleatórios.

No modelo linear clássico, assume-se que  $\epsilon$  segue uma distribuição normal, ou seja:

$$\varepsilon \sim N(0, \sigma^2) \quad (3.4)$$

No caso de três componentes ( $q=3$ ), a formulação inicial do modelo é expressa como:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \varepsilon \quad (3.5)$$

Aqui,  $y$  representa a variável resposta,  $x_1, x_2, x_3$  são as proporções dos componentes da mistura,  $\beta_0, \beta_1, \beta_2, \beta_3$  são os coeficientes do modelo, e  $\varepsilon$  é o erro aleatório.

Uma característica importante dos experimentos de mistura é que as proporções dos componentes devem somar exatamente 1. Essa condição, conhecida como restrição de normalização, é expressa como:

$$\sum_{i=1}^3 x_i = 1 \quad (3.6)$$

Essa restrição simplifica a modelagem, pois reduz o número de parâmetros independentes. Ao incorporar a restrição no modelo, substituímos  $\beta_0$  em termos dos demais coeficientes, resultando na seguinte equação:

$$y = (\beta_0 + \beta_1)x_1 + (\beta_0 + \beta_2)x_2 + (\beta_0 + \beta_3)x_3 + \varepsilon \quad (3.7)$$

Para facilitar a interpretação, define-se novos coeficientes como combinações dos parâmetros originais, sendo:

$$\beta_0 + \beta_1 = \beta_1^* \quad (3.8)$$

$$\beta_0 + \beta_2 = \beta_2^* \quad (3.9)$$

$$\beta_0 + \beta_3 = \beta_3^* \quad (3.10)$$

Com isso, o modelo se reescreve em sua forma ajustada como:

$$y = \beta_1^* x_1 + \beta_2^* x_2 + \beta_3^* x_3 + \varepsilon \quad (3.11)$$

Essa formulação destaca que o intercepto  $\beta_0$  não é explicitamente estimado no modelo de Scheffé; ao invés disso, ele é incorporado nos coeficientes ajustados  $\beta_1^*$ .

A equação média do modelo, considerando a ausência de erro, é expressa como:

$$E(y) = \sum_{i=1}^q \beta_i^* x_i \quad (3.12)$$

Esse é o formato canônico do modelo linear de Scheffé, onde o efeito de cada componente é proporcional à sua participação na mistura.

Para capturar interações entre componentes e efeitos não lineares, é utilizado um modelo quadrático. A equação completa para o caso de  $q=3$  é escrita como:

$$\begin{aligned} \hat{y}_i = & \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{33} x_3^2 \\ & + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{23} x_2 x_3 + \varepsilon \end{aligned} \quad (3.13)$$

Aqui, além dos termos lineares ( $x_i$ ) são incluídos os termos quadráticos ( $x_i^2$ ) para capturar efeitos curvilíneos e os termos de interação ( $x_i x_j$ ) para modelar sinergias ou antagonismos entre os componentes.

Entretanto, o padrão de Scheffé elimina os termos quadráticos ( $x_i$ ) devido à restrição  $\sum x_i = 1$ . Assim, o modelo quadrático simplificado de Scheffé é expresso como:

$$\hat{y}_i = \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{23} x_2 x_3 + \varepsilon \quad (3.14)$$

Logo, a representação canônica se torna:

$$E(y) = \sum_{i=1}^q \beta_i^* x_i + \sum_{i < j} \beta_{ij}^* x_i x_j \quad (3.15)$$

Essa equação captura tanto os efeitos lineares de cada componente individual quanto os efeitos de interação entre pares de componentes ( $x_i x_j$ ). Dessa forma, o modelo de Scheffé fornece uma ferramenta poderosa para analisar e interpretar como as proporções de uma mistura influenciam a resposta, sendo amplamente aplicado em áreas como química, alimentos e agricultura.

### 3.6 Ordem de adição em modelos de mistura

Historicamente, a preocupação com a ordem de adição de componentes foi discutida no livro *Uma Senhora Toma Chá* ((Salsburg, 2024), que relata o famoso experimento de Ronald A. Fisher, um dos pioneiros da estatística moderna.

No experimento, Fisher investigou a alegação de uma mulher que afirmava ser capaz de distinguir, pelo paladar, se o chá ou o leite havia sido adicionado primeiro à xícara. Esse experimento deu origem à investigação de duas ordens de adição distintas a serem testadas: 'chá→leite' e 'leite→chá', marcando possivelmente o primeiro experimento popular de ordem de adição (OofA).

(Zhao; Lin; Liu, 2021) menciona um exemplo de OofA, onde ao diluir ácido sulfúrico, a maioria das instruções recomenda adicionar o ácido sulfúrico à água, em vez de fazer o contrário. Isso ocorre porque a densidade da água é menor do que a do ácido sulfúrico, o que resultaria em uma camada de água sobre o ácido, podendo causar transbordamento quando água quente for adicionada.

Uma das alternativas para analisar a ordem de adição de componentes de uma mistura, consiste na metodologia proposta por Nostrand (1995), ao considerar um delineamento para analisar efeitos de ordem par a par, no contexto de inserir primeiro o componente 1 ou 2 de uma mistura, ou vice-versa.

### 3.7 Modelo Pair-Wise Ordering (PWO)

Quando 3 componentes, denotados como 1, 2 e 3, estão envolvidos, observamos que existem  $3! = 6$  ordens distintas possíveis:  $\{123, 213, 132, 231, 312, 321\}$ , onde  $ijk$  indica que o componente  $i$  será adicionado antes do componente  $j$ , e o componente  $j$ , antes do componente  $k$ , com  $i = j = k \in \{1, 2, 3\}$ . De maneira mais geral, ao considerar  $m$  componentes, o número total de ordens possíveis a serem testadas é dado pelo número de variáveis da mistura, representada por  $m!$ . O design OofA, abrange todas essas  $m!$  ordens possíveis (Zhao; Lin; Liu, 2021).

Zhao, Lin e Liu (2021) apresentaram uma abordagem inovadora para investigar os problemas relacionados ao OofA através da detecção dos efeitos de ordenação par a par (PWO, do inglês "pair-wise ordering"). Essa abordagem traduz o design OofA em um design de dois níveis, facilitando a análise dos resultados experimentais.

Em cada ordem presente, o componente  $i$  é adicionado antes ou depois do componente  $j$ , permitindo investigar a influência da ordem de adição na resposta do sistema.

Um experimento PWO é representado por uma matriz de projeto  $Z$ , onde cada linha corresponde a um experimento e cada coluna a um efeito PWO. A matriz de momentos  $M$ , que caracteriza a variabilidade estatística do design, é definida como:

$$M = \frac{X'X}{n} \quad (3.16)$$

onde  $X$  é a matriz ampliada  $[1, Z]$ , incluindo um intercepto (Lin; Peng, 2019) Peng, 2019).

Desta forma, o procedimento prático consiste em atribuir  $I_i \rightarrow j$  a ordem par a par entre os componentes  $i$  e  $j$ , que pode assumir dois níveis: 1 e -1, indicando se o componente  $i$  é adicionado antes ou depois do componente  $j$ . Com  $m$  componentes, temos  $m^2$  fatores PWO  $I_i \rightarrow j$ , onde  $1 \leq i < j \leq m$ . Com as  $m!$  ordens, podemos formular um delineamento de dois níveis com  $m!$  execuções (linhas) e  $m^2$  fatores PWO (colunas), possibilitando uma análise abrangente dos efeitos das diferentes ordens de adição. E proporciona uma abordagem complexa das interações entre os componentes e sua ordem de adição (Nostrand, 1995).

Com o propósito de ilustrar didaticamente a metodologia PWO descrita por Nostrand (1995), e seguindo as notações descritas por Nostrand (1995), tem-se que:

$m$  = representa o número de componentes

$a$  = representa a permutação

$Z$  = representa a ordem de adição

Logo,

$Z_{jk(a)} = 1$  se  $j$  preceder  $k$

$Z_{jk(a)} = -1$  se  $k$  preceder  $j$

Vejamos um exemplo a seguir, onde há três componentes:

Tabela 3.1 – Matriz de design completa para três componentes.

<b>Sequência</b>	$Z_{12}$	$Z_{13}$	$Z_{23}$
123	1	1	1
132	1	1	-1
213	-1	1	1
231	-1	-1	1
312	1	-1	-1
321	-1	-1	-1

Fonte: Adaptado de Mee (2020)

Portanto, para a análise completa a tabela deve apresentar as proporções e a sequências através das colunas de 1 e -1. Em um estudo com três componentes, haveriam 6 colunas a serem construídas, com exceção das variáveis resposta, e como funciona por um sistema de permutação, para cada proporção, existirão seis arranjos a serem testados. A Tabela 3.2 apresenta um exemplo da análise da ordem de adição em experimentos de mistura, utilizando três componentes ( $x_1$ ,  $x_2$  e  $x_3$ ) cada um com a mesma proporção de 0,33333, representando uma mistura uniforme.

Nesta abordagem, os contrastes  $z_{12}, z_{13}, z_{22}$  são utilizados para codificar as diferentes ordens de adição entre os componentes e avaliar como essa ordem pode influenciar os resultados experimentais. Os valores 1 e -1, apresentados nas colunas  $z_{ij}$ , indicam a relação sequencial entre os componentes durante o processo de mistura, sendo que o valor 1 refere-se à adição do primeiro componente antes do segundo, enquanto o valor -1 indica o inverso.

Tabela 3.2 – Exemplo da análise da ordem de adição considerando uma proporção.

<b>Componentes (X)</b>			<b>Ordem (Z)</b>		
$x_1$	$x_2$	$x_3$	$Z_{12}$	$Z_{13}$	$Z_{23}$
0,33333	0,33333	0,33333	1	1	1
0,33333	0,33333	0,33333	1	1	-1
0,33333	0,33333	0,33333	-1	1	1
0,33333	0,33333	0,33333	-1	-1	1
0,33333	0,33333	0,33333	1	-1	-1
0,33333	0,33333	0,33333	-1	-1	-1

Fonte: autor

Para construção de  $m > 3$  é vantajoso optar por alternativas de elaboração computacionais, como a elaboração do design PWO para  $m+1$  componentes a partir do design já estruturado para  $m$  componentes (Lin; Peng, 2019) (Zhao; Lin; Liu, 2021).

Considere  $F_m$  como a matriz que representa todas as possíveis ordens de adição de  $m$  componentes, traduzindo essas ordens em fatores de ordenação par a par, e o  $Z$  os fatores de ordenação par a par, as colunas serão divididas em blocos como  $(Z_{1 \rightarrow m}, Z_{1 \rightarrow m}, \dots, Z_{(m-1) \rightarrow m}) = (B_1^T, B_2^T, \dots, B_m^T)^T$ , onde cada  $B_k$  é uma matriz de tamanho  $(m-1)! \times (m-1)$  e  $J_k^T = (1_{(m-1)!}^T, \dots, 1_{(m-1)!}^T, -1_{(m-1)!}^T, \dots, -1_{(m-1)!}^T)$  um vetor de dimensão  $(m+1)(m-1)$  no qual  $1_{(m-1)!}^T$  se repete  $2(m-k+1)$  e  $-1_{(m-1)!}^T$  se repete  $2k$  vezes, para  $k = 1, 2, \dots, m$  (Zhao; Lin; Liu, 2021).

Utilizando o Teorema 1, que estabelece uma relação recursiva para formular o design completo  $F_{m+1}$  sem construir todas as permutações:

**Teorema 1:** Sendo  $F$ ,  $B$  e  $J$  definidos como:

$$F = (F_m^T, \dots, F_m^T)^T \quad (\text{repetindo } m+1 \text{ vezes})$$

$$B = (B_1^T, \dots, B_1^T, B_2^T, \dots, B_2^T, \dots, B_m^T, \dots, B_m^T)^T$$

$$J = (J_1^T, J_2^T, \dots, J_m^T)^T$$

onde cada bloco  $B_k$  em  $B$  é repetido  $m+1$  vezes para  $k = 1, 2, \dots, m$ . A relação é então dada por:

$$F_{m+1} = (F : B : J)$$

(Zhao; Lin; Liu, 2021)

Para ilustrar o Teorema 1, será construída a matriz  $F_4$  a partir da matriz  $F_3$ , representada por:

$$F_3 = \begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 \\ -1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & -1 \\ -1 & -1 & 1 \\ 1 & -1 & -1 \\ -1 & -1 & -1 \end{bmatrix} \quad (3.17)$$

Nesta matriz, cada linha representa uma ordem diferente dos fatores, e cada coluna representa a relação de ordem entre pares específicos de fatores. A construção da matriz  $F_4$  a partir de  $F_3$  segue o Teorema 1, no qual a matriz  $F_m$  é expandida incorporando os blocos  $B_k$  e os vetores  $J_k$ . Para isso, primeiro será identificada a estrutura dos blocos  $B_k$  na matriz  $F_3$  (Zhao; Lin; Liu, 2021).

Destacando as duas últimas colunas de  $F_3$  para evidenciar os blocos  $B_1, B_2, B_3$ :

$$Z_{13,23} = \begin{bmatrix} 1 & 1 \\ 1 & 1 \\ 1 & -1 \\ -1 & 1 \\ -1 & -1 \\ -1 & -1 \end{bmatrix} \quad (3.18)$$

Os blocos  $B_k$  são extraídos das colunas destacadas e organizados da seguinte forma:

$$B_1 = \begin{bmatrix} 1 & 1 \\ 1 & 1 \end{bmatrix} \quad B_2 = \begin{bmatrix} 1 & -1 \\ -1 & 1 \end{bmatrix} \quad B_3 = \begin{bmatrix} -1 & -1 \\ -1 & -1 \end{bmatrix} \quad (3.19)$$

Cada matriz  $B_k$  representa um conjunto específico de relações de ordenação entre os fatores e será utilizada na construção recursiva de  $F_4$ . No próximo passo, esses blocos serão incorporados juntamente com os vetores  $J_k$  para gerar a nova matriz expandida (Zhao; Lin; Liu, 2021).

Como temos:

$$(m + 1)(m - 1)! = (3 + 1)(3 - 1)! = 4 \times 2 = 8 \quad (3.20)$$

Cada vetor  $J_k$  terá 8 elementos. A estrutura dos vetores segue a correção onde os valores 1 aparecem  $2(m - k + 1)$  vezes e os valores  $-1$  aparecem  $2k$  vezes. Assim, os vetores  $J_1$ ,  $J_2$  e  $J_3$  são dados por:

$$J_1 = \begin{bmatrix} 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ -1 \\ -1 \end{bmatrix} \quad J_2 = \begin{bmatrix} 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \end{bmatrix} \quad J_3 = \begin{bmatrix} 1 \\ 1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \\ -1 \end{bmatrix} \quad (3.21)$$

No vetor  $J_3$ , os valores 1 aparecem  $2(3 - 3 + 1) = 2$  vezes e os valores  $-1$  aparecem  $2(3) = 6$  vezes, conforme esperado. Esses vetores serão utilizados na construção recursiva de  $F_4$ , auxiliando na organização das permutações e garantindo a correta distribuição dos sinais nos experimentos de ordem de adição (Zhao; Lin; Liu, 2021).

A construção de  $F$ ,  $B$  e  $J$ , resultam na construção da matriz  $F_4$ , representada por:

$$F_4 = \begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ -1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & -1 & 1 & 1 & 1 \\ -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 \\ -1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & -1 \\ -1 & 1 & 1 & 1 & 1 & -1 \\ 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & 1 \\ -1 & -1 & 1 & -1 & 1 & 1 \\ 1 & -1 & -1 & 1 & -1 & 1 \\ -1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & -1 & -1 \\ -1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 \\ 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 \\ -1 & -1 & 1 & -1 & 1 & -1 \\ 1 & -1 & -1 & -1 & -1 & 1 \\ -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & -1 & -1 & -1 \\ -1 & 1 & 1 & -1 & -1 & -1 \\ 1 & 1 & -1 & -1 & -1 & -1 \\ -1 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 \\ 1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 \\ -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 \end{bmatrix} \quad (3.22)$$

Representando a tabela conforme a sequência de adição dos componentes e relacionando com a PWO, temos:

Tabela 3.3 – Matriz de design completa para quatro componentes.

<b>Sequência</b>	$Z_{12}$	$Z_{13}$	$Z_{23}$	$Z_{14}$	$Z_{24}$	$Z_{34}$
1234	1	1	1	1	1	1
2134	-1	1	1	1	1	1
1324	1	1	-1	1	1	1
2314	-1	-1	1	1	1	1
3124	1	-1	-1	1	1	1
3214	-1	-1	-1	1	1	1
1243	1	1	1	1	1	-1
2143	-1	1	1	1	1	-1
1342	1	1	-1	1	-1	1
2341	-1	-1	1	-1	1	1
3142	1	-1	-1	1	-1	1
3241	-1	-1	-1	-1	1	1
1423	1	1	1	1	-1	-1
2413	-1	1	1	-1	1	-1
1432	1	1	-1	1	-1	-1
2431	-1	-1	1	-1	1	-1
3412	1	-1	-1	-1	-1	1
3421	-1	-1	-1	-1	-1	1
4123	1	1	1	-1	-1	-1
4213	-1	1	1	-1	-1	-1
4132	1	1	-1	-1	-1	-1
4231	-1	-1	1	-1	-1	-1
4312	1	-1	-1	-1	-1	-1
4321	-1	-1	-1	-1	-1	-1

Fonte: Adaptado de Zhao, Lin e Liu (2021).

Mesmo com uma forma computacional para criar design PWO, para um experimento com  $m$  componentes distintos, existem  $m!$  diferentes sequências de adição possíveis. Testar

todas essas combinações se torna inviável para valores moderados de  $m$ , por exemplo, para  $m = 10$ , seriam necessários 3,6 milhões de experimentos (Lin; Peng, 2019).

Para contornar essa limitação, é necessário o uso de designs fracionários, que selecionam um subconjunto representativo das ordens possíveis, preservando a capacidade de inferência estatística com um número reduzido de experimentos (Lin; Peng, 2019).

### 3.8 Efficient Fractional Pair-Wise Ordering Design

Segundo (Lin; Peng, 2019) a construção de um modelo PWO fracionado deve garantir que as relações fundamentais entre os pares de ordem sejam mantidas. O objetivo da construção de um design fracionado é encontrar um subconjunto de ordens que preserve a estrutura estatística do design completo, ou seja, que tenha uma matriz  $M$  próxima à matriz do design completo  $M_f$ .

(Peng; Mukerjee; Lin, 2019) demonstraram que um design fracionário PWO é ótimo se tiver a mesma matriz de momentos do design completo. Esse resultado é formalizado no seguinte teorema:

**Teorema 2:** se um design fracionário PWO possui matriz de momentos  $M_f$ , ele é ótimo sob qualquer critério que seja côncavo e invariante por permutação de sinais.

A eficiência D-ótima de um design pode ser calculada por:

$$d(Z) = \left( \frac{\det(M)}{\det(M_f)} \right)^{1/p} \quad (3.23)$$

Onde  $p$  é o número de parâmetros do modelo. Para um design ideal,  $d(Z) = 1$ , enquanto designs fracionários aproximados têm  $d(Z) < 1$ , indicando uma perda de eficiência estatística.

Para minimizar a quantidade de experimentos sem comprometer a qualidade da inferência, Peng, Mukerjee e Lin (2019) propuseram um método sistemático de construção de designs fracionários ótimos. A abordagem envolve um esquema de blocagem e uma técnica de rowwise-reverse, garantindo simetria na estrutura do design. Essa estratégia consiste em dividir o conjunto de ordens experimentais em blocos estruturados, garantindo que as principais características do experimento sejam preservadas.

A ideia central da blocagem é formar grupos dentro dos quais as ordens de adição são balanceadas, permitindo que as influências individuais dos componentes sejam avaliadas de ma-

neira eficiente. O método rowwise-reverse complementa essa abordagem ao explorar a simetria entre diferentes ordens de adição. Ele funciona invertendo sequências dentro de cada bloco, garantindo que cada componente apareça em diferentes posições ao longo dos experimentos (Lin; Peng, 2019).

A construção segue uma estrutura matricial baseada na partição dos experimentos em blocos da forma:

$$D = \begin{bmatrix} A & B \\ \tilde{B} & A \end{bmatrix} \quad (3.24)$$

onde A e B são submatrizes obtidas por permutação de elementos e  $\tilde{B}$  a versão de B com uma permutação das linhas.

Conforme Lin e Peng (2019), um exemplo desse tipo de construção pode ser visto para quatro componentes ( $m = 4$ ). Nesse caso, o experimento pode ser organizado em três blocos principais, onde cada bloco contém um subconjunto bem estruturado das ordens de adição. Dentro de cada bloco, a organização segue um padrão que assegura que todas as combinações relevantes sejam testadas. Sendo a representação:

$$D_1 = \begin{bmatrix} 1 & 2 & 3 & 4 \\ 2 & 1 & 4 & 3 \\ 4 & 3 & 1 & 2 \\ 3 & 4 & 2 & 1 \end{bmatrix} \quad D_2 = \begin{bmatrix} 1 & 3 & 2 & 4 \\ 3 & 1 & 4 & 2 \\ 4 & 2 & 1 & 3 \\ 2 & 4 & 3 & 1 \end{bmatrix} \quad D_3 = \begin{bmatrix} 1 & 4 & 2 & 3 \\ 4 & 1 & 3 & 2 \\ 3 & 2 & 1 & 4 \\ 2 & 3 & 4 & 1 \end{bmatrix} \quad (3.25)$$

A transformação entre os blocos  $D_1, D_2$  e  $D_3$  ocorre por meio da aplicação do método Rowwise Reverse, que consiste na inversão da ordem de elementos. Ao passar de  $D_1$  para  $D_2$ , observa-se a substituição do valor 2 pelo valor 3, assim como o 3 pelo 2, enquanto na transição de  $D_2$  para  $D_3$ , o valor 3 é substituído por 4, assim como o 4 por 3. Esse processo garante uma reorganização estruturada dos elementos

O resultado é um design fracionário ótimo, que reduz significativamente o número de experimentos necessários sem comprometer a capacidade de análise dos efeitos da ordem de

adição, onde o número de experimentos é representado por  $m!/r!$ , sendo o  $m!$  o número total de combinações possíveis, e o  $r!$  representado por  $r = m/2$  para  $m$  sendo par e  $r = (m-1)/2$  para  $m$  sendo ímpar (Peng; Mukerjee; Lin, 2019).

Embora o método de PWO fracionado reduza o número de experimentos, sua aplicação ainda se torna inviável para experimentos com um alto número de componentes, dado o grande número de combinações mostrado na tabela 3.4 (Lin; Peng, 2019).

Tabela 3.4 – Comparação entre o número total de permutações em um experimento, de acordo com o número de componentes, e a utilização de um método fracionado.

$m$	$m!$	$m!/r!$
4	24	12
5	120	60
6	720	120
7	5040	840
8	40320	1680
9	$3.6 \times 10^5$	15120
10	$3.6 \times 10^6$	30240

Fonte: Adaptado de Lin e Peng (2019).

### 3.9 Modelos para mistura (OofA)

Os modelos serão apresentados conforme (Rios; Lin, 2021), considerando a interação entre os termos da mistura e ordenação pode ser representado por:

$$y = X\beta + Z\delta + \varepsilon \quad (3.26)$$

nesse contexto,  $y$  representa a variável resposta avaliada no experimento, que pode ser qualquer característica ou propriedade de interesse, como rendimento, estabilidade ou eficiência. O termo  $X\beta$  considera os efeitos principais das proporções das misturas na variável resposta, onde  $X$  é a matriz que contém as proporções dos componentes da mistura, como  $\mathbf{x}_1$ ,  $\mathbf{x}_2$ ,  $\mathbf{x}_3$ , enquanto  $\beta$  é o vetor dos coeficientes associados a essas proporções, representando os efeitos individuais de cada componente na resposta.

Por outro lado,  $Z\delta$  incorpora os efeitos relacionados à ordem de adição, sendo  $Z$  a matriz que codifica os contrastes baseados na sequência de adição dos componentes, enquanto  $\delta$  é o vetor de coeficientes associados a esses contrastes, refletindo como a sequência de mistura impacta a resposta. Por fim, o termo  $\varepsilon$  representa o erro aleatório do modelo, que captura variações não explicadas, decorrentes de ruídos experimentais ou fatores não controlados. Tal modelo não deve ser utilizado quando há preocupação dos efeitos da mistura dependerem da ordem de adição, bem como seu contrário (Rios; Lin, 2021).

Um modelo mais geral é então proposto um modelo em que  $\eta(x)$  modela a superfície conforme as proporções e  $g(x, z)$  é uma função da proporção e sua ordem, sendo:

$$y(x, z) = \eta(x) + g(x, z) + \varepsilon \quad (3.27)$$

O  $g(x, z)$ , por sua vez, reflete os efeitos da interação entre as proporções ( $X$ ) e a ordem de adição dos componentes ( $Z$ ). Ele captura a combinação das proporções com a sequência de adição influencia a resposta, possibilitando investigar cenários em que a ordem de adição desempenha um papel importante no resultado, mesmo que as proporções sejam mantidas constantes. Esse termo torna o modelo mais completo, pois reconhece que a variável resposta pode ser afetada não apenas pela quantidade dos componentes, mas também pela maneira como eles são processados durante a mistura (Rio; Lins, 2021).

Sendo assim pode-se representar as proporções por:

$$\eta(x) = \sum_{i=1}^m \beta_i x_i + \sum_{i<j} \beta_{ij} x_i x_j \quad (3.28)$$

E as proporções bem como sua ordem podem ser representadas por:

$$g(x, z) = \sum_{k<l} \delta_{kl} Z_{kl} + \sum_i \sum_{k<l} \gamma_{kl}^i x_i z_{kl} \quad (3.29)$$

Portanto, o modelo geral pode ser representado por:

$$y(X, Z) = \sum_{i=1}^m \beta_i x_i + \sum_{i<j} \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{k<l} \delta_{kl} Z_{kl} + \sum_{i=1}^m \sum_{k<l} \gamma_{kl}^i x_i z_{kl} + \varepsilon \quad (3.30)$$

Esses modelos apresentam duas grandes falhas segundo aos autores, a primeira que inclui apenas interações de primeira ordem, e a outra que sua matriz modelo não terá posto completo, ou seja, suas colunas ou linhas não são linearmente independentes. O último mo-

delo apresentado foi proposto pelos autores ao fazer uma exemplificação com um trabalho de (Cornell, 1991), sendo:

$$\eta(x) = \sum_{i=1}^m \beta_i x_i + \sum_{i<j} \beta_{ij} x_i x_j \quad (3.31)$$

Onde  $\eta(x)$  modela o efeito principal das proporções dos componentes ( $\mathbf{x}_1$ ,  $\mathbf{x}_2$ ,  $\mathbf{x}_3$ ) na variável resposta. O primeiro termo, captura os efeitos lineares de cada componente individualmente, com  $\beta_i$  representando o coeficiente que quantifica a contribuição direta de  $x_i$ . O segundo termo, captura os efeitos das interações binárias entre os componentes, permitindo a inclusão de relações não-lineares que surgem quando dois componentes interagem na mistura. Para  $g(x, z)$ , a representação é:

$$g(x, z) = \sum_{k<l} \delta_{kl} z_{kl} + y_{12}^1 x_1 z_{12} + y_{23}^2 x_2 z_{23} + y_{13}^3 x_3 z_{13} \quad (3.32)$$

Onde  $g(x, z)$  reflete os efeitos da ordem de adição e como esses efeitos interagem com as proporções. O primeiro termo modela os efeitos principais da ordem de adição dos componentes. Os termos  $y_{12}^1 x_1 z_{12}, y_{23}^2 x_2 z_{23}, y_{13}^3 x_3 z_{13}$  descrevem as interações específicas entre as proporções de componentes e as ordens de adição.

### 3.9.1 Variáveis de folga (Slack Variable)

Em experimentos de mistura, é comum que um ou mais componentes tenham um intervalo de variação das proporções muito estreito, resultando em uma região experimental restrita. Essa limitação frequentemente induz colinearidade (ou quase dependência linear) entre as colunas da matriz  $X$ . Uma estratégia eficaz para lidar com essa situação é a utilização de variáveis de folga, que podem ajudar a reduzir a colinearidade e melhorar a qualidade do modelo ajustado.

Snee (1979) foi um dos primeiros a discutir a aplicação do método da variável de folga, o autor destacou que a abordagem era particularmente conveniente em situações em que um dos componentes da mistura representava a maior parte da composição final.

Esse aspecto tornava a interpretação dos efeitos das demais componentes mais intuitivas, pois as variações nas proporções das substâncias secundárias eram analisadas em relação ao componente dominante.

Além disso, o método facilitou a aplicação de técnicas de superfície de resposta em experimentos de misturas. Snee (1979) demonstraram que a abordagem permitia a utilização de modelos polinomiais convencionais, como os amplamente empregados na otimização de processos industriais. Essa compatibilidade com métodos estatísticos tradicionais tornou a variável de folga uma escolha positiva.

Piepel, Hoffmann e Cooley (2021) também destacou que a abordagem possibilitava a redução da dimensionalidade do problema, o que se traduzia em maior eficiência na coleta e análise de dados experimentais. Em muitos casos, essa simplificação era benéfica para a construção de modelos preditivos robustos com um menor número de experimentos. Ao permitir a concentração da análise nas variáveis mais relevantes, a abordagem contribuía para a obtenção de conclusões objetivas sobre o comportamento das misturas.

### 3.10 Modelos com variável de folga

O método de variável de folga é uma abordagem para modelar experimentos de mistura, onde uma das proporções dos componentes da mistura é tratada como uma variável de folga (Piepel; Hoffmann; Cooley, 2021). Se temos  $q$  componentes em uma mistura  $(x_1, x_2, \dots, x_q)$ , a restrição principal é  $\sum_{i=1}^q x_i = 1$ . No modelo SV, um dos componentes é designado como a variável de folga e sua proporção é calculada como:

$$x_q = 1 - \sum_{i=1}^{q-1} x_i \quad (3.33)$$

O modelo linear mais simples com variável de folga é:

$$E(y) = \alpha_0 + \sum_{i=1}^{q-1} \alpha_i x_i \quad (3.34)$$

Aqui  $E(y)$  é a resposta esperada,  $\alpha_0$  o intercepto e  $\alpha_i$  são os coeficientes associados às proporções  $x_i$ .

Para capturar interações entre os componentes, o modelo quadrático completo é usado:

$$E(y) = \hat{\alpha}_0 + \sum_{i=1}^{q-1} \hat{\alpha}_i x_i + \sum_{i=1}^{q-1} \hat{\alpha}_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{q-2} \sum_{j=1}^{q-1} \hat{\alpha}_{ij} x_i x_j \quad (3.35)$$

Onde  $\alpha_0$ ,  $\alpha_i$ ,  $\alpha_{ii}$  e  $\alpha_{ij}$  são parâmetros a serem estimados a partir de dados experimentais usando a regressão de mínimos quadrados.

A equação é equivalente ao modelo apresentado pela equação [3.6], onde:

$$\hat{\alpha}_0 = \beta_q \quad \text{e} \quad \hat{\alpha}_1 = \beta_i - \beta_q, \quad i = 1, 2, \dots, q-1 \quad (3.36)$$

E o modelo quadrático completo com variáveis de folga:

$$\begin{aligned} \hat{\alpha}_0 &= \beta_q, & \hat{\alpha}_i &= \beta_i - \beta_q + \beta_{iq}, & i &= 1, 2, \dots, q-1 \\ \hat{\alpha}_{ii} &= -\beta_{iq}, & \hat{\alpha}_{ij} &= \beta_{ij} - (\beta_{iq} + \beta_{jq}), & i, j &= 1, 2, \dots, q-1, i \neq j \end{aligned} \quad (3.37)$$

#### 4 METODOLOGIA

Em função dos objetivos propostos utilizou-se dados fornecidos pela EPAMIG (Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais), onde a instituição realizou um projeto com o objetivo de avaliar a composição em silagens oriundas dos subprodutos do processamento do café tanto por via úmida como por via seca visando à alimentação de ruminantes.

Após o preparo das misturas de componentes em diferentes proporções, as silagens foram acondicionadas em protótipos de silos feitos de tubos de cloreto de polivinila, por um período de 60 dias em um galpão protegido da luz. Ao término desse período, os silos foram higienizados e coletadas amostras de cada unidade experimental para realização das análises.

As amostras foram acondicionadas em sacos de papel e mantidas em estufas para pré-secagem, a uma temperatura de 60°C, por 72 horas. Após esse processo, as amostras foram trituradas em moinho tipo Wiley com peneira de malha de 1 mm. sendo então submetidas as análises químicas para a caracterização das silagens obtidas (figura 3).

Os tratamentos presentes nesse experimento se baseiam na presença de 3 componentes, sendo eles a casca de café úmida (CCU), a casca de café seca (CCS) e de melação conforme tabela 4.1

As variáveis respostas obtidas nas composições da silagem foram os teores de matéria seca (MS), a proteína bruta (PB), o teor de cafeína (CAF), extrato etéreo (EE) e digestibilidade *in vitro* (DIV). As variáveis respostas obtidas nas composições da silagem foram os teores de matéria seca (MS), a proteína bruta (PB), o teor de cafeína (CAF) e extrato etéreo (EE).

Em função dos fatores descritos, o delineamento experimental com as misturas, encontram-se descritas na tabela 4.1.

Figura 4.1 – Processo de execução do experimento realizado pela EPAMIG para produção de silagem para ruminantes a partir dos subprodutos do processamento do café por via úmida e via seca.



a. Subproduto do café processado via úmida. b. Subproduto do Café processado via seca. c. Protótipos de silos confeccionados em tubos de cloreto de polivinila onde foram acondicionadas as silagens d. Amostras prontas para realização das análises bromatológicas e de fatores antinutricionais.

Fonte: Marcelo Ribeiro Malta.

Tabela 4.1 – Componentes utilizados nas misturas para formação de silagem.

<b>Pontos Experimentais</b>	$x_1$ – <b>Melaço (MLÇ)</b>	$x_2$ – <b>Casca de café seca (CCS)</b>	$x_3$ – <b>Casca de café úmida (CCU)</b>
1	0	0	1
2	0	0	1
3	0	0	1
4	0	0.1	0.9
5	0	0.1	0.9
6	0	0.1	0.9
7	0	0.2	0.8
8	0	0.2	0.8
9	0	0.2	0.8
10	0	0.4	0.6
11	0	0.4	0.6
12	0	0.4	0.6
13	0.05	0.1	0.85
14	0.05	0.1	0.85
15	0.05	0.1	0.85
16	0.05	0.2	0.75
17	0.05	0.2	0.75
18	0.05	0.2	0.75
19	0.05	0.4	0.55
20	0.05	0.4	0.55
21	0.05	0.4	0.55

---

Fonte: Marcelo Ribeiro Malta

#### **4.1 Adaptação dos delineamentos de mistura para estudos de simulação de ordens de adição**

Para realização dos estudos de simulação Monte Carlo em relação ao ajuste de modelos polinomiais dado as modificações no delineamento principal, decorrente a execução de ordem de adição, dos componentes utilizados na composição de silagens, em função do domínio de cada variável ( $x_i$ ) adotou-se as seguintes restrições:

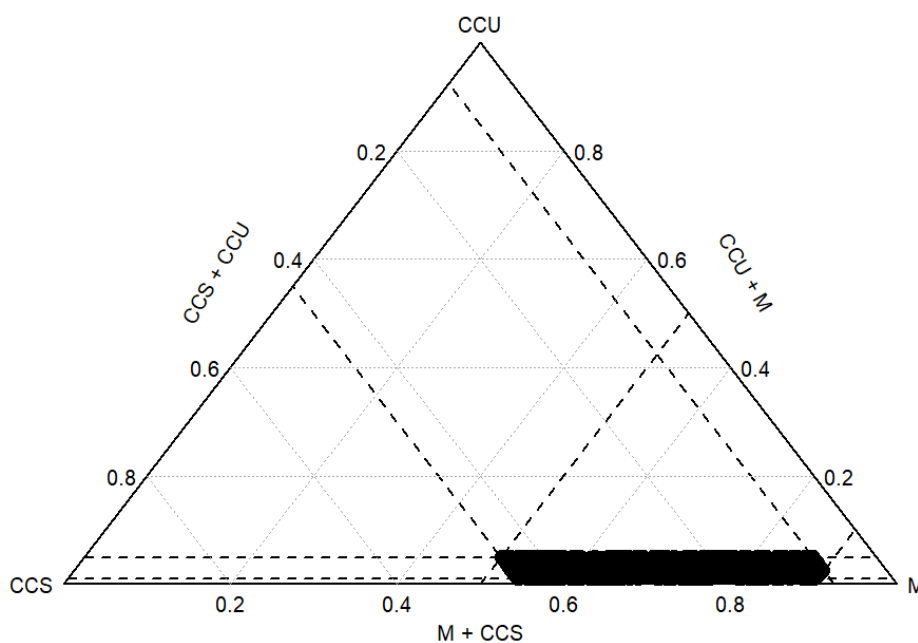
$$0,01 \leq x_1 \leq 0,05 \quad (4.1)$$

$$0,075 \leq x_2 \leq 0,45 \quad (4.2)$$

$$0,50 \leq x_3 \leq 0,90 \quad (4.3)$$

A delimitação da região experimental, na qual, os experimentos serão simulados, encontra-se descritos na Figura 4.2.

Figura 4.2 – Delineamento usado para ajuste das proporções de casca de café seca (CCS), casca de café úmida (CCU) e melação (M) na fabricação de silagem.



Fonte: Autor.

Foram ajustados três modelos para cada uma das variáveis resposta, que serão mostrados nos subtópicos seguintes. Todos os modelos foram ajustados utilizando a linguagem de programação R versão 4.3.1 (R Development Core Team, 2010), com auxílio do pacote Mixexp (Lawson; Willden, 2016), que é usado para o planejamento e análise de experimentos de mistura. Ele facilita a criação de planos experimentais, e permite ajustar modelos matemáticos para descrever a relação entre os componentes da mistura e a variável resposta.

## 4.2 Modelos utilizados

Inicialmente, procedeu-se à modelagem convencional dos dados, denominada **MS** (Modelo de Scheffé), empregando o método quadrático de Scheffé. Este modelo foi utilizado para estimar as proporções ideais de casca de café seca (CCS), casca de café úmida (CCU) e melão (M) que maximizariam individualmente cada uma das variáveis resposta: matéria seca (MS), proteína bruta (PB), extrato etéreo (EE) e digestibilidade *in vitro* (DIV). Esse procedimento envolveu a aplicação de técnicas estatísticas para investigar a relação entre as diferentes proporções dos ingredientes e os níveis observados dessas variáveis, visando identificar o ponto ótimo para cada uma.

Em seguida, foi analisada a influência da ordem de adição dos componentes  $x_1$  (Melaço),  $x_2$  (Casca de Café Seca) e  $x_3$  (Casca de Café Úmida) no ajuste do modelo. Essa abordagem foi denominada **MSA** (Modelo de Scheffé com Ordem de Adição). A investigação da ordem de adição nesse experimento de mistura é fundamental porque ela pode afetar diretamente as características físicas, químicas e sensoriais do produto final. A sequência em que os componentes são adicionados pode influenciar a interação entre eles, bem como os processos de mistura, reação e formação de fases durante a produção da silagem.

O último modelo aplicado foi denominado **MSAV** (Modelo de Scheffé com Ordem de Adição e Variáveis de Folga). Este modelo foi desenvolvido para avaliar o impacto da ordem de adição em um contexto que também integra as variáveis de folga, permitindo lidar com possíveis restrições nas proporções dos componentes e otimizar a formulação em regiões experimentais específicas.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados descritos na Tabela 5.1 correspondem às médias das estimativas do coeficiente de determinação ajustado ( $R^2$ ), considerando situações experimentais que priorizaram a primeira adição dada pelo componente  $x_1$  (M). Em outro cenário, correspondeu à primeira adição dada pelo componente  $x_2$  (CCS). E no último, a entrada dada pelo componente  $x_3$  (CCU). Dadas essas especificações, nota-se que para todas as variáveis a qualidade do ajuste foi preservada. Dessa forma, há evidências estatísticas para validar os modelos em relação ao alto poder preditivo, a serem considerados nos resultados referentes à indicação da mistura ótima, descrita na Tabela 5.1.

Tabela 5.1 – Valores de  $R^2$  ajustado para os modelos avaliados, considerando três entradas distintas.

<b>Modelo</b>	<b>MS</b>	<b>PB</b>	<b>EE</b>	<b>DIV</b>
<b>Ordem de adição com entrada de <math>x_1</math> (M)</b>				
Modelo de Scheffé com Ordem de Adição (MSA)	0.8884	0.9907	0.9609	0.9894
Modelo com Ordem de Adição e Variáveis de Folga (MSAV)	0.8741	0.9894	0.9563	0.9859
Modelo de Scheffé (MS)	0.8877	0.9912	0.9640	0.9885
<b>Ordem de adição com entrada de <math>x_2</math> (CCS)</b>				
Modelo de Scheffé com Ordem de Adição (MSA)	0.8879	0.9906	0.9612	0.9864
Modelo com Ordem de Adição e Variáveis de Folga (MSAV)	0.8830	0.9908	0.9583	0.9919
Modelo de Scheffé (MS)	0.8877	0.9912	0.9640	0.9885
<b>Ordem de adição com entrada de <math>x_3</math> (CCU)</b>				
Modelo de Scheffé com Ordem de Adição (MSA)	0.8922	0.9931	0.9670	0.9864
Modelo com Ordem de Adição e Variáveis de Folga (MSAV)	0.8838	0.9926	0.9642	0.9857
Modelo de Scheffé (MS)	0.8877	0.9912	0.9640	0.9885

Fonte: autor

A Tabela 5.1 apresenta os valores de  $R^2$  ajustado para os modelos estatísticos avaliados sob três cenários distintos de ordem de entrada dos componentes (melaço –  $x_1$ , casca de café

seca –  $x_2$ , e casca de café úmida –  $x_3$ ). O  $R^2$  ajustado é uma métrica crucial para avaliar a capacidade preditiva dos modelos, indicando a proporção da variabilidade da variável resposta que é explicada pelo modelo, ajustada pelo número de preditores. Valores mais próximos de 1 (ou 100%) indicam um ajuste superior.

De modo geral, observa-se que todos os modelos avaliados demonstraram um excelente poder explicativo para a maioria das variáveis respostas, com valores de  $R^2$  ajustado consistentemente elevados. Para as variáveis Proteína Bruta (PB), Extrato Etéreo (EE) e Digestibilidade *in vitro* (DIV), os modelos alcançaram  $R^2$  ajustado superiores a 0,95, e em muitos casos, acima de 0,98. Isso sugere que a modelagem estatística empregada foi altamente eficaz na captura da variabilidade dessas propriedades da silagem.

Em contrapartida, a variável Matéria Seca (MS) apresentou valores de  $R^2$  ajustado ligeiramente inferiores em comparação com as demais variáveis, situando-se na faixa de 0,87 a 0,89. Apesar de ser o menor entre os grupos, este patamar ainda indica um bom ajuste dos modelos, explicando uma parcela substancial da variabilidade da matéria seca.

Ao analisar o desempenho dos modelos individualmente, destaca-se que o Modelo de Scheffé (MS), que representa a abordagem convencional (e, presume-se, não incorpora a ordem de adição em sua estrutura interna de  $R^2$ ), manteve valores de  $R^2$  ajustado constantes para todas as variáveis, independentemente da ordem de entrada simulada. Isso reforça sua robustez como modelo de base.

Por sua vez, os modelos que incorporam a ordem de adição – o Modelo de Scheffé com Ordem de Adição (MSA) e o Modelo com Ordem de Adição e Variáveis de Folga (MSAV) – mostraram variações nos valores de  $R^2$  ajustado conforme a ordem de entrada dos componentes ( $x_1$ ,  $x_2$ ,  $x_3$ ). Para as variáveis PB, EE e DIV, os três modelos apresentaram desempenho muito similar e elevado, com pequenas variações, mas todos indicando um ajuste excelente. Em relação à MS, o MSA com entrada de  $x_3$  (CCU) obteve o maior  $R^2$  ajustado (0,8922), indicando que, para essa variável, a consideração da ordem de adição com a casca de café úmida como primeiro componente pode otimizar a explicação da variabilidade.

Para cada experimento simulado, os modelos foram ajustados para todas as variáveis resposta, de modo que a mistura que proporcionou a resposta máxima foi selecionada. Assim, os resultados descritos na Tabela 5.2 correspondem à média das respostas máximas, obtidas em 1000 realizações de Monte Carlo. Isso tornou possível identificar as diferenças entre os modelos na recomendação da mistura ótima a ser utilizada na composição da silagem.

Para as mesmas variáveis, (Malta *et al.*, 2017) utilizaram a técnica de otimização simultânea de respostas (Derringer; Suich, 1980), considerando o mesmo delineamento, dadas as restrições especificadas em termos de limites inferiores e superiores. Assim, para  $15.17 < MS < 48.6$ ;  $8.05 < PB < 11.9$ ;  $1.15 < EE < 2.8$  e  $33.38 < DIV < 59.6$ . Dessa forma, dados esses limites, em comparação com os resultados descritos na Tabela 5.1, temos evidências estatísticas de que os resultados simulados são consistentes com essas especificações.

Tabela 5.2 – Resposta média das misturas que proporcionaram respostas máximas obtidas em 1000 experimentos de Monte Carlo.

Variável	Modelo	$x_1$ (Melaço)	$x_2$ (CCS)	$x_3$ (CCU)	y ajustado
<b>Adição inicial do componente: Melaço (<math>x_1</math>)</b>					
Matéria Seca (MS)	MSA	0.03092	0.27710	0.69200	37.58000
	MSAV	0.30460	0.27580	0.69370	38.14000
	<b>MS</b>	<b>0.03035</b>	<b>0.26570</b>	<b>0.70390</b>	<b>38.96000</b>
Proteína Bruta (PB)	MSA	0.02953	0.28461	0.68590	10.93000
	MSAV	<b>0.03013</b>	<b>0.28787</b>	<b>0.68200</b>	<b>11.03000</b>
	MS	0.02922	0.26418	0.70660	11.00000
Extrato Etéreo (EE)	MSA	0.03133	0.26590	0.70270	2.48800
	MSAV	0.03076	0.26730	0.70200	2.51200
	<b>MS</b>	<b>0.03021</b>	<b>0.25937</b>	<b>0.71040</b>	<b>2.53300</b>
Digestibilidade <i>in vitro</i> (DIV)	MSA	0.03232	0.29020	0.67750	53.80000
	MSAV	0.03326	0.27716	0.68960	53.02000
	<b>MS</b>	<b>0.03048</b>	<b>0.26226</b>	<b>0.70730</b>	<b>53.47000</b>
<b>Adição inicial do componente: Casca de Café Seca (<math>x_2</math>)</b>					
Matéria Seca (MS)	MSA	<b>0.03087</b>	<b>0.25632</b>	<b>0.71280</b>	<b>39.98000</b>
	MSAV	<b>0.03051</b>	<b>0.25538</b>	<b>0.71410</b>	<b>39.99000</b>
	MS	0.03100	0.25840	0.75150	38.97000
Proteína Bruta (PB)	MSA	0.03078	0.25678	0.71240	11.15000
	MSAV	<b>0.03071</b>	<b>0.25663</b>	<b>0.71270</b>	<b>11.23000</b>
	MS	0.03053	0.26000	0.70950	11.18000
Extrato Etéreo (EE)	MSA	0.03002	0.26424	0.70570	2.59500
	MSAV	<b>0.02973</b>	<b>0.26360</b>	<b>0.70670</b>	<b>2.63400</b>
	MS	0.02972	0.26529	0.70500	2.61300
Digestibilidade <i>in vitro</i> (DIV)	MSA	0.03258	0.25587	0.71150	52.49000
	MSAV	0.03062	0.26156	0.70780	52.49000
	<b>MS</b>	<b>0.03056</b>	<b>0.26583</b>	<b>0.70360</b>	<b>52.98000</b>
<b>Adição inicial do componente: Casca de Café Úmida (<math>x_3</math>)</b>					
Matéria Seca (MS)	MSA	0.03018	0.26524	0.70460	39.25000
	MSAV	<b>0.03042</b>	<b>0.26565</b>	<b>0.70390</b>	<b>40.50000</b>
	MS	0.03003	0.26399	0.70600	39.82000
Proteína Bruta (PB)	MSA	0.03018	0.26292	0.70690	10.97000
	MSAV	<b>0.03052</b>	<b>0.26329</b>	<b>0.70260</b>	<b>11.06000</b>
	MS	0.02990	0.26018	0.70990	11.00000
Extrato Etéreo (EE)	MSA	0.03018	0.27058	0.69920	2.54200
	MSAV	<b>0.03067</b>	<b>0.26977</b>	<b>0.69960</b>	<b>2.57700</b>
	MS	0.03002	0.26752	0.70250	2.55200
Digestibilidade <i>in vitro</i> (DIV)	MSA	0.03272	0.28850	0.67880	55.47000
	MSAV	<b>0.03196</b>	<b>0.28340</b>	<b>0.68470</b>	<b>56.09000</b>
	MS	0.03021	0.27160	0.69820	55.05000

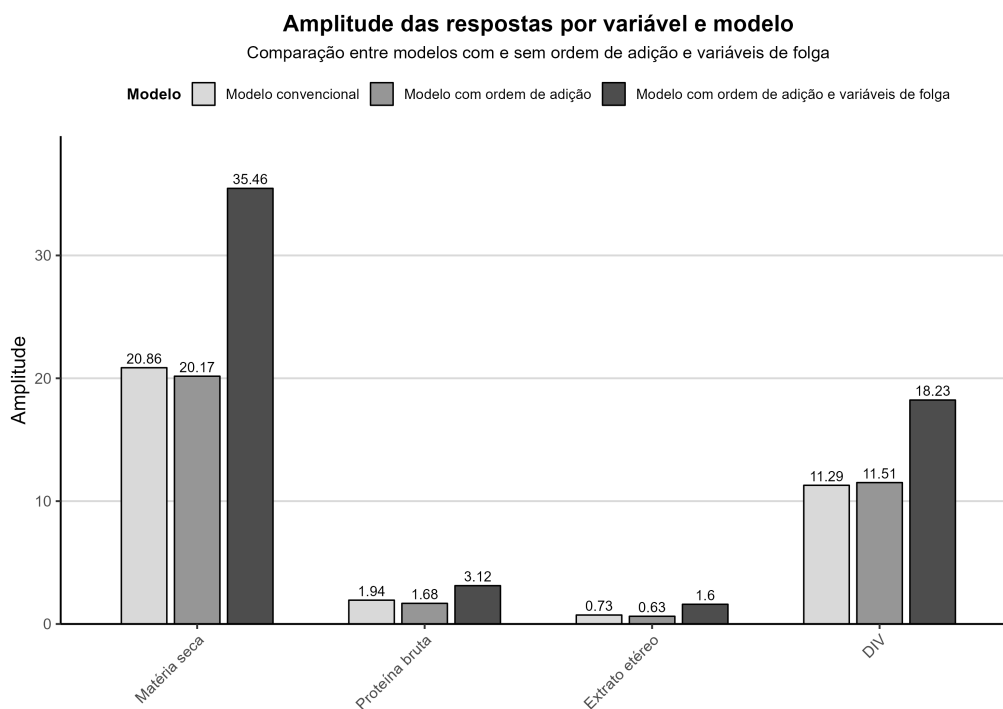
Fonte: autor

No que diz respeito ao desempenho dos modelos estatísticos, os resultados descritos na Tabela 5.2 destacam que as três alternativas de modelagem forneceram estimativas para a resposta máxima média, em conformidade com os limites de especificação (1), seja para a ordem inicial do primeiro ( $x_1$ ), segundo ( $x_2$ ), ou terceiro componente ( $x_3$ ), com pequenas oscilações provenientes do procedimento de simulação Monte Carlo. Contudo, ao comparar a resposta ótima, dada pela combinação de misturas obtida por (Malta *et al.*, 2017) utilizando a metodologia de otimização simultânea, os componentes recomendados na composição da silagem foram obtidos nas seguintes especificações: M (0,0483); CCS (0,1877); e CCU (0,7640).

Referindo-nos a essas recomendações, observamos que a média das respostas máximas para cada modelo forneceu novas formulações, plausíveis para uso na produção de silagem. Tais formulações são destacadas em **negrito** na Tabela 5.2.

Para inferir sobre a precisão das estimativas, uma vez que o erro de Monte Carlo ocorre devido à natureza aleatória das proporções, ainda que restrito a limites toleráveis para cada componente ( $x_i$ ), descritos na Seção 4.2, para cada modelo, foi considerada a amplitude entre a maior e a menor resposta média obtida para cada variável. Assim, a Figura 5.1 ilustra as diferenças para a entrada inicial do componente ( $x_1$ ).

Figura 5.1 – Amplitude considerando a entrada do componente ( $x_1$ ).



Fonte: Autor.

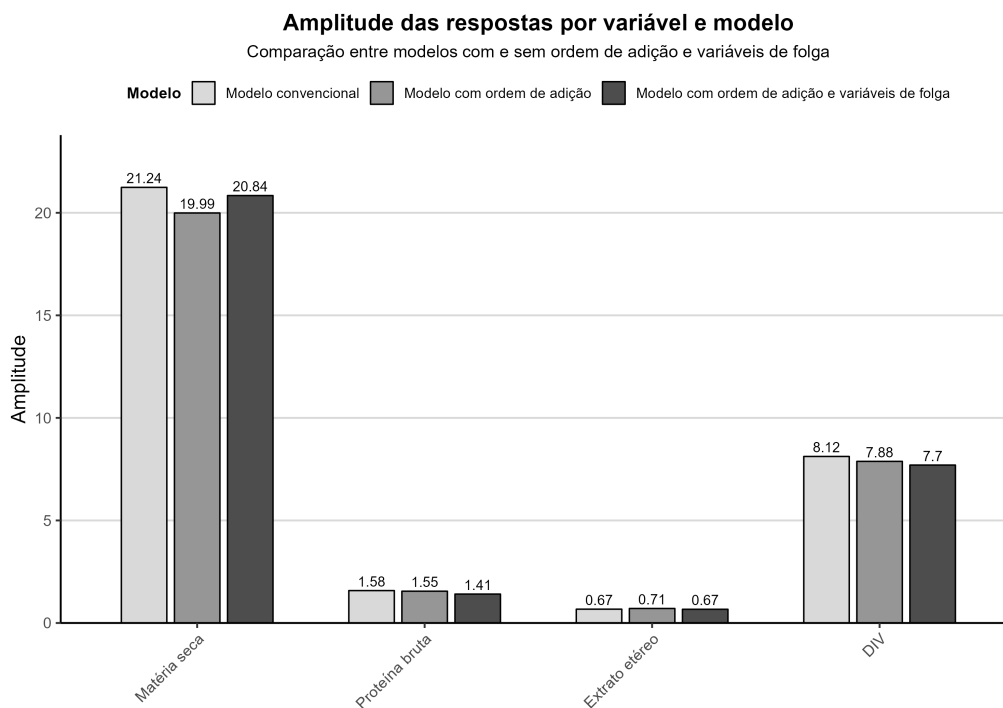
Para as variáveis Proteína Bruta (PB) e Extrato Etéreo (EE), todos os três modelos apresentaram amplitudes muito baixas (menores que 3.12). Isso indica que, ao iniciar com melão, a precisão das estimativas para essas duas características nutricionais é consistentemente alta, independentemente do modelo utilizado.

Em contraste, as variáveis Matéria Seca (MS) e Digestibilidade in vitro (DIV) mostraram amplitudes consideravelmente maiores, sugerindo menor precisão nos modelos para estimar essas respostas.

Uma observação neste cenário é o desempenho do MSAV. Para a Matéria Seca, este modelo apresentou uma amplitude superior (35.46) em comparação com o modelo convencional (20.86) e o com ordem de adição (20.17). Uma discrepância similar, embora menor, ocorreu para a DIV, onde o MSAV também teve a maior amplitude (18.23)

A Figura 5.2 apresenta, por meio da amplitude a precisão das estimativas, considerando a ordem de entrada pelo componente  $x_2$ .

Figura 5.2 – Amplitude considerando a entrada do componente ( $x_2$ ).



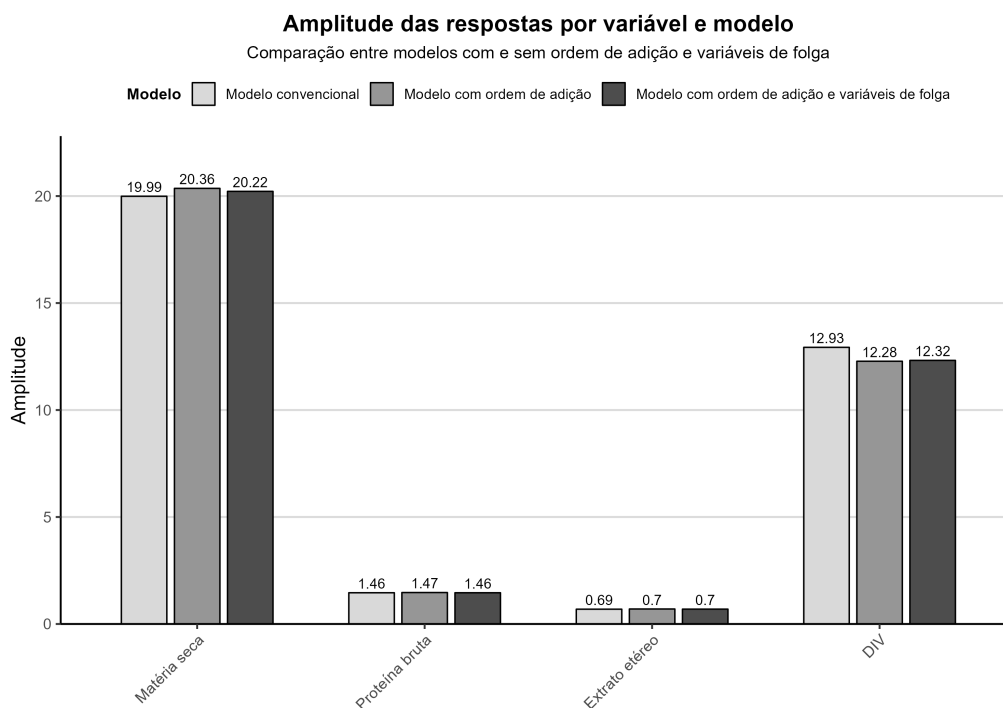
Fonte: Autor.

Assim como no cenário anterior, as amplitudes para Proteína Bruta e Extrato Etéreo permaneceram muito baixas para os três modelos, reforçando que as estimativas para estas variáveis são robustas.

A grande mudança observada é na variável Matéria Seca. A discrepância do modelo MSAV desapareceu. Agora, os três modelos apresentam amplitudes muito similares, variando entre 19.99 e 21.24. O mesmo ocorre para a DIV, onde as amplitudes se aproximaram, ficando na faixa de 7.7 a 8.12.

As estimativas, considerando o cenário em que a ordem de entrada foi inicialmente dada pelo componente  $x_3$ , os resultados relacionados à amplitude são descritos na Figura 5.3.

Figura 5.3 – Amplitude considerando a entrada do componente ( $x_3$ ).



Fonte: Autor.

Este cenário é o que apresenta a maior harmonia entre os modelos. As amplitudes para PB e EE continuam baixas, como esperado.

Para as variáveis MS e DIV, os três modelos agora apresentam amplitudes não apenas similares entre si, mas também muito consistentes. Para a Matéria Seca, todos os modelos têm uma amplitude em torno de 20, e para a DIV, todos ficam em torno de 12. Não há mais um modelo se destacando pela imprecisão.

A entrada inicial do componente de maior umidade, a casca de café úmida (CCU), resultou em modelos estatísticos com maior estabilidade e precisão. A maior presença de água na CCU pode ter atuado facilitando a dispersão dos componentes secos subsequentes. Este princípio é análogo ao da molhabilidade de pós (powder wetting) (Patton, 1979), onde a adição de

um sólido a um líquido, e não o inverso, é crucial para prevenir a formação de aglomerados e garantir a homogeneidade da mistura.

Portanto, sugere-se que a ordem de adição recomendada neste estudo (iniciando pela CCU) promove uma mistura inicial mais uniforme, o que por sua vez leva a um processo de fermentação mais consistente, explicando a menor variabilidade nos dados e a consequente melhoria na precisão dos modelos preditivos.

## 6 CONCLUSÃO

Os resultados demonstraram que todos os modelos apresentaram alto poder preditivo, com valores de  $R^2$  ajustado consistentemente elevados, validando a eficácia da abordagem para a otimização de misturas. Uma das principais conclusões deste trabalho é que, para o sistema estudado, a ordem de adição não alterou significativamente a formulação ótima final da silagem em termos de qualidade nutricional. No entanto, a análise revelou um ponto metodológico onde a ordem de adição teve um impacto direto na precisão e estabilidade dos modelos estatísticos.

A entrada inicial do componente de maior umidade, a casca de café úmida (CCU), resultou no cenário de maior harmonia e consistência entre os modelos, minimizando a amplitude das respostas simuladas, especialmente para as variáveis Matéria Seca (MS) e Digestibilidade *in vitro* (DIV).

Dessa forma, o estudo conclui que, embora diferentes ordens de adição possam levar a formulações nutricionalmente viáveis, a recomendação metodológica para futuros experimentos e para a produção é iniciar a mistura pela casca de café úmida (CCU), a fim de garantir a máxima precisão e confiabilidade nos modelos preditivos. Do ponto de vista prático, as formulações ótimas identificadas consistentemente apontam para uma composição de aproximadamente 3% de Melaço ( $x_1$ ), entre 25% e 29% de Casca de Café Seca ( $x_2$ ), e uma proporção majoritária entre 68% e 71% de Casca de Café Úmida ( $x_3$ ). Estas misturas representam uma alternativa sustentável e de baixo custo para a alimentação de ruminantes, agregando valor a resíduos da agroindústria e contribuindo para a sustentabilidade da pecuária em regiões cafeeicultoras.

## REFERÊNCIAS

- AZCARATE, S. M.; PINTO, L.; GOICOECHEA, H. C. Applications of mixture experiments for response surface methodology implementation in analytical methods development. **Journal of Chemometrics**, Wiley Online Library, v. 34, n. 12, p. e3246, 2020.
- BELLO, L. H. A. D. **Modelagem em experimentos mistura-processo para otimização de processos industriais**. Tese (Doutorado) — Doctoral Thesis, PUC, Rio de Janeiro, 2010.
- BOX, G. E.; DRAPER, N. R. Response surfaces. **Mixtures, and Ridge Analyses**, Springer, v. 649, 2007.
- CIRILLO, M. Otimização na experimentação: aplicações nas engenharias e ciências agrárias. **Lavras: UFLA**, 2015.
- CONAB. **Boletim de safra de café**. Brasília, DF: [s.n.], 2023. Disponível em: <https://www.conab.gov.br/info-agro/safras/cafe/boletim-da-safra-de-cafe>. Acesso em: 07 fev. 2024. Disponível em: <https://www.conab.gov.br/info-agro/safras/cafe/boletim-da-safra-de-cafe>.
- CORNELL, J. A. Mixture designs for product improvement studies. **Communications in Statistics-Theory and Methods**, Taylor & Francis, v. 20, n. 2, p. 391–416, 1991.
- DERRINGER, G.; SUICH, R. Simultaneous optimization of several response variables. **Journal of quality technology**, Taylor & Francis, v. 12, n. 4, p. 214–219, 1980.
- FLUCK, A. C. **Alimentos alternativos na alimentação de ruminantes**. Tese (Doutorado) — Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2023.
- FREITAS, L. C. F. Sistema produtivo do café brasileiro destinado à exportação: uma avaliação ambiental e econômica do aproveitamento energético do resíduo de beneficiamento. 2021.
- LAWSON, J.; WILLDEN, C. Mixture Experiments in R Using mixexp. **Journal of Statistical Software**, v. 72, n. 2, p. 1–20, 2016.
- LIN, D. K.; PENG, J. Order-of-addition experiments: A review and some new thoughts. **Quality Engineering**, Taylor & Francis, v. 31, n. 1, p. 49–59, 2019.
- MALTA, M. R. *et al.* Modelagem matemática aplicada à otimização de misturas na produção de silagem com subprodutos do café. **Revista Ciência Agronômica**, SciELO Brasil, v. 48, n. 2, p. 389–394, 2017.
- MALTA, M. R.; NADALET, D. H. S.; ABREU, G. F. d. Processamento do café e suas implicações na qualidade da bebida. **Informe Agropecuário**, v. 45, n. 327, p. 58–68, 2024.
- MARTINS, H. d. S.; GUIMARÃES, T. E. P.; NOGUEIRA, T. A importância do café na economia do sul de minas. **A Importância do Café na Economia do Sul de Minas**, UNIFEOP, 2022.
- MEE, R. W. Order-of-addition modeling. **Statistica Sinica**, JSTOR, v. 30, n. 3, p. 1543–1559, 2020.

- MONTEIRO, A. N. T. R.; BERTOL, T. M.; KESSLER, A. d. M. Applying precision feeding to improve the nitrogen efficiency of swine production: a review of possible practices and obstacles. **Ciência Rural**, SciELO Brasil, v. 47, n. 7, p. e20160596, 2017.
- MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of experiments**. [S.l.]: John Wiley & sons, 2017.
- MOURA, Y. H. P. Aproveitamento da casca de café tratada com enzimas fibrolíticas na alimentação de ruminantes. Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, 2016.
- NOSTRAND, R. V. Design of experiments where the order of addition is important. In: AMERICAN STATISTICAL ASSOCIATION ALEXANDRIA, VA. **ASA proceedings of the Section on Physical and Engineering Sciences**. [S.l.], 1995. v. 155, p. 160.
- PATTON, T. C. **Paint Flow and Pigment Dispersion: A Rheological Approach to Formulation and Serving**. 2nd. ed. New York: Wiley-Interscience, 1979.
- PENG, J.; MUKERJEE, R.; LIN, D. K. Design of order-of-addition experiments. **Biometrika**, Oxford University Press, v. 106, n. 3, p. 683–694, 2019.
- PIEPEL, G. F.; HOFFMANN, D. C.; COOLEY, S. K. Slack-variable models versus component-proportion models for mixture experiments: Literature review, evaluations, and recommendations. **Quality Engineering**, Taylor & Francis, v. 33, n. 2, p. 221–239, 2021.
- R Development Core Team. R: A language and environment for statistical computing. (**No Title**), 2010.
- RATHINAVELU, R.; GRAZIOSI, G. Uso alternativo potencial de detritos e subprodutos do café. **Organização Internacional do Café. Trieste (Italia): ICS-Unido, Parque da Ciência Padriciano**, 2005.
- RIOS, N.; LIN, D. K. Order-of-addition mixture experiments. **Journal of Quality Technology**, Taylor & Francis, v. 54, n. 5, p. 517–526, 2021.
- ROCHA, F. C. Casca de café na alimentação de ruminantes. Universidade Federal de Viçosa, 2005.
- RODRIGUES, L. *et al.* Utilização de resíduos agroindustriais na alimentação de ruminantes. Instituto Federal Goiano, 2021.
- SALSBURG, D. **Uma senhora toma chá...: como a estatística revolucionou a ciência no século XX**. [S.l.]: Editora Schwarcz-Companhia das Letras, 2024.
- SANTOS, R.; FARINHA, N.; CONCEIÇÃO, L. Manual de alimentação de ruminantes. 2022.
- SCHEFFÉ, H. Experiments with mixtures. **Journal of the Royal Statistical Society: Series B (Methodological)**, Wiley Online Library, v. 20, n. 2, p. 344–360, 1958.
- SNEE, R. D. Experimental designs for mixture systems with multicomponent constraints. **Communications in Statistics-Theory and Methods**, Taylor & Francis, v. 8, n. 4, p. 303–326, 1979.
- ZHAO, Y.; LIN, D. K.; LIU, M.-Q. Designs for order-of-addition experiments. **Journal of Applied Statistics**, Taylor & Francis, v. 48, n. 8, p. 1475–1495, 2021.

## APÊNDICES

### Apêndice A – SCRIPT - MODELO SCHEFFÉ

```

# ##### Ajuste Ordem Convencional ##### #

aj_OC <- function (Exp,y)

{

# ##### Ajuste dos modelos quadraticos ##### #

x1=Exp[,1]^2 + Exp[,1]*Exp[,2] + Exp[,1]*Exp[,3]
x2=Exp[,2]^2 + Exp[,1]*Exp[,2] + Exp[,2]*Exp[,3]
x3=Exp[,3]^2 + Exp[,1]*Exp[,3] + Exp[,2]*Exp[,3]

x1x2=x1*x2 ; x1x3=x1*x3 ; x2x3=x2*x3

# ##### Ordem convencional ##### #

Xc=cbind(x1,x2,x3,x1x2,x1x3,x2x3)

Beta.c=solve(t(Xc)%*%Xc)%*%t(Xc)%*%y
Beta.c_pred =Xc%*%Beta.c

res_c <- (Beta.c_pred - y)
R2c <- as.matrix(1-((t(res_c) %*% res_c)/t((y) %*% y)))

return(list(Beta.c=Beta.c,Beta.c_pred=Beta.c_pred))

}

```

## Apêndice B – SCRIPT - MODELO SCHEFFÉ COM ORDEM DE ADIÇÃO

```

# ##### Ajuste ordem de adição ##### #

aj_OAD <- function (Exp,Z,y)

{
  x1x2z12 <- Exp[,1]*Exp[,2]*Z[,1]
  x1x3z13 <- Exp[,1]*Exp[,3]*Z[,2]
  x2x3z23 <- Exp[,2]*Exp[,3]*Z[,3]

  Xqoa=cbind(Exp[,1],Exp[,2],Exp[,3],
             Exp[,1]*Exp[,2]*Z12,
             Exp[,1]*Exp[,3]*Z13,
             Exp[,2]*Exp[,3]*Z23)

  Beta.oa=solve(t(Xqoa)%*%Xqoa)%*%t(Xqoa)%*%y
  Beta.oa_pred =Xqoa%*%Beta.oa

# ##### Medidas do modelo ##### #

  desvio <- (y-Beta.oa_pred)
  SQR <- t(desvio) %*% desvio
  SQT <- t(y)%*%y
  SQE <- SQT - SQR
  R2 <- as.numeric(SQE/SQT)

  n <- length(y)      # número de observações
  p <- ncol(Xqoa)     # número de parâmetros
  R2aj <- 1 - ((1 - R2) * (n - 1) / (n - p))

  return (list(Beta.oa=Beta.oa,

```

```
Ypred_oa=Beta.oa_pred, R2oa=R2, R2aj_oa=R2aj))}
```

### **Apêndice C – SCRIPT - MODELO SCHEFFÉ COM ORDEM DE ADIÇÃO E VARIÁVEIS DE FOLGA**

```
# ##### Função: Ajuste de inclusão de variáveis de folga # #### #
# ##### ordem de adição ##### #
```

```
Slack_AD <- function (X, Z, y, Beta)
```

```
{
```

```
  x1x2z12 <- X[,1]*X[,2]*Z[,1]
```

```
  x1x3z13 <- X[,1]*X[,3]*Z[,2]
```

```
  x2x3z23 <- X[,2]*X[,3]*Z[,3]
```

```
  Xqoa = cbind(X[,1], X[,2], X[,3], x1x2z12, x1x3z13, x2x3z23)
```

```
  Beta = solve(t(Xqoa) %*% Xqoa) %*% t(Xqoa) %*% y
```

```
  # ##### Termos Lineares ##### #
```

```
  a0 <- Beta[3,1]
```

```
  a1 <- Beta[1,1] - Beta[3,1] + Beta[5,1]
```

```
  a2 <- Beta[2,1] - Beta[3,1] + Beta[6,1]
```

```
  # ##### Termos quadráticos ##### #
```

```
  a11 <- -Beta[5,1]
```

```
  a22 <- -Beta[6,1]
```

```
  # ##### Termo com interação ##### #
```

```
  a12 <- Beta[4,1] - Beta[5,1] + Beta[6,1]
```

```

# ##### Resultados do Modelo ##### #
Yspred_ad <- a0 + a1*X[,1] + a2*X[,2] + a11*X[,1]*X[,1] +
a22*X[,2]*X[,2] + a12*X[,1]*X[,2]

# ##### Medidas do modelo #####
Bads <- c(a0, a1, a2, a11, a22, a12)
Bads <- as.matrix(Bads)
desvio <- (y - Yspred_ad)
SQR <- t(desvio) %*% desvio
SQT <- t(y) %*% y
SQE <- SQT - SQR
R2 <- as.numeric(SQE / SQT)

# ##### R2 ajustado ##### #
n <- length(y)
p <- ncol(Xqoa)
R2aj <- 1 - ((1 - R2) * (n - 1) / (n - p))

return (list(Ysp = Yspred_ad, Bads = Bads, SQR = SQR, SQT = SQT,
SQE = SQE, R2oas = R2, R2aj = R2aj))
}

```