



# Design of Experiment (DoE)

## Problema

Sviluppare nuove formulazioni di prodotto spesso richiede ingenti investimenti in termini di costi e tempo. La mancanza di informazioni preliminare per l'ottimizzazione di una nuova formulazione prevede una prima fase di studio intensivo del problema.

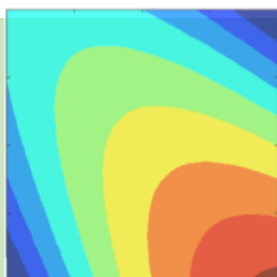
Migliorare le condizioni del processo produttivo minimizzando le spese e garantendo allo stesso tempo i target di qualità

Ogni qual volta ci si pone di fronte allo sviluppo di una nuova formulazione, alla modifica/miglioramento dei parametri di un processo produttivo o al mantenimento dei target di qualità è necessario sempre farlo nel minor tempo possibile (anticipare concorrenza sul mercato) e con il minimo investimento economico (risparmio energetico, diminuzione degli scarti etc.). Le tecniche di Disegno Sperimentale (DoE) permettono di approssciare tutte queste esigenze in modo da ottenere il massimo dell'informazione possibile da una limitata serie di prove

## Cos'è il Disegno Sperimentale?

Le tecniche di disegno sperimentale permettono la pianificazione sistematica e razionale di una serie di prove sperimentali che permettono di raggiungere gli obiettivi prefissati (ottimizzazione di una nuova

formulazione, risparmi sui costi di produzione ecc) con il minimo investimento economico. Tutto ciò si traduce in una risoluzione del problema efficiente e veloce accompagnata dall'incremento del know-how nel contesto indagato.



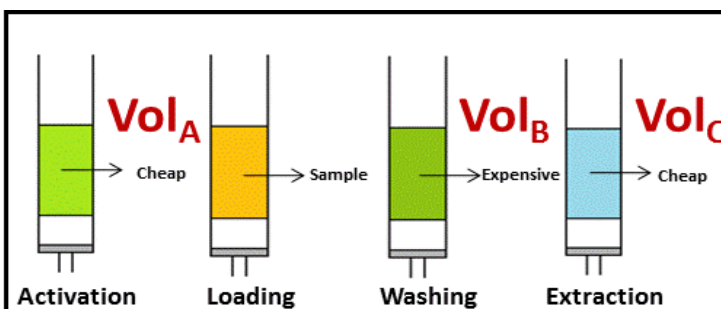
Il disegno sperimentale (DoE) è una tecnica che permette di pianificare una serie limitata di esperimenti e di trarre da questi il massimo dell'informazione possibile. I principali campi di applicazione sono il miglioramento delle performance di processo e l'ottimizzazione di nuove formulazioni di prodotto con l'obiettivo principale di garantire la qualità del prodotto e la riduzione dei costi (R&D, costi produzione, numero scarti)

## Soluzione

Approssciare con le tecniche di Disegno Sperimentale un problema che si vuole risolvere significa farlo nel modo più economico ed informativo possibile. A parità di prove eseguite, le informazioni ottenute con l'approccio DoE risultano essere strutturate e quindi in grado di fare previsioni anche al di fuori dei range indagati. Questo significa aumentare il know-how e conseguire gli obiettivi in condizioni più economiche ed efficienti.

## 1. Ottimizzazione di una procedura di purificazione

Le tecniche di Disegno sperimentale sono state applicate per l'ottimizzazione di una procedura di purificazione di una sostanza in soluzione attraverso l'utilizzo di colonne di separazione contenenti resine specifiche. Lo scopo è stato quello di massimizzare il recupero e la purezza della sostanza investigata con il minimo utilizzo dei solventi in fase di separazione (A, B e C). Sono stati pianificati *a priori* 8 esperimenti corrispondenti a diverse quantità dei solventi in ognuna delle tre fasi della separazione. Per ognuna delle prove eseguite è stata determinata la percentuale di recupero della sostanza in esame.



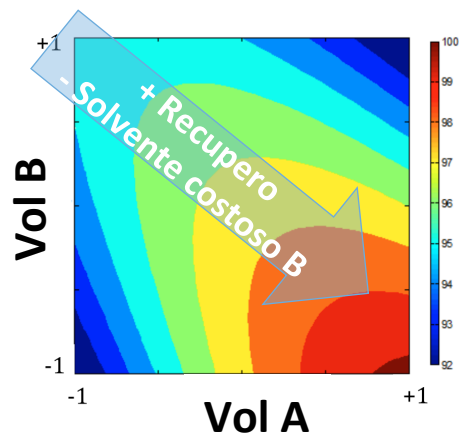
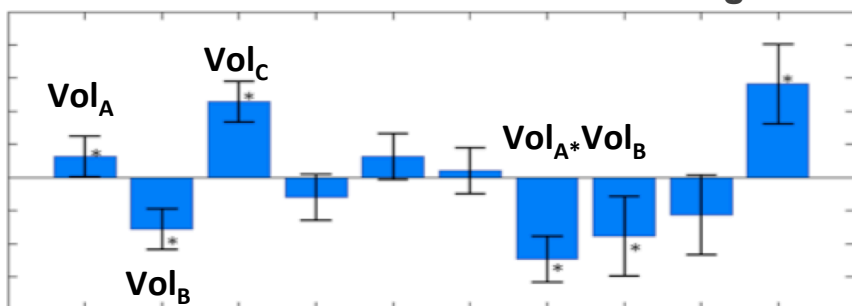
Schema della procedura purificazione



La pianificazione sistematica delle prove condotte ha permesso di comprendere in maniera quantitativa come i diversi solventi presi singolarmente e le loro interazioni influenzassero in maniera positiva o negativa il recupero della sostanza da purificare (Figura 1). Una volta stabilite le relazioni esistenti tra volumi di solventi e recupero della sostanza purificata è stato possibile creare superfici di risposta con l'intento di massimizzare la resa di purificazione con il minor utilizzo possibile del solvente più costoso.

E' stato possibile quindi ottimizzare il processo (massima resa, minimo costo) aumentando le conoscenze dello stesso. Le relazioni quantitative calcolate attraverso la pianificazione DoE delle prove sono state ottenute con pochi esperimenti mirati, in grado di fornire in tempi rapidi le risposte al problema senza l'esecuzione di prove superflue.

Figura 1.



## 2. Disegno sperimentale per sviluppare una nuova formulazione

Quando l'obiettivo è la realizzazione di nuove formulazioni spesso si incorre in problematiche quali: la non conformità ai requisiti prefissati, la mancanza di informazioni relative all'influenza dei vari ingredienti sulla realizzazione del prodotto finito e, non per ultimo, la conoscenza di quali modifiche apportare sui parametri produttivi. Tutti questi aspetti possono essere valutati mediante una *pianificazione DoE*. In questo case study viene riportato l'applicazione di un disegno sperimentale per lo sviluppo di una nuova formulazione caratterizzata da vincoli compositivi (Tabella 1), ovvero da percentuali limite definite *a priori* sulla base dell'utilizzo di quattro ingredienti.

Tabella 1.

Ingrediente	Vincolo
W1	> 50%
W2	< 50%
W3	< 10%
W4	< 10%

Tabella 2.

	W1 (%)	W2 (%)	W3 (%)	W4 (%)
S1	50	40	10	0
S2	70	20	5	5
S3	90	0	0	10
S4	75	25	0	0
S5	50	30	10	10
S6	90	0	10	0
S7	50	40	0	10
S8	100	0	0	0
S9	80	0	10	10
S10	50	50	0	0

Sono state pianificate con l'utilizzo di tecniche DoE, dieci diverse formulazioni, (Tabella 2) in grado di ricoprire in modo sistematico la variabilità delle materie prime utilizzate rispettando i vincoli compositivi. Le dieci formulazioni sono state caratterizzate da parametri di controllo (variabili chimiche). Su queste è stata poi eseguita una analisi delle componenti principali al fine di individuare quali fossero le miscele più idonee e le correlazioni esistenti tra i diversi ingredienti (Figura 2). Oltre ad identificare la miglior formulazione, è stato possibile ipotizzarne delle nuove sulla base degli andamenti riscontrati con l'utilizzo sinergico della pianificazione con DoE e della successiva analisi multivariata (MVA) dei risultati.

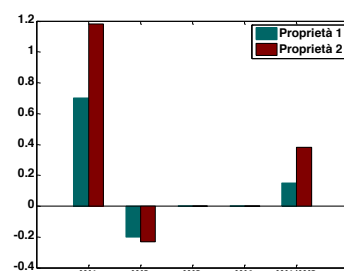


Figura 2.