

UNIVERZITA PALACKÉHO V OLOMOUCI  
PŘÍRODOVĚDECKÁ FAKULTA  
KATEDRA MATEMATICKÉ ANALÝZY A APLIKACÍ MATEMATIKY

## DIPLOMOVÁ PRÁCE

Optimální návrh regresního experimentu



Vypracovala: **Bc. Michaela Tučková**

Vedoucí: **Prof. RNDr. Ing. Lubomír Kubáček, DrSc., Dr.h.c.**

Olomouc 2010

### **Prohlášení**

Prohlašuji, že na základě zadání diplomové práce s cílem vypracovat pojednání o optimálním návrhu regresního experimentu, jsem vytvořila tuto diplomovou práci samostatně pod vedením prof. RNDr. Ing. Lubomíra Kubáčka, DrSc., Dr.h.c. Dále prohlašuji, že jsem v seznamu použité literatury uvedla všechny zdroje použité při zpracování diplomové práce.

V Olomouci dne  
6. března 2010

.....  
Bc. Michaela Tučková

## **Poděkování**

Děkuji svému školiteli prof. RNDr. Ing. Lubomíru Kubáčkovi, DrSc., Dr.h.c., za veškerou pomoc, kterou mi při zpracování této diplomové práce poskytl. Rovněž mu ze srdce děkuji za jeho ochotu a neomezený čas, který mi věnoval po celou dobu studia. Dále bych ráda poděkovala svému konzultantovi Mgr. Jiřímu Tučkovi, Ph.D., za nespočet konzultací, rad a připomínek, zejména pak za uvedení do problematiky nanotechnologií.

Mé poděkování patří také mému manželovi, Mgr. Pavlu Tučkovi, Ph.D., především za jeho nikdy nekončící trpělivost a obrovskou podporu, jenž mne doprovázely po celou dobu mého studia.

# Obsah

<b>1 Úvod</b>	<b>4</b>
<b>Seznam použitých symbolů</b>	<b>10</b>
<b>2 Pomocná tvrzení</b>	<b>11</b>
2.1 Návrh experimentu . . . . .	11
2.1.1 Kritéria optimality . . . . .	15
2.1.2 Iterační určení D-optimálního návrhu měření . . . . .	18
2.1.3 Pravidla pro zastavení iteračního procesu . . . . .	22
2.2 Linearizované regresní modely . . . . .	22
2.2.1 Nepřímé měření vektorového parametru bez podmínek . . . . .	23
2.2.2 Oblast spolehlivosti pro parametr $\Theta$ v modelu nepřímého měření vektorového parametru bez podmínek . . . . .	26
2.2.3 Neúplné měření vektorového parametru se systémem podmínek typu II . . . . .	28
2.3 Rozhodnutí o kvalitě modelu . . . . .	33
<b>3 Vlastní řešení</b>	<b>35</b>
3.1 Nepřímé měření Langevinovy funkce bez podmínek . . . . .	36
3.2 D-optimální návrh měření Langevinovy funkce . . . . .	38
3.3 Neúplné přímé měření Langevinovy funkce se systémem podmínek typu II - dle výsledků D-optimálního návrhu měření . . . . .	41
3.4 Nepřímé měření Brillouinovy funkce bez podmínek . . . . .	44
3.5 D-optimální návrh měření „nové“ funkce . . . . .	46
3.6 Neúplné přímé měření „nové“ funkce se systémem podmínek typu II - dle výsledků D-optimálního návrhu měření . . . . .	48
<b>4 Numerická studie</b>	<b>49</b>
4.1 Nepřímé měření Langevinovy funkce bez podmínek . . . . .	49

4.2	D-optimální návrh měření Langevinovy funkce . . . . .	50
4.3	Neúplné přímé měření Langevinovy funkce se systémem podmínek typu II - dle výsledků D-optimálního návrhu měření . . . . .	54
4.4	Nepřímé měření „nové“ funkce bez podmínek . . . . .	56
4.5	D-optimální návrh měření „nové“ funkce . . . . .	57
4.6	Neúplné přímé měření „nové“ funkce se systémem podmínek typu II - dle výsledků D-optimálního návrhu měření . . . . .	60
<b>5</b>	<b>Závěr</b>	<b>63</b>
	<b>Literatura</b>	<b>67</b>

## Seznam obrázků

1	Hysterezní smyčka a její významné body charakterizující zkoumaný magnetický materiál. . . . .	6
2	Hysterezní smyčka superparamagnetického nanomateriálu. . . . .	8
3	Aproximace naměřených dat Langevinovou funkcí před stanovením D-optimálního plánu měření. . . . .	50
4	Oblast spolehlivosti odhadu vektorového parametru Langevinovy funkce před stanovením D-optimálního plánu měření. . . . .	51
5	D-optimální návrh měření Langevinovy funkce. . . . .	52
6	Aproximace naměřených dat Langevinovou funkcí po stanovení D-optimálního plánu měření - model bez podmínky. . . . .	53
7	Oblast spolehlivosti odhadu vektorového parametru Langevinovy funkce po stanovení D-optimálního plánu měření. . . . .	54
8	Aproximace měřených dat Langevinovou funkcí po stanovení D-optimálního plánu měření - model se systémem podmínek. . . . .	55
9	Aproximace naměřených dat „novou“ funkcí před stanovením D-optimálního plánu měření. . . . .	56
10	Oblast spolehlivosti odhadu vektorového parametru „nové“ funkce před stanovením D-optimálního plánu měření. . . . .	57
11	D-optimální návrh měření „nové“ funkce. . . . .	58
12	Aproximace naměřených dat „novou“ funkcí v situaci po stanovení D-optimálního plánu měření - model bez podmínky. . . . .	59
13	Oblast spolehlivosti odhadu vektorového parametru „nové“ funkce po stanovení D-optimálního plánu měření. . . . .	60
14	Aproximace měřených dat „novou“ funkcí v situaci po stanovení D-optimálního plánu měření - model se systémem podmínek. . . . .	61
15	Aproximace etalonových dat Langevinovou a „novou“ funkcí. . . . .	64

# 1 Úvod

Všeobecně experimentem nazýváme organizovaný soubor činností, který umožňuje získat informaci o zkoumaném objektu prostřednictvím měření. Podle povahy zkoumaného objektu a podle použitých metod měření rozlišujeme experimenty fyzikální, chemické, biologické, ale i experimenty v technické a výrobní praxi. I přes rozmanitou povahu experimentů ve většině z nich existují společné zákonitosti, které můžeme matematicky formulovat.

Matematické metody se zde uplatňují nejen při tvorbě teoretického (matematického) modelu experimentu, ale i při tvorbě metod zpracování výsledků experimentu a při optimalizaci organizace experimentu. [15]

Úvodní charakteristika zcela vystihuje obsah práce, kterou nyní máte před sebou. Celá její podstata vznikla jako spontánní vyústění přátelské debaty s mým kolegou a dobrým přítelem panem Mgr. Jiřím Tučkem, Ph.D., který se zabývá výzkumem a analýzou magnetického chování „nanoobjektů“. V našem rozhovoru jsme narazili na problematiku nanomateriálů<sup>1</sup>, konkrétně na studium magnetického chování různých vzorků nanočástic z důvodu jejich budoucího využití v praxi. Odborníci z oblasti materiálového výzkumu již publikovali řadu studií řešících tuto otázku [4], [5] a [8]. Protože dosažené výsledky předchozího výzkumu nejsou postačující, rozhodli jsme se v této práci nastínit možnosti využití statistických metod, konkrétně teorie optimálního návrhu experimentu a teorii nelineárních regresních modelů, a přispět tak alespoň malým kouskem k poznání doposud ne zcela probádaného „nanosvěta“.

Magnetické materiály díky velkému aplikačnímu potenciálu vzbuzují značný zájem odborné veřejnosti. Podrobněji se touto problematikou zabývá [9], [14] a [16]. Ukazuje se totiž, že bude-li se zmenšovat velikost magnetického materiálu, začne pod svou určitou, pro daný materiál charakteristickou velikostí vykazovat zcela odlišné magnetické vlastnosti než jeho makroskopický protějšek. Proč

---

<sup>1</sup>Nanometr (značka nm) je jednotka délky a platí  $1\text{nm} = 10^{-9}\text{m}$ .

dochází k tomu, že v „nanosvětě“ dávají magnetické materiály zcela odlišné (většinou anomální) magnetické odezvy, které nejsou pozorovány u jejich makroskopických protějšků? Důvodem je skutečnost, že magnetické chování v „nanosvětě“ je již řízeno jinými fyzikálními zákony, než v „makrosvětě“. Ukazuje se, že magnetické vlastnosti nanomateriálů jsou ovlivněny dvěma faktory: tzv. povrchovými jevy a jevy spojenými s konečným rozměrem částic.

Povrchové jevy mají původ ve skutečnosti, že zmenšuje-li se velikost materiálu, více a více atomů se bude nacházet na jeho povrchu. Povrchové atomy se v důsledku chybějících sousedů chovají zcela odlišně od atomů sídlících uvnitř částice, jež jsou pevně svázány se svými okolními atomy. Je zřejmé, že čím větší bude zastoupení atomů na povrchu, tím více bude jejich anomální magnetické chování dominovat nad řádným chováním atomů v jádru částice.

Jevy spojené s konečným rozměrem částic vznikají v důsledku kvantových jevů, kdy se částice začne chovat jako „superatom“, tj. útvar sestávající se z několika stovek atomů, který navenek vykazuje zprůměrované chování všech atomů částice. V drtivé většině případů je pak možné pozorovat takové magnetické chování, které je velmi příznivé a přitažlivé pro jeho následnou aplikaci v praxi.

Z aplikačního hlediska jsou jedním z nejvýznamnějších druhů magnetických materiálů sloučeniny na bázi železa a oxidů železa. Jsou-li tyto sloučeniny navíc připraveny v nanometrovém rozměru lze je použít například jako kontrastní látky v nukleární magnetické rezonanci, jako pigmenty v záznamových médiích (např. harddisky) a především v medicínských aplikacích (oprava DNA kódů, cílená léčba rakoviny a nádorových onemocnění, označování nemocných buněk a tkání atd.).

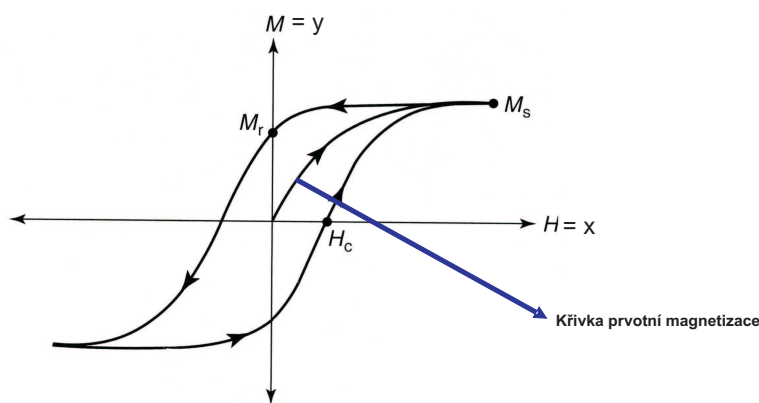
Rozlišují se dva přístupy jak je možné tyto nanočástice syntetizovat. Fyzikální, kdy se makroskopický materiál dělí na stále menší a menší díly, a chemický, jež různými chemickými reakcemi a za pomoci vnějších podmínek jednotlivé atomy spojuje. Výsledkem obou těchto přístupů jsou různé systémy magnetických nanočástic, lišící se především svým rozměrem. Jakmile je tento systém nanočástic



přípraven, je nutné zjistit jeho magnetické vlastnosti, na základě kterých se poté rozhoduje, zda-li tento nasyntetizovaný systém splňuje požadavky kladené danou aplikací.

Základní charakteristikou každého magnetického materiálu či nanomateriálu je magnetizace. Je to fyzikální veličina, která jednoznačně popisuje magnetický stav zkoumaného vzorku. Magnetizace materiálu nebo nanomateriálu se většinou měří buď při různé teplotě, ale při konstantním vnějším magnetickém poli, nebo při konstantní teplotě, ale s měnícím se vnějším magnetickým polem. Výstupem druhého zmíněného postupu měření je tzv. polní závislost magnetizace, která bývá obvykle označována jako hysterezní smyčka. Z hysterezní smyčky je možné stanovit několik parametrů, které jednoznačně charakterizují daný materiál. Na základě hodnot těchto parametrů lze poté jednoznačně rozhodnout, zda-li je materiál vyhovující pro požadavky dané aplikace či nikoliv.

Jak již bylo řečeno, pro získání hysterezní smyčky je nutné zachovat při jejím měření konstantní teplotu a měnit sílu vnějšího magnetického pole. Z matematického hlediska to znamená, že síla vnějšího magnetického pole je nezávisle proměnnou  $x$ , zatímco měřená magnetizace je závisle proměnnou  $y$ .



Obrázek 1: Hysterezní smyčka a její významné body charakterizující zkoumaný magnetický materiál.

Na obrázku 1 je názorně zobrazen průběh hysterezní smyčky. Bod  $M_s$  je tzv. bod saturační magnetizace, bod  $M_r$  je bodem remanentní magnetizace a bod  $H_c$  představuje tzv. koercitivní sílu. Pro tyto body jsou známé tabulkové hodnoty.

Nanometrové magnetické materiály vykazují jeden ze zvláštních fenoménů, který je právě stěžejní pro jejich praktické využití. Tento fyzikální jev se obecně nazývá superparamagnetismus<sup>2</sup> a jeho hysterezní smyčka prochází počátkem (obrázek 2).

Nachází-li se nanomateriál v superparamagnetickém stavu, lze pro jeho závislost magnetizace na vnějším magnetickém poli odvodit vztah ve tvaru

$$y = \Theta_1 \cdot \coth(\Theta_2 \cdot x) - \frac{\Theta_1}{\Theta_2 \cdot x}, \quad (1)$$

kde parametry  $\Theta_1$  a  $\Theta_2$  jsou fyzikální konstanty charakterizující jednoznačně zkoumaný nanomateriál. Funkce (1) bývá označována jako Langevinova funkce.

Mnohem zajímavější je ovšem skutečnost, že zmenší-li se rozměr nanočástic ještě níže (přibližně pod 5-10 nm), nemůže být již z fyzikální hlediska použita pro popis hysterezní smyčky superparamagnetického nanometrového materiálu funkce (1). V tomto případě je nutné přejít k funkci tvaru

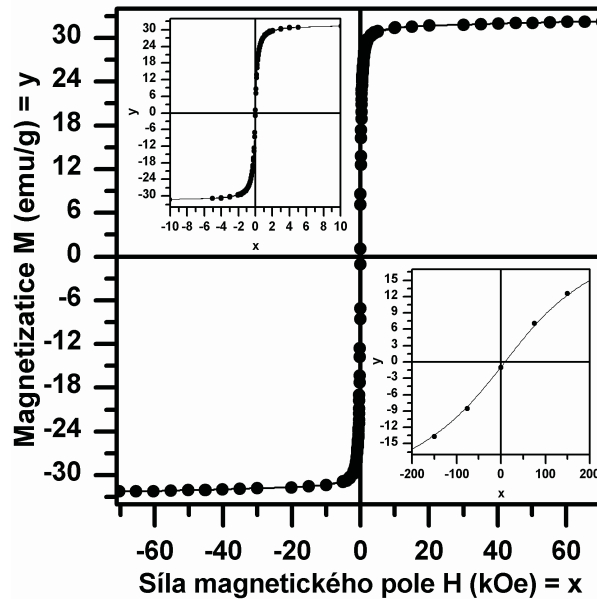
$$y = \Theta_1 \cdot \coth(\Theta_2 \cdot x) - \Theta_3 \cdot \coth(\Theta_4 \cdot x), \quad (2)$$

kde parametry  $\Theta_1$ ,  $\Theta_2$ ,  $\Theta_3$  a  $\Theta_4$  jsou opět fyzikální konstanty. Funkce (2) bývá označována jako Brillouinova funkce.

Nyní se již dostáváme k otázce, co bude úkolem naší práce? Pro ilustraci uvažujme situaci, kdy máme soubor nanočástic s průměrnou velikostí nanočástic 10 nm. Jaká funkce je vhodná pro proložení superparamagnetické hysterezní

---

<sup>2</sup>Superparamagnetismus je teplotně aktivovaný proces překlápění směru magnetizace nanočástice mezi energeticky příhodnými směry preferovanými tzv. magnetickou anizotropií nanočástice. Jedná se o relaxační jev charakterizovaný tzv. relaxačním časem  $\tau$ , který udává dobu, po kterou magnetizace nanočástice setrvá v jisté orientaci, po jejímž uplynutí dojde k překlápění do dalšího energeticky zvýhodněného směru.



Obrázek 2: Hysterezní smyčka superparamagnetického nanomateriálu.

smyčky? Semiklasická rovnice (1) nebo kvantově-mechanická rovnice (2)? Existuje například určitá velikost nanočástic, pod kterou je již nutné používat pouze kvantovou rovnici? Jsou některé experimentální body více statisticky významné než jiné? Na tyto otázky se v naší práci pokusíme najít jednoznačnou odpověď.

Naším cílem bude najít odhady neznámých parametrů obou funkcí pro data z fyzikálního experimentu. Odhad neznámých parametrů bychom mohli najít pomocí některých numerických algoritmů pro nelineární regresi, tímto přístupem se však v této práci zabývat nebudeme. K aproximaci dat danými funkcemi použijeme regresní modely, kdy nejprve nelineární funkce pomocí Taylorova rozvoje převedeme na lineární aproximace a poté odhadneme neznámé parametry. Dále se budeme zabývat návrhem optimálního plánu měření tak, aby přesnost odhadu neznámých parametrů obou funkcí byla co největší a samotné měření bylo co nejefektivnější.

Tato diplomová práce vznikla na základě spolupráce s Centrem pro výzkum a vývoj nanomateriálů (Nanocentrem) UP v Olomouci. Naše snaha o dosažení co

možná nejkvalitnějších výsledků je o to větší, neboť přesné určení neznámých parametrů předurčuje daný vzorek nanomateriálu k jeho budoucímu použití v praxi.

## Seznam použitých symbolů

$\mathbf{y}$	observační vektor
$\mathbf{Y}$	vektor "korekcí" observačního vektoru
$\boldsymbol{\beta}$	vektor přímo měřitelných parametrů
$\boldsymbol{\Theta}$	vektor cílových parametrů
$\hat{\boldsymbol{\Theta}}$	odhad vektorového parametru v modelu bez podmínky
$\hat{\hat{\boldsymbol{\Theta}}}$	odhad vektorového parametru v modelu se systémem podmínek typu II
$\mathbf{F}, \mathbf{X}$	matice plánu
$\sigma^2$	jednotková disperze
$\boldsymbol{\Lambda}^{-1}$	kovarianční matice observačního vektoru
$\boldsymbol{\Lambda}$	matice vah měření
$\boldsymbol{\Sigma}(\boldsymbol{\Theta})$	kovarianční matice parametru $\boldsymbol{\Theta}$
$\delta(\cdot)$	návrh (plán) experimentu
$\text{Sp}(\delta)$	suport návrhu experimentu
$\mathbf{M}(\delta)$	informační matice experimentu
$R^{k_1}$	$k_1$ -dimenzionální eukleidovský prostor
$k$	počet neznámých parametrů
$\chi_n^2(0)$	náhodná veličina s centrálním chí-kvadrát rozdělením a s počtem stupňů volnosti $n$
$\chi_k^2(0, 1 - \alpha)$	$(1 - \alpha)$ kvantil náhodné veličiny s centrálním chí-kvadrát rozdělením a s počtem stupňů volnosti $k$
$\mathbf{Y} \sim N_n(\boldsymbol{\mu}, \sigma^2 \mathbf{V})$	$n$ -rozměrný observační vektor $\mathbf{Y}$ , který má normální rozdělení pravděpodobnosti se střední hodnotou $\boldsymbol{\mu}$ a s kovarianční maticí $\sigma^2 \mathbf{V}$
$\mathbf{A} \leq_L \mathbf{B}$	Loevnerovská nerovnost matic $\mathbf{A}$ a $\mathbf{B}$

## 2 Pomocná tvrzení

Cílem této kapitoly není jen seznámit se s užívanými pojmy a tvrzeními, ale zároveň nastínit teorii statistického návrhu experimentu a teorii linearizovaných regresních modelů.

### 2.1 Návrh experimentu

Teorie optimálního navrhování experimentů je podrobně sepsána v publikaci [6], která tak představuje základní zdroj informací pro ostatní práce. Za nejvýznamější českou, resp. slovenskou monografií zabývající se touto problematikou je možné považovat [15]. Moderní přístup k této teorii a zároveň její ucelenou podobu pak nalezneme v [10].

Dříve než se pustíme do samotného experimentu, je důležité, abychom si ujasnili, co vlastně chceme získat. Především musíme stanovit tzv. cílové parametry neboli takové veličiny, jejichž hodnoty chceme pomocí uskutečněného experimentu získat. V případě, kdy známe přímo hodnoty měření těchto veličin, je naše úloha relativně snadná. V praxi však většinou nastává situace, kdy hodnoty tohoto přímého měření nemáme, a potom musíme mít k dispozici alespoň dostatečně velké množství jiných přímo měřitelných parametrů, jenž jsou s cílovými parametry svázány funkčním vztahem, který je nám známý.

Vektor cílových parametrů budeme značit symbolem  $\Theta$ , přičemž jej uvažujeme jako  $k$ -rozměrný. Naopak vektor hodnot přímo měřitelných parametrů značíme symbolem  $\beta$  a ten uvažujeme jako  $r$ -rozměrný.

Z uvedených předpokladů plyne, že  $\mathbf{f}(\cdot) : R^r \rightarrow R^k$ , kde  $\mathbf{f}(\cdot) = (f_1(\cdot), \dots, f_r(\cdot))'$ . Tuto situaci v její linearizované podobě můžeme popsat následovně

$$\beta = \beta^0 + \mathbf{F} (\Theta - \Theta^0) = \beta^0 + \begin{pmatrix} \mathbf{f}'_1 \\ \vdots \\ \mathbf{f}'_r \end{pmatrix} (\Theta - \Theta^0), \quad (3)$$

kde  $\mathbf{F}$  je známá matice plánu, která vyjadřuje lineární nebo linearizovaný vztah mezi přímo měřitelnými parametry  $\beta$  a cílovými parametry  $\Theta$ . Tuto matici získáme užitím parciálních derivací prvního řádu, kdy derivujeme známou funkci v počátečním bodě  $\Theta^0$  podle neznámých parametrů, tj.

$$\{\mathbf{F}\}_i = \frac{\partial f_i(x_i, \Theta^0)}{\partial \Theta'} = \left( \frac{\partial f_i(x_i, \Theta^0)}{\partial \Theta_1}, \dots, \frac{\partial f_i(x_i, \Theta^0)}{\partial \Theta_k} \right), i = 1, \dots, r. \quad (4)$$

Situaci, v níž každý přímo měřitelný parametr měříme právě jedenkrát, popisuje následující stochastický model:

$$\mathbf{Y} \sim_r (\mathbf{F}\Theta, \sigma^2 \mathbf{\Lambda}^{-1}), \quad (5)$$

kde  $\mathbf{Y}$  je  $r$ -rozměrný náhodný vektor, jehož realizací získáme naměřená data,  $\mathbf{F}$  je  $(r \times k)$  rozměrná matice plánu a  $\sigma^2 \mathbf{\Lambda}^{-1}$  je diagonální varianční matice vektoru  $\mathbf{Y}$ . Z této matice následně vytvoříme diagonální matici vah jednotlivých měření, tedy  $\mathbf{\Lambda} = \text{Diag}(\lambda_1, \dots, \lambda_r)$ , přičemž váha  $i$ -tého měření odpovídá převrácené hodnotě disperze  $\text{Var}(Y_i)$ .

Optimální návrh experimentu nám dává odpověď na otázku, kolikrát a který přímo měřitelný parametr bychom měli změřit tak, abychom dosáhli optimálního výsledku. Tím myslíme takový výsledek zpracování, jenž bude respektovat předem stanovená kritéria, která označujeme jako kritéria optimality. Než se však budeme konkrétními kritérii optimality pro návrh experimentu zabývat, je třeba si nyní zadefinovat základní pojmy a tvrzení.

**Definice 2.1.** *Množinu*

$$E = \{e_1, \dots, e_r\} \quad (6)$$

*identifikačních znaků přímo měřitelných parametrů nazýváme množinou experimentálních bodů.*

**Definice 2.2.** *Funkci*

$$\delta : \{e_1, e_2, \dots, e_r\} \rightarrow \langle 0, 1 \rangle,$$

pro kterou platí

$$\delta(i) = \delta(e_i) \geq 0, \quad i = 1, 2, \dots, r \quad \text{a} \quad \sum_{i=1}^r \delta(i) = 1, \quad (7)$$

budeme nazývat plán (návrh) experimentu.

Číslo  $\delta(i)$  přitom udává relativní počet replikací  $i$ -té složky přímo měřitelného vektoru.

**Definice 2.3.** *Suport (nosič) návrhu experimentu definujeme jako*

$$Sp(\delta) = \{e_i : \delta(e_i) > 0, e_i \in E\} \quad (8)$$

a obsahuje těch  $n$  ( $n \leq r$ ) identifikačních znaků množiny experimentálních bodů  $E$ , jimž plán  $\delta$  přiřadil nenulovou hodnotu.

**Definice 2.4.** *Informační maticí experimentu při návrhu  $\delta$  nazveme maticí*

$$\mathbf{M}(\delta) = \sum_{i \in Sp(\delta)} \delta(i) \lambda_i \mathbf{f}_i \mathbf{f}_i', \quad (9)$$

kde  $\mathbf{f}_i' = \mathbf{f}(e_i)'$ ,  $i = 1, \dots, r$  je  $i$ -tý řádek matice  $\mathbf{F}$ .

**Poznámka 2.1.** *Proky  $e_i$  z množiny  $Sp(\delta)$  nám určují, že měření v  $i$ -tém bodě opakujeme  $r_i$ -krát. Platí  $r_i = \delta(i)N$ , kde  $N$  je celkový počet všech měření.*

**Věta 2.1.** *Nechť je dána realizace měření dle plánu experimentu uvedeného v předchozí poznámce. Pak nejlepší nestranný lineární odhad parametru (BLUE)  $\Theta$  při respektování plánu  $\delta$  získáme jako*

$$\widehat{\Theta}(\mathbf{Y}_\delta) = (\mathbf{F}'_\delta \mathbf{\Lambda}_\delta \mathbf{F}_\delta)^{-1} \mathbf{F}'_\delta \mathbf{\Lambda}_\delta \bar{\mathbf{Y}}_\delta, \quad (10)$$

kdy  $\mathbf{F}_\delta$  je tvořena těmi řádky  $\mathbf{f}_i'$ ,  $i = 1, \dots, r$ , pro které  $e_i \in Sp(\delta)$  — tyto řádky označíme indexy  $i_1, \dots, i_n$ .

Obdobně matici  $\mathbf{\Lambda}_\delta$  vytvoříme z matice  $\mathbf{\Lambda}$  vynecháním řádků a sloupců s indexy,



kteřím plán  $\delta$  přiřadil nulovou hodnotu, tedy

$$\mathbf{\Lambda}_\delta = \begin{pmatrix} \lambda_{i_1} r(i_1) & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & \ddots & & \vdots \\ \vdots & & \ddots & 0 \\ 0 & \cdots & 0 & \lambda_{i_n} r(i_n) \end{pmatrix}. \quad (11)$$

Pak kovarianční matice odhadu (10) je

$$\text{Var}(\widehat{\Theta}(\mathbf{Y}_\delta), N) = \frac{\sigma^2}{N} \mathbf{M}^{-1}(\delta). \quad (12)$$

**Důkaz:** Odvození vztahu pro získání BLUE parametru  $\widehat{\Theta}$  dokážeme v následující kapitole. Na tomto místě pouze objasníme tvar kovarianční matice, aby byla zřetelně vidět její spojitost s maticí informační.

$$\begin{aligned} \text{Var}(\widehat{\Theta}(\mathbf{Y}_\delta)) &= (\mathbf{F}'_\delta \mathbf{\Lambda}_\delta \mathbf{F}_\delta)^{-1} \mathbf{F}'_\delta \mathbf{\Lambda}_\delta \sigma^2 \mathbf{\Lambda}_\delta^{-1} \mathbf{\Lambda}_\delta \mathbf{F}_\delta (\mathbf{F}'_\delta \mathbf{\Lambda}_\delta \mathbf{F}_\delta)^{-1} = \\ &= \sigma^2 (\mathbf{F}'_\delta \mathbf{\Lambda}_\delta \mathbf{F}_\delta)^{-1} = \\ &= \sigma^2 \left[ \mathbf{F}'_\delta \begin{pmatrix} \lambda_{i_1} r(i_1) & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & \ddots & & \vdots \\ \vdots & & \ddots & 0 \\ 0 & \cdots & 0 & \lambda_{i_n} r(i_n) \end{pmatrix} \mathbf{F}_\delta \right]^{-1} = \\ &= \sigma^2 \left[ \mathbf{F}'_\delta \begin{pmatrix} \lambda_{i_1} N \delta(i_1) & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & \ddots & & \vdots \\ \vdots & & \ddots & 0 \\ 0 & \cdots & 0 & \lambda_{i_n} N \delta(i_n) \end{pmatrix} \mathbf{F}_\delta \right]^{-1} = \\ &= \frac{\sigma^2}{N} \left[ (\mathbf{f}_{i_1}, \dots, \mathbf{f}_{i_n}) \begin{pmatrix} \lambda_{i_1} \delta(i_1) & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & \ddots & & \vdots \\ \vdots & & \ddots & 0 \\ 0 & \cdots & 0 & \lambda_{i_n} \delta(i_n) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{f}'_{i_1} \\ \vdots \\ \mathbf{f}'_{i_n} \end{pmatrix} \right]^{-1} = \\ &= \frac{\sigma^2}{N} \left( \sum_{j=1}^n \Lambda_{i_j} \delta(i_j) \mathbf{f}_{i_j} \mathbf{f}'_{i_j} \right)^{-1} = \frac{\sigma^2}{N} [\mathbf{M}(\delta)]^{-1}. \end{aligned}$$

■

Nyní jsme si zavedli pojmy, které jsou potřebné pro naši další práci. V další sekci si uvedeme konkrétní kritéria optimality.

### 2.1.1 Kritéria optimality

Kritéria kladená na daný experiment mohou být konstruována různě a to především v závislosti na konkrétních požadavcích experimentátora. Většinou však vznikají konvexní kombinací následujících obecně známých a nejčastěji užívaných kritérií optimality. Jsou jimi

- D-optimality;
- A-optimality;
- L-optimality;
- restringovaná D-optimality;
- restringovaná A-optimality.

**Definice 2.5.** *Třidu všech návrhů  $\delta$  takových, že  $\mathbf{M}(\delta)$  je pozitivně definitní, označíme  $\Delta_{reg}$ . Návrh  $\delta_D^* \in \Delta_{reg}$  je D-optimální, když*

$$\det(\mathbf{M}^{-1}(\delta_D^*)) = \min \{ \det(\mathbf{M}^{-1}(\delta)), \delta \in \Delta_{reg} \}. \quad (13)$$

*Jedná se tedy o minimalizaci determinantu inverze informační matice.*

**Definice 2.6.** *Návrh  $\delta_A^* \in \Delta_{reg}$  je A-optimální, když*

$$\text{Tr}(\mathbf{M}^{-1}(\delta_A^*)) = \min \{ \text{Tr}(\mathbf{M}^{-1}(\delta)), \delta \in \Delta_{reg} \}. \quad (14)$$

*V tomto případě jde o minimalizaci stopy inverze informační matice.*

**Definice 2.7.** *Návrh  $\delta_L^* \in \Delta_{reg}$  je L-optimální, když*

$$L(\mathbf{M}^{-1}(\delta_L^*)) = \min \{ L(\mathbf{M}^{-1}(\delta)), \delta \in \Delta_{reg} \}. \quad (15)$$

*Zde  $L(\cdot) : S_k \rightarrow R^1$  je lineární a pozitivní funkcionál definovaný na prostoru  $S_k$  symetrických matic typu  $k \times k$ , kde*

1.  $\forall \{\mathbf{A}, \mathbf{B} \in S_k\} : L(\mathbf{A} + \mathbf{B}) = L(\mathbf{A}) + L(\mathbf{B});$
2.  $\forall \{a \in \mathbb{R}^1\} \forall \{\mathbf{A} \in S_k\} : L(a\mathbf{A}) = aL(\mathbf{A});$
3.  $\forall \{\mathbf{A} \in S_k : \mathbf{A} \text{ je p.d.}\} : L(\mathbf{A}) > 0.$

Nyní jde o minimalizaci lineárního a pozitivního funkcionálu inverze informační matice.

**Definice 2.8.** Návrh  $\delta_{D_r}^* \in \Delta_{reg}$  je restringovaně D-optimální, když

$$\det(\mathbf{M}^{1,1}(\delta_{D_r}^*)) = \min \{ \det(\mathbf{M}^{1,1}(\delta)), \delta \in \Delta_{reg} \}, \quad (16)$$

kde  $\mathbf{M}^{1,1}(\delta)$  je definována vztahem

$$\mathbf{M}_\delta^{-1} = \begin{pmatrix} \mathbf{M}^{1,1}(\delta), & \mathbf{M}^{1,2}(\delta) \\ \mathbf{M}^{2,1}(\delta), & \mathbf{M}^{2,2}(\delta) \end{pmatrix}.$$

Jedná se o minimalizaci vybraného diagonálního subdeterminantu inverze informační matice.

**Definice 2.9.** Návrh  $\delta_{A_r}^* \in \Delta_{reg}$  je restringovaně A-optimální, když

$$\text{Tr}(\mathbf{M}^{1,1}(\delta_{A_r}^*)) = \min \{ \text{Tr}(\mathbf{M}^{1,1}(\delta)), \delta \in \Delta_{reg} \}. \quad (17)$$

Zde je vektorový parametr  $\Theta$  vyjádřen ve formě

$$\begin{pmatrix} \Theta_1 \\ \Theta_2 \end{pmatrix},$$

kde  $\Theta_1$  je  $k_1$ -rozměrný užitečný subvektor a  $\Theta_2$  je  $k_2$ -rozměrný rušivý subvektor,  $k = k_1 + k_2$ . Jde o minimalizaci součtu vybraných diagonálních prvků inverze informační matice.

Pro naši práci je nejdůležitějším kritériem D-optimality. Důvodem je skutečnost, že právě toto kritérium optimality zaručuje minimální objem konfidenčního elipsoidu sestrojeného kolem hodnot odhadů neznámého parametru  $\Theta$ , tedy dochází

k minimalizaci kovarianční matice odhadu  $\widehat{\Theta}$ . V praxi to tedy znamená, že díky této vlastnosti D-optimálního návrhu můžeme získat přesnější odhady neznámých parametrů. Neboť právě tohle je naším stěžejním úkolem, budeme se tímto typem kritéria optimálního návrhu zabývat podrobněji.

**Věta 2.2.** *Následující tvrzení jsou ekvivalentní:*

(a) *Návrh  $\delta_D^*$  je D-optimální.*

$$(b) \max \{ \lambda_i \mathbf{f}'_i \mathbf{M}^{-1}(\delta_D^*) \mathbf{f}_i : i = 1, \dots, r \} = \\ = \min \{ \max \{ \lambda_j \mathbf{f}'_j \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_j : j = 1, \dots, r \} : \delta \in \Delta_{reg} \}.$$

(c)  $\max \{ \lambda_i \mathbf{f}'_i \mathbf{M}^{-1}(\delta_D^*) \mathbf{f}_i : i = 1, \dots, r \} = k.$

**Důkaz:** Předpokládejme, že platí (a). Potom pro funkci zadanou vztahem  $\varphi(\alpha) = \ln \det[(1 - \alpha)\mathbf{M}(\delta_D^*) + \alpha\mathbf{M}]$ ,  $\alpha \in [0,1]$ , musí nabývat v bodě  $\alpha = 0$  maximum. Pro každou informační matici  $\mathbf{M}$  tedy platí

$$\begin{aligned} \frac{\partial \varphi(\alpha)}{\partial \alpha} \Big|_{\alpha=0} &= \lim_{\alpha \rightarrow 0} \text{Tr} \{ [(1 - \alpha)\mathbf{M}(\delta_D^*) + \alpha\mathbf{M}]^{-1} [-\mathbf{M}(\delta_D^*) + \mathbf{M}] \} = \\ &= \text{Tr} \{ \mathbf{M}^{-1}(\delta_D^*) [\mathbf{M} - \mathbf{M}(\delta_D^*)] \} = \\ &= \text{Tr}[\mathbf{M}^{-1}(\delta_D^*)\mathbf{M}] - \text{Tr}(\mathbf{I}) = \\ &= \text{Tr} \left[ \mathbf{M}^{-1}(\delta_D^*) \sum_{i=1}^r \delta(i) \lambda_i \mathbf{f}_i \mathbf{f}'_i \right] - k = \\ &= \sum_{i=1}^r \delta(i) \lambda_i \mathbf{f}'_i \mathbf{M}^{-1}(\delta_D^*) \mathbf{f}_i - k \leq 0. \end{aligned}$$

Pokud matici  $\mathbf{M}$  zvolíme ve tvaru  $\lambda_i \mathbf{f}_i \mathbf{f}'_i$ , tzn.  $\delta(i) = 1$  a  $\delta(j) = 0$  pro  $j \neq i$ , potom má D-optimální plán tuto vlastnost

$$\forall i = 1, \dots, r : \lambda_i \mathbf{f}'_i \mathbf{M}^{-1}(\delta_D^*) \mathbf{f}_i \leq k.$$

Pro libovolný plán  $\delta$  platí rovnost

$$k = \text{Tr}(\mathbf{I}) = \text{Tr} \left[ \mathbf{M}^{-1}(\delta) \sum_{i=1}^r \delta(i) \lambda_i \mathbf{f}_i \mathbf{f}'_i \right] = \sum_{i=1}^r \delta(i) \lambda_i \mathbf{f}'_i \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_i,$$

pak

$$\max \{ \lambda_i \mathbf{f}'_i \mathbf{M}(\delta) \mathbf{f}_i : i = 1, \dots, r \} \geq k$$

a musí platit rovnost (b).

Nyní dokážeme sporem, že z (b) plyne (a). Užijeme symbol  $\delta^*$ , jímž označíme návrh s následující vlastností:

$$\begin{aligned} & \max \{ \lambda_i \mathbf{f}'_i \mathbf{M}^{-1}(\delta^*) \mathbf{f}_i : i = 1, \dots, r \} = \\ & = \min \{ \max \{ \lambda_j \mathbf{f}'_j \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_j : j = 1, \dots, r \} : \delta \in \Delta_{\text{reg}} \} \end{aligned}$$

a současně předpokládáme, že  $\delta_D^* \neq \delta^*$ . Protože projekt  $\delta^*$  kriteriální funkci ( $\Phi(\mathbf{M}) = \ln \det(\mathbf{M})$ ) nemaximalizuje, pak musí existovat takový projekt  $\delta_0$ , že

$$\frac{d}{d\alpha} \ln \det [(1 - \alpha)\mathbf{M}(\delta^*) + \alpha\mathbf{M}(\delta_0)]_{\alpha=0} = \text{Tr} [\mathbf{M}^{-1}(\delta^*)\mathbf{M}(\delta_0)] - k > 0.$$

Zároveň ale platí, že

$$\begin{aligned} & \text{Tr} \left[ \sum_{i=1, \dots, r} \delta_0(i) \lambda_i \mathbf{f}'_i \mathbf{M}^{-1}(\delta^*) \right] - k = \\ & = \sum_{i=1, \dots, r} \delta_0(i) \lambda_i \mathbf{f}'_i \mathbf{M}^{-1}(\delta^*) \mathbf{f}_i - k \leq \sum_{i=1, \dots, r} \delta_0(i) k - k = 0. \end{aligned}$$

což je spor a tedy (a)  $\Leftrightarrow$  (b).

Ekvivalence (b)  $\Leftrightarrow$  (c) již z předchozích úvah vyplývá. ■

### 2.1.2 Iterační určení D-optimálního návrhu měření

V této sekci podrobně popíšeme konstrukci iteračního algoritmu, díky kterému nalezneme D-optimální návrh měření. Nejdříve však na tomto místě musíme zadefinovat některá pomocná lemma tak, aby samotná konstrukce iteračního algoritmu byla jasná a srozumitelná.

**Lemma 2.1.** *Pro libovolný plán  $\delta \in \Delta_{\text{reg}}$ , libovolné  $i \in \{1, \dots, r\}$  a libovolné  $\alpha \in (0, 1)$  platí*

$$\begin{aligned} & \det [(1 - \alpha)\mathbf{M}(\delta) + \alpha \lambda_i \mathbf{f}'_i \mathbf{f}_i] = \\ & = (1 - \alpha)^k \left\{ 1 + \left[ \frac{\alpha}{1 - \alpha} \right] \lambda_i \mathbf{f}'_i \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_i \right\} \det [\mathbf{M}(\delta)]. \end{aligned} \quad (18)$$

**Důkaz:**

$$\begin{aligned}
\det [(1 - \alpha)\mathbf{M}(\delta) + \alpha\lambda_i\mathbf{f}_i\mathbf{f}'_i] &= \det \begin{pmatrix} (1 - \alpha)\mathbf{M}(\delta) & \sqrt{\alpha\lambda_i}\mathbf{f}_i \\ -\sqrt{\alpha\lambda_i}\mathbf{f}'_i & 1 \end{pmatrix} = \\
&= \det [(1 - \alpha)\mathbf{M}(\delta)] \det \left\{ 1 + \sqrt{\alpha\lambda_i}\mathbf{f}'_i [(1 - \alpha)\mathbf{M}(\delta)]^{-1} \sqrt{\alpha\lambda_i}\mathbf{f}_i \right\} = \\
&= (1 - \alpha)^k \det [\mathbf{M}(\delta)] \left\{ 1 + \left[ \alpha\lambda_i\mathbf{f}'_i \frac{1}{1 - \alpha} \mathbf{M}^{-1}(\delta)\mathbf{f}_i \right] \right\} = \\
&= (1 - \alpha)^k \left\{ 1 + \left[ \frac{\alpha}{1 - \alpha} \right] \lambda_i\mathbf{f}'_i\mathbf{M}^{-1}(\delta)\mathbf{f}_i \right\} \det [\mathbf{M}(\delta)].
\end{aligned}$$

■

**Lemma 2.2.** *Nechť  $\delta \in \Delta_{reg}$  a  $\delta \neq \delta_D^*$ . Potom*

$$\begin{aligned}
\max \{ \det [(1 - \alpha)\mathbf{M}(\delta) + \alpha\lambda_i\mathbf{f}_i\mathbf{f}'_i] : \alpha \in (0, 1), i = 1, \dots, r \} &= \\
= \left( \frac{\lambda_{i^*}\mathbf{f}'_{i^*}\mathbf{M}^{-1}(\delta)\mathbf{f}_{i^*}}{k} \right)^k \left( \frac{k - 1}{\lambda_{i^*}\mathbf{f}'_{i^*}\mathbf{M}^{-1}(\delta)\mathbf{f}_{i^*}} \right)^{k-1} \det [\mathbf{M}(\delta)], & \quad (19)
\end{aligned}$$

kde pro  $i^*$  platí

$$\lambda_{i^*}\mathbf{f}'_{i^*}\mathbf{M}^{-1}(\delta)\mathbf{f}_{i^*} = \max \{ \lambda_i\mathbf{f}'_i\mathbf{M}^{-1}(\delta)\mathbf{f}_i : i = 1, \dots, r \}.$$

**Důkaz:** V předchozím lemmatu jsme dokázali, že  $\det [(1 - \alpha)\mathbf{M}(\delta) + \alpha\lambda_i\mathbf{f}_i\mathbf{f}'_i]$  je rostoucí funkcí veličiny  $\lambda_i\mathbf{f}'_i\mathbf{M}^{-1}(\delta)\mathbf{f}_i$ . Této skutečnosti využijeme, neboť nyní stačí nalézt takovou hodnotu  $\alpha$ , při které je daného maxima dosaženo. Nejdříve musíme nalézt bod extrému, tj.

$$\begin{aligned}
\frac{\partial}{\partial \alpha} \ln \det [(1 - \alpha)\mathbf{M}(\delta) + \alpha\lambda_i\mathbf{f}_i\mathbf{f}'_i] &= \\
= \frac{\partial}{\partial \alpha} \left\{ k \ln(1 - \alpha) + \ln \left\{ 1 + \left[ \frac{\alpha}{1 - \alpha} \right] \lambda_i\mathbf{f}'_i\mathbf{M}^{-1}(\delta)\mathbf{f}_i \right\} + \ln [\mathbf{M}(\delta)] \right\} &= \\
= -\frac{k}{1 - \alpha} + \frac{1}{1 - \alpha} \frac{\lambda_i\mathbf{f}'_i\mathbf{M}^{-1}(\delta)\mathbf{f}_i}{1 - \alpha + \alpha\lambda_i\mathbf{f}'_i\mathbf{M}^{-1}(\delta)\mathbf{f}_i} &= 0
\end{aligned}$$

a dostaneme

$$\alpha^* = \frac{\lambda_{i^*}\mathbf{f}'_{i^*}\mathbf{M}^{-1}(\delta)\mathbf{f}_{i^*} - k}{[\lambda_{i^*}\mathbf{f}'_{i^*}\mathbf{M}^{-1}(\delta)\mathbf{f}_{i^*} - 1]k}.$$

Protože je v předpokladu věty uvedeno, že plán  $\delta$  není  $D$ -optimální, pak musí platit

$$\lambda_{i^*} \mathbf{f}'_{i^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_{i^*} - k > 0$$

a tedy  $\alpha^* > 0$ . Nyní výraz  $\alpha^*$  dosadíme do vztahu (18). Tedy

$$\begin{aligned} & \left[ \frac{\lambda_{i^*} \mathbf{f}'_{i^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_{i^*} (k-1)}{k(\lambda_{i^*} \mathbf{f}'_{i^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_{i^*} - 1)} \right]^k \left\{ 1 + \left[ \frac{\frac{\lambda_{i^*} \mathbf{f}'_{i^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_{i^*} - k}{\lambda_{i^*} \mathbf{f}'_{i^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_{i^*} - 1} k}{\frac{\lambda_{i^*} \mathbf{f}'_{i^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_{i^*} (k-1)}{k(\lambda_{i^*} \mathbf{f}'_{i^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_{i^*} - 1)}} \right] \lambda_{i^*} \mathbf{f}'_{i^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_{i^*} \right\} \det [\mathbf{M}(\delta)] = \\ & = \left[ \frac{\lambda_{i^*} \mathbf{f}'_{i^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_{i^*} (k-1)}{k(\lambda_{i^*} \mathbf{f}'_{i^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_{i^*} - 1)} \right]^k \left[ 1 + \frac{\lambda_{i^*} \mathbf{f}'_{i^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_{i^*} - k}{k-1} \right] \det [\mathbf{M}(\delta)] = \\ & = \left( \frac{\lambda_{i^*} \mathbf{f}'_{i^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_{i^*}}{k} \right)^k \left( \frac{k-1}{\lambda_{i^*} \mathbf{f}'_{i^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_{i^*}} \right)^{k-1} \det [\mathbf{M}(\delta)]. \end{aligned}$$

■

Nyní již můžeme přejít k samotné konstrukci iteračního algoritmu.

**Věta 2.3.** *Nechť pro posloupnost návrhů  $\delta_1, \delta_2, \dots$ , platí*

$$\delta_{s+1} = (1 - \alpha_{s+1}^*) \delta_s + \alpha_{s+1}^* \lambda_{i_{s+1}^*} \mathbf{f}_{i_{s+1}^*} \mathbf{f}'_{i_{s+1}^*}, \quad (20)$$

kde  $i_{s+1}^*$  určíme z rovnice

$$\lambda_{i_{s+1}^*} \mathbf{f}'_{i_{s+1}^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta_s) \mathbf{f}_{i_{s+1}^*} = \max \{ \lambda_i \mathbf{f}'_i \mathbf{M}^{-1}(\delta_s) \mathbf{f}_i : i = 1, \dots, r \} \quad (21)$$

a  $\alpha_{s+1}^*$  určíme z rovnice

$$\alpha_{s+1}^* = \frac{\lambda_{i_{s+1}^*} \mathbf{f}'_{i_{s+1}^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta_s) \mathbf{f}_{i_{s+1}^*} - k}{[\lambda_{i_{s+1}^*} \mathbf{f}'_{i_{s+1}^*} \mathbf{M}^{-1}(\delta_s) \mathbf{f}_{i_{s+1}^*} - 1] - k}. \quad (22)$$

Nechť  $\delta_i \neq \delta_D^*$ ,  $i = 1, 2, \dots$ , pak

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \det [\mathbf{M}(\delta_s)] = \det [\mathbf{M}(\delta_D^*)]. \quad (23)$$

**Důkaz:** Dle předpokladu  $\delta_1 \neq \delta_D^*$ . V předchozím lemmatu jsme dokázali, že platí

$$\det [\mathbf{M}(\delta_1)] < \det [\mathbf{M}(\delta_2)] \leq \dots \leq \lim_{s \rightarrow \infty} \det [\mathbf{M}(\delta_s)].$$

Důkaz provedeme sporem. Předpokládejme, že  $\det [\mathbf{M}(\delta_1)] \neq \lim_{s \rightarrow \infty} \det [\mathbf{M}(\delta_s)]$ . Z důvodu konvergence dané posloupnosti musí pro dostatečně velké  $s$  platit

$$|\det [\mathbf{M}(\delta_{s+1})] - \det [\mathbf{M}(\delta_s)]| \leq \eta,$$

kde  $\eta$  je libovolně malé, kladné číslo. S využitím znalostí z předchozího lemmatu nyní můžeme tuto nerovnost zapsat ve tvaru

$$\left[ \left( \frac{\omega + k}{k} \right)^k \left( \frac{k-1}{\omega + (k-1)} \right)^{k-1} - 1 \right] \det [\mathbf{M}(\delta_s)] \leq \eta,$$

kde  $\omega = \lambda_{i_{s+1}}^* \mathbf{f}'_{i_{s+1}} \mathbf{M}^{-1}(\delta_s) \mathbf{f}_{i_{s+1}}^* - k$ .

Nerovnost můžeme dále přepsat jako

$$\Psi(\omega) = \left( \frac{\omega + k}{k} \right)^k \left( \frac{k-1}{\omega + (k-1)} \right)^{k-1} < 1 + \frac{\eta}{\det [\mathbf{M}(\delta_s)]},$$

přičemž funkce  $\Psi(\cdot)$  je rostoucí pro  $\omega > 0$ . Pokud tedy zvolíme libovolně malé kladné číslo  $\Delta$ , pak je možné nalézt číslo  $\omega$  takové, že

$$\lambda_{i_{s+1}}^* \mathbf{f}'_{i_{s+1}} \mathbf{M}^{-1}(\delta_s) \mathbf{f}_{i_{s+1}}^* - k = \omega \leq \Delta,$$

a poté můžeme nalézt tak velké  $\bar{s}$ , že pro  $s \geq \bar{s}$  platí

$$\lambda_{i_{s+1}}^* \mathbf{f}'_{i_{s+1}} \mathbf{M}^{-1}(\delta_s) \mathbf{f}_{i_{s+1}}^* - k < \Delta.$$

Zároveň však pro libovolné  $s$  platí

$$\lambda_{i_{s+1}}^* \mathbf{f}'_{i_{s+1}} \mathbf{M}^{-1}(\delta_s) \mathbf{f}_{i_{s+1}}^* - k > 0,$$

protože plán  $\delta_s$  je podle předpokladu různý od  $\delta_D^*$ .

Tady předpoklad  $\lim_{n \rightarrow \infty} \det [\mathbf{M}(\delta_s)] \neq \det [\mathbf{M}(\delta_D^*)]$  vede ke sporu. ■

Výše popsaný iterační algoritmus, který vede k nalezení D-optimálního návrhu měření, bychom mohli využít i pro nalezení jiného optimálního plánu měření v závislosti na zvoleném kritériu optimality. Princip konstrukce tohoto iteračního algoritmu je pro všechna známá kritéria optimality stejný. Rozdíl nastává pouze



v metodice nalezení indexu  $i_{s+1}^*$ , tedy prvku z množiny experimentálních bodů. Jak bylo uvedeno, v případě D-optimálního návrhu měření tento index nalezneme ze vztahu (21). Metodiky nalezení tohoto indexu pro jiná kritéria optimality uvádět nebudeme, protože nejsou pro naši práci důležitá.

### 2.1.3 Pravidla pro zastavení iteračního procesu

V předchozí sekci jsme ukázali, že s počtem iterací se návrh měření vylepšuje a díky tomu je zaručena konvergence k optimálnímu návrhu. Mnohdy však nastávají situace, kdy je iterační proces výpočetně náročný a zdoluhavý. V těchto případech je vhodné použít pravidlo pro zastavení iterací a předejít tak zbytečnému provádění dalších iterací. Toto pravidlo má své užití i v případě, kdy nepotřebujeme, aby iterační proces dokonvergoval, a postačí nám jakési vyhovující přiblížení k optimálnímu plánu. Takovéto přiblížení stanovíme pomocí dostatečně malého a kladného čísla  $\epsilon$ .

Pravidlo pro zastavení iterací má v případě D-optimálního plánu měření tuto konkrétní podobu.

**Definice 2.10.** *Iterační proces zastavíme při takovém posledním návrhu  $\delta_p$ , pro který platí*

$$\max \left\{ \frac{1}{k} \lambda_i \mathbf{f}_i' \mathbf{M}^{-1}(\delta_p) \mathbf{f}_i : i = 1, \dots, r \right\} < 1 + \epsilon. \quad (24)$$

Zcela ucelenou teorii optimálního navrhování experimentu nelze touto prací obsáhnout, avšak pro námi studovanou problematiku je tento přehled postačující. Nyní tedy přejdeme k teorii nelineárních regresních modelů.

## 2.2 Linearizované regresní modely

Oblastí teorie regresních modelů se zabývalo a v současnosti rovněž zabývá mnoho autorů. K nejvýznamějším dílům patří práce manželů Kubáčkových [10], [11], [12] a taktéž práce autorů na ně navazujících [7] a [17]. Při tvorbě byly rovněž využity

některé partie z publikace zabývající se obecně matematickou statistikou [1]. Každé provedené měření je opodstatněné nějakým důvodem. Experimentátor provádí měření z různých příčin. Může to být například možnost následně odhadnout parametry střední hodnoty daného vektoru měření (tzv. parametry 1. řádu), možnost odhadnout parametry kovarianční matice daného měřeného vektoru (tzv. parametry 2. řádu) nebo nějaký jiný důvod. Důvodem provedení fyzikálního experimentu, o kterém pojednává tato diplomová práce, bylo odhadnout neznámé parametry známé funkce, které jednoznačně charakterizují daný nanomateriál. Protože se jedná o nelineární funkci, kterou je však možné zlinearizovat, využijeme k řešení této problematiky teorie lineárních regresních modelů. Konkrétně se budeme zabývat modelem nepřímého měření vektorového parametru bez podmínek a modelem neúplného přímého měření vektorového parametru se systémem podmínek typu II. Následně popíšeme teorii konstrukce oblastí spolehlivosti pro neznámé parametry.

### 2.2.1 Nepřímé měření vektorového parametru bez podmínek

Tento model je v jistém slova smyslu univerzální, neboť je možné odvodit z něj jakýkoliv jiný typ lineárního regresního modelu. Reprezentuje bohatou třídu situací, jejíž součástí je i náš popisovaný případ. V konkrétní podobě se jedná o situaci, kdy experimentátor potřebuje znát hodnoty neznámých parametrů, které nelze přímo měřit, avšak je možné tyto neznámé hodnoty odhadnout z měření jiných údajů, které jsou ve známém funkčním vztahu s neznámými parametry.

**Definice 2.11.** *Model ve tvaru  $\mathbf{y} \sim_n [\mathbf{f}(\Theta), \Sigma]$ , kde  $\Theta \in \nu \subset R^k$  je vektor nepřímo měřitelných parametrů,  $\nu \subset R^k$  je parametrický prostor,  $R^k$  je  $k$ -dimenzionální eukleidovský prostor,  $\mathbf{f} : \nu \rightarrow R^n$  je známá funkce, která má spojité druhé derivace, a  $\Sigma$  je známá pozitivně definitní matice, nazveme nelineárním modelem bez podmínek.*

Jestliže je  $\Theta^0$  známý vektor (počáteční řešení), pak provedeme aproximaci daného

nelineárního modelu rozvojem do Taylorovy řady v bodě  $\Theta^0$ , kde zanedbáme členy druhého a vyššího řádu. Tedy

$$\mathbf{f}(\Theta) = \mathbf{f}_0 + \mathbf{F}\delta\Theta + \dots, \quad (25)$$

kde

$$\begin{aligned} \mathbf{f}_0 &= \mathbf{f}(\Theta^0), \\ \mathbf{F} &= \left. \frac{\partial \mathbf{f}(\Theta)}{\partial \Theta'} \right|_{\Theta = \Theta^0}. \end{aligned}$$

Tímto získáme z obecného modelu  $\mathbf{y} \sim_n [\mathbf{f}(\Theta), \Sigma]$  model linearizovaný v podobě

$$\mathbf{y} \sim_n [\mathbf{f}_0 + \mathbf{F}\delta\Theta, \Sigma], \quad (26)$$

kde  $\delta\Theta = \Theta - \Theta^0$ .

**Definice 2.12.** *Nechť je dán model tvaru  $\mathbf{Y} \sim_n (\mathbf{F}\Theta, \Sigma)$  kde  $\Theta$  reprezentuje  $k$ -dimenzionální nepřímě měřitelný vektorový parametr a  $\Sigma$  je známá pozitivně definitní matice. Tento model nazveme model nepřímého měření vektorového parametru bez podmínek. Jestliže je navíc hodnota matice*

$$h(\mathbf{F}) = k < n$$

*a  $\Sigma$  je pozitivně definitní, pak model nazýváme regulárním.*

Dále budeme uvažovat pouze regulární modely. Potom můžeme vyslovit následující větu.

**Věta 2.4.** *Nejlepší lineární nestranný odhad vektorového parametru  $\Theta$ , (tzv. BLUE), obdržíme jako*

$$\hat{\Theta} = (\mathbf{F}'\Sigma^{-1}\mathbf{F})^{-1}\mathbf{F}'\Sigma^{-1}\mathbf{Y}. \quad (27)$$

**Důkaz:** Vztah odvodíme pomocí metody nejmenších čtverců, kdy hledáme minimum kvadratické formy

$$\begin{aligned}\phi(\Theta) &= (\mathbf{Y} - \mathbf{F}\Theta)' \Sigma^{-1} (\mathbf{Y} - \mathbf{F}\Theta) = \\ &= \mathbf{Y}' \Sigma^{-1} \mathbf{Y} - 2\Theta' \mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{Y} + \Theta' \mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F} \Theta.\end{aligned}$$

Nalezneme tedy nulový bod

$$\frac{\partial \phi(\Theta)}{\partial \Theta'} = 2\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F} \Theta - 2\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{Y} = \mathbf{0},$$

získáme soustavu normálních rovnic pro parametr  $\Theta$ ,

$$2\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F} \Theta - 2\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{Y} = \mathbf{0},$$

tuto soustavu upravíme na

$$\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F} \Theta = \mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{Y}$$

a obdržíme výsledný vztah pro odhad parametru  $\hat{\Theta}$ , tj.

$$\hat{\Theta} = (\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F})^{-1} \mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{Y}.$$

Aby odhad byl nestranný, musí platit

$$\begin{aligned}E(\hat{\Theta}) &= \Theta, \text{ tedy} \\ (\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F})^{-1} \mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F} \Theta &= \Theta, \text{ a potom} \\ \Theta &= \Theta.\end{aligned}$$

Že se jedná o nejlepší odhad, plyne z následující skutečnosti

$$\begin{aligned}0 &\leq_L \text{Var} [(\mathbf{T}' - (\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F})^{-1} \mathbf{F}' \Sigma^{-1}) \mathbf{Y}] = \\ &= [\mathbf{T}' - (\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F})^{-1} \mathbf{F}' \Sigma^{-1}] \Sigma [\mathbf{T} - \Sigma^{-1} \mathbf{F} (\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F})^{-1}] = \\ &= \mathbf{T}' \Sigma \mathbf{T} - (\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F})^{-1} \mathbf{F}' \mathbf{T} - \mathbf{T}' \mathbf{F} (\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F})^{-1} + \\ &+ (\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F})^{-1} (\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F}) (\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F})^{-1} \\ &= \mathbf{T}' \Sigma \mathbf{T} - (\mathbf{F}' \Sigma^{-1} \mathbf{F})^{-1},\end{aligned}$$

pokud platí

$$\mathbf{T}'\mathbf{F} = \mathbf{I},$$

a tedy  $\text{Var}(\tilde{\Theta}) - \text{Var}(\hat{\Theta})$  je pozitivně semidefinitní pro každý jiný nestranný lineární odhad  $\tilde{\Theta}$ . ■

**Věta 2.5.** *Odhad parametru  $\hat{\Theta}$  má kovarianční matici tvaru*

$$\text{Var}(\hat{\Theta}) = (\mathbf{F}'\Sigma^{-1}\mathbf{F})^{-1}. \quad (28)$$

**Důkaz:**

$$\begin{aligned} \text{Var}(\hat{\Theta}) &= (\mathbf{F}'\Sigma^{-1}\mathbf{F})^{-1}\mathbf{F}'\Sigma^{-1}\text{Var}(\mathbf{Y})\Sigma^{-1}\mathbf{F}(\mathbf{F}'\Sigma^{-1}\mathbf{F})^{-1} = \\ &= (\mathbf{F}'\Sigma^{-1}\mathbf{F})^{-1}\mathbf{F}'\Sigma^{-1}\Sigma\Sigma^{-1}\mathbf{F}(\mathbf{F}'\Sigma^{-1}\mathbf{F})^{-1} = \\ &= (\mathbf{F}'\Sigma^{-1}\mathbf{F})^{-1}. \end{aligned}$$

■

### 2.2.2 Oblast spolehlivosti pro parametr $\Theta$ v modelu nepřímého měření vektorového parametru bez podmínek

V předchozí sekci jsme ukázali, jak získáme nejlepší nestranný odhad  $\hat{\Theta}$ , který je reprezentován  $k$ -rozměrným náhodným vektorem. S touto problematikou je úzce spjata teorie zabývající se určováním přesnosti a spolehlivosti odhadnuté hodnoty. Nyní popíšeme postup nalezení takové oblasti  $\epsilon(\Theta)$  s náhodnými hranicemi v  $R^k$ , která pokrývá neznámé  $\Theta = (\Theta_1, \dots, \Theta_k)'$  s danou spolehlivostí  $(1 - \alpha)$ .

Nejdříve uvedeme pomocné lemma, tzv. Pearsonovo lemma.

**Lemma 2.3.** *Nechť  $\mathbf{Y} \sim N_n(\boldsymbol{\mu}, \sigma^2\mathbf{V})$ , potom platí*

$$\frac{1}{\sigma^2}(\mathbf{Y} - \boldsymbol{\mu})'\mathbf{V}^{-1}(\mathbf{Y} - \boldsymbol{\mu}) \sim \chi_n^2(0),$$

což zapíšeme jako

$$(\mathbf{Y} - \boldsymbol{\mu})'\mathbf{V}^{-1}(\mathbf{Y} - \boldsymbol{\mu}) \sim \sigma^2\chi_n^2(0). \quad (29)$$

**Důkaz:** Víme, že rozměr matice  $\mathbf{V}$  je  $(n \times n)$  a matice je pozitivně definitní.

Pak lze psát

$$\mathbf{V}^{-1} = \mathbf{V}^{-\frac{1}{2}} \cdot \mathbf{V}^{-\frac{1}{2}}$$

a

$$\mathbf{Z} = \mathbf{V}^{-\frac{1}{2}}(\mathbf{Y} - \boldsymbol{\mu}).$$

Potom

$$E(\mathbf{Z}) = \mathbf{V}^{-\frac{1}{2}}E(\mathbf{Y} - \boldsymbol{\mu}) = 0,$$

$$\text{Var}(\mathbf{Z}) = \mathbf{V}^{-\frac{1}{2}}\text{Var}(\mathbf{Y} - \boldsymbol{\mu})\mathbf{V}^{-\frac{1}{2}} = \sigma^2\mathbf{I}.$$

Tedy  $\mathbf{Z} \sim N_n(0, \sigma^2\mathbf{I})$  a pro marginální rozdělení platí  $Z_j \sim N_1(0, \sigma^2)$  pro  $j = 1, \dots, n$ , tzn.  $\frac{Z_j}{\sigma} \sim N_1(0, 1)$  pro  $j = 1, \dots, n$ .

Z toho dále plyne

$$\frac{1}{\sigma^2}(\mathbf{Y} - \boldsymbol{\mu})'\mathbf{V}^{-1}(\mathbf{Y} - \boldsymbol{\mu}) = \frac{1}{\sigma^2} \sum_1^n \left(\frac{Z_j}{\sigma}\right)^2 \sim \chi_n^2(0).$$

■

**Věta 2.6.** *Nechť je dán model ve tvaru  $\mathbf{Y} \sim_n (\mathbf{F}\boldsymbol{\Theta}, \sigma^2\mathbf{V})$  a nechť má observační vektor  $\mathbf{Y}$  normální rozdělení pravděpodobnosti. Potom v případě, kdy známe hodnotu parametru  $\sigma^2$ , má  $(1 - \alpha)$ -konfidenční elipsoid pro parametr  $\boldsymbol{\Theta}$  tvar*

$$\epsilon(\boldsymbol{\Theta}) = \left\{ \mathbf{u} \in R^k : (\mathbf{u} - \widehat{\boldsymbol{\Theta}})'\mathbf{F}'\mathbf{V}^{-1}\mathbf{F}(\mathbf{u} - \widehat{\boldsymbol{\Theta}}) \leq \sigma^2\chi_k^2(0, 1 - \alpha) \right\}. \quad (30)$$

**Důkaz:** Zřejmě platí  $\widehat{\boldsymbol{\Theta}} \sim N_k(\boldsymbol{\Theta}, \sigma^2(\mathbf{F}'\mathbf{V}^{-1}\mathbf{F})^{-1})$  a podle předpokladu je matice  $(\mathbf{F}'\mathbf{V}^{-1}\mathbf{F})$  regulární. Nyní použijeme Pearsonovo lemma a pro  $\widehat{\boldsymbol{\Theta}}$  dostáváme

$$(\widehat{\boldsymbol{\Theta}} - \boldsymbol{\Theta})'\mathbf{F}'\mathbf{V}^{-1}\mathbf{F}(\widehat{\boldsymbol{\Theta}} - \boldsymbol{\Theta}) \sim \sigma^2\chi_k^2(0).$$

Pak

$$P \left[ (\widehat{\boldsymbol{\Theta}} - \boldsymbol{\Theta})'\mathbf{F}'\mathbf{V}^{-1}\mathbf{F}(\widehat{\boldsymbol{\Theta}} - \boldsymbol{\Theta}) \leq \sigma^2\chi_{k,1-\alpha}^2 \right] = 1 - \alpha$$

a pro  $k$ -rozměrný elipsoid dostáváme

$$\epsilon(\boldsymbol{\Theta}) = \left\{ \mathbf{u} \in R^k : (\mathbf{u} - \widehat{\boldsymbol{\Theta}})'\mathbf{F}'\mathbf{V}^{-1}\mathbf{F}(\mathbf{u} - \widehat{\boldsymbol{\Theta}}) \leq \sigma^2\chi_k^2(0, 1 - \alpha) \right\}.$$

■

### 2.2.3 Neúplné měření vektorového parametru se systémem podmínek typu II

S modelem tohoto typu se můžeme v praxi setkat poměrně často. Jedná se o situaci, kdy experimentátor může přímo nebo nepřímo změřit pouze určitý subvektor cílových parametrů, avšak v podmínkách na celý vektorový parametr je obsažen i neměřený subvektor parametrů. V tomto případě je výhodné použít právě model s podmínkou typu II.

**Definice 2.13.** *Nechť je dán model ve tvaru  $\mathbf{y} \sim_n [\mathbf{f}(\boldsymbol{\beta}), \boldsymbol{\Sigma}]$ , kde  $\boldsymbol{\beta} \in \nu \subset R^{k_1}$  je vektor měřitelných parametrů,  $\nu \subset R^{k_1}$  je parametrický prostor,  $R^{k_1}$  je  $k_1$ -dimenzionální eukleidovský prostor a  $\mathbf{f} : \nu \rightarrow R^n$  je známá funkce, která má spojité druhé derivace. Dále nechť  $\boldsymbol{\Sigma}$  je známá pozitivně definitní matice. Tento model nazveme nelineárním modelem s podmínkami typu II, jestliže navíc pro parametry 1. řádu  $(\boldsymbol{\beta}, \boldsymbol{\Theta})'$  zavedeme podmínky typu II ve tvaru*

$$\nu_{\text{II}} = \left\{ \begin{pmatrix} \boldsymbol{\beta} \\ \boldsymbol{\Theta} \end{pmatrix} : \mathbf{h}(\boldsymbol{\beta}, \boldsymbol{\Theta}) = \mathbf{0} \right\}, \quad (31)$$

kde  $\boldsymbol{\Theta} \in \mu \subset R^{k_2}$  je vektor parametrů, které se vyskytují pouze v podmínce a které potřebujeme znát, a  $\mathbf{h}(\cdot)$  je známá  $q$ -dimenzionální vektorová funkce se spojitými druhými derivacemi.

Abychom s modelem mohli dále pracovat a využít znalosti známých postupů z teorie lineárních modelů, provedeme nyní aproximaci tohoto nelineárního modelu. Budeme-li předpokládat, že  $\boldsymbol{\beta}^0$  a  $\boldsymbol{\Theta}^0$  jsou známé vektory (počáteční řešení), pak můžeme tento model rozvinout do Taylorovy řady v bodě  $\boldsymbol{\beta}^0$ , přičemž zanedbáme členy druhého a vyššího řádu. Taylorův rozvoj funkce  $\mathbf{f}(\boldsymbol{\beta})$  je následující

$$\mathbf{f}(\boldsymbol{\beta}) = \mathbf{f}_0 + \mathbf{F}\delta\boldsymbol{\beta} + \dots, \quad (32)$$

kde

$$\begin{aligned}\mathbf{f}_0 &= \mathbf{f}(\boldsymbol{\beta}^0), \\ \mathbf{F} &= \left. \frac{\partial \mathbf{f}(\boldsymbol{\beta})}{\partial \boldsymbol{\beta}'} \right|_{\boldsymbol{\beta}=\boldsymbol{\beta}^0},\end{aligned}$$

přičemž  $\delta\boldsymbol{\beta} = \boldsymbol{\beta} - \boldsymbol{\beta}^0$ . Taylorův rozvoj je třeba provést také pro podmínky typu II, kdy dostaneme pro funkci  $\mathbf{h}(\boldsymbol{\beta}, \boldsymbol{\Theta})$  v bodě  $(\boldsymbol{\beta}^0, \boldsymbol{\Theta}^0)'$  následující vztahy

$$\mathbf{h}(\boldsymbol{\beta}, \boldsymbol{\Theta}) = \mathbf{h}_0 + \mathbf{H}_1\delta\boldsymbol{\beta} + \mathbf{H}_2\delta\boldsymbol{\Theta} + \dots \quad (33)$$

kde

$$\begin{aligned}\mathbf{h}_0 &= \mathbf{h}(\boldsymbol{\beta}^0), \\ \mathbf{H}_1 &= \left. \frac{\partial \mathbf{h}(\boldsymbol{\beta}, \boldsymbol{\Theta})}{\partial \boldsymbol{\beta}} \right|_{\boldsymbol{\beta}=\boldsymbol{\beta}^0, \boldsymbol{\Theta}=\boldsymbol{\Theta}^0}, \\ \mathbf{H}_2 &= \left. \frac{\partial \mathbf{h}(\boldsymbol{\beta}, \boldsymbol{\Theta})}{\partial \boldsymbol{\Theta}} \right|_{\boldsymbol{\beta}=\boldsymbol{\beta}^0, \boldsymbol{\Theta}=\boldsymbol{\Theta}^0}\end{aligned}$$

a  $\delta\boldsymbol{\Theta} = \boldsymbol{\Theta} - \boldsymbol{\Theta}^0$ . Namísto obecného modelu  $\mathbf{y} \sim_n [\mathbf{f}(\boldsymbol{\beta}), \boldsymbol{\Sigma}]$  s podmínkami ve tvaru (31) nyní dostáváme linearizovaný model

$$\mathbf{y} \sim_n [\mathbf{f}_0 + \mathbf{F}\delta\boldsymbol{\beta}, \boldsymbol{\Sigma}] \quad (34)$$

s linearizovanými podmínkami tvaru  $\mathbf{h}_0 + \mathbf{H}_1\delta\boldsymbol{\beta} + \mathbf{H}_2\delta\boldsymbol{\Theta} = \mathbf{0}$ .

Nyní již můžeme přejít ke konkrétnímu popisu modelu neúplného přímého měření vektorového parametru se systémem podmínek typu II.

**Definice 2.14.** *Nechť je dán model tvaru  $\mathbf{Y} \sim (\mathbf{I}\boldsymbol{\beta}, \boldsymbol{\Sigma})$  s podmínkou*

$$\begin{pmatrix} \boldsymbol{\beta} \\ \boldsymbol{\Theta} \end{pmatrix} \in \left\{ \begin{pmatrix} \mathbf{u} \\ \mathbf{v} \end{pmatrix} \in R^{k_1+k_2} : \mathbf{b} + \mathbf{B}\mathbf{u} + \mathbf{G}\mathbf{v} = \mathbf{0} \right\}, \quad (35)$$

kde  $\boldsymbol{\beta}$  představuje  $k_1$ -dimenzionální přímo měřitelný vektorový parametr,  $\boldsymbol{\Theta}$  reprezentuje  $k_2$ -dimenzionální parametr, který se vyskytuje pouze v podmínce a  $\boldsymbol{\Sigma}$  je známá pozitivně definitní matice.  $\mathbf{B}$  je  $(q \times k_1)$ -rozměrná matice a  $\mathbf{G}$  je



$(q \times k_2)$ -rozměrná matice. Tento model nazveme model neúplného přímého měření vektorového parametru se systémem podmínek typu II.

Jestliže navíc  $h(\mathbf{B}_{(q,k_1)}, \mathbf{G}_{(q,k_2)}) = q < k_1 + k_2$ ,  $h(\mathbf{G}) = k_2 < q$  a  $\Sigma$  je pozitivně definitní, potom model nazýváme regulárním.

Dále budeme opět uvažovat pouze regulární modely a potom můžeme vyslovit tuto větu.

**Věta 2.7.** Nejlepší lineární nestranný odhad, tedy BLUE vektorového parametru

$\begin{pmatrix} \beta \\ \Theta \end{pmatrix}$  získáme jako

$$\widehat{\beta} = \hat{\beta} - \Sigma \mathbf{B}' [\mathbf{T}^{-1} - \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G} (\mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G})^{-1} \mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1}] (\mathbf{b} + \mathbf{B} \hat{\beta}), \quad (36)$$

$$\widehat{\Theta} = -(\mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G})^{-1} \mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} (\mathbf{b} + \mathbf{B} \hat{\beta}), \quad (37)$$

kde  $\mathbf{T} = \mathbf{B} \Sigma \mathbf{B}' + \mathbf{G} \mathbf{G}'$  a  $\hat{\beta} = \mathbf{Y}$  ( $\hat{\beta}$  je odhad nerespektující podmínku týkající se parametrů  $\beta$  a  $\Theta$ ).

**Důkaz:** Uvedené vztahy odvodíme pomocí metody nejmenších čtverců, když nejprve sestavíme Lagrangeovu funkci pro odhad parametrů  $\beta$  a  $\Theta$ . Hledáme tedy minimum následující kvadratické formy

$$\begin{aligned} \phi(\beta, \Theta) &= (\mathbf{Y} - \beta)' \Sigma^{-1} (\mathbf{Y} - \beta) - 2\lambda (\mathbf{b} + \mathbf{B}\beta + \mathbf{G}\Theta) = \\ &= \mathbf{Y}' \Sigma^{-1} \mathbf{Y} - 2\beta' \Sigma^{-1} \mathbf{Y} + \beta' \Sigma^{-1} \beta - 2\lambda (\mathbf{b} + \mathbf{B}\beta + \mathbf{G}\Theta). \end{aligned}$$

Nalezneme nulový bod, tj.

$$\begin{aligned} \frac{\partial \phi(\beta, \Theta)}{\partial \beta'} &= -2\Sigma^{-1} \mathbf{Y} + 2\Sigma^{-1} \beta - 2\mathbf{B}' \lambda = \mathbf{0}, \\ \frac{\partial \phi(\beta, \Theta)}{\partial \Theta'} &= -2\mathbf{G}' \lambda = \mathbf{0}. \end{aligned}$$

Získáváme soustavu normálních rovnic pro parametr  $\beta$ ,

$$-2\Sigma^{-1} \mathbf{Y} + 2\Sigma^{-1} \beta - 2\mathbf{B}' \lambda = \mathbf{0},$$

kterou upravíme na

$$\Sigma^{-1}\beta = \Sigma^{-1}\mathbf{Y} + \mathbf{B}'\lambda$$

a následně vyjádříme odhad parametru  $\hat{\hat{\beta}}$

$$\hat{\hat{\beta}} = \mathbf{Y} + \Sigma\mathbf{B}'\lambda = \hat{\beta} + \Sigma\mathbf{B}'\lambda.$$

$\hat{\hat{\beta}}$  nyní dosadíme do podmínky  $\mathbf{b} + \mathbf{B}\hat{\hat{\beta}} + \mathbf{G}\hat{\hat{\Theta}} = \mathbf{0}$  a dostaneme

$$\mathbf{b} + \mathbf{B}\hat{\beta} + \mathbf{B}\Sigma\mathbf{B}'\lambda + \mathbf{G}\hat{\hat{\Theta}} = \mathbf{0}.$$

Tuto rovnici upravíme, použijeme vztah pro nulový bod a dostaneme tak soustavu rovnic, ze které odvodíme vztahy pro odhad parametru  $\hat{\hat{\Theta}}$  a vektoru Lagrangeových multiplikátorů, tj.

$$\begin{aligned} \mathbf{B}\Sigma\mathbf{B}'\lambda + \mathbf{G}\hat{\hat{\Theta}} &= -(\mathbf{b} + \mathbf{B}\hat{\beta}), \\ \mathbf{G}'\lambda &= \mathbf{0}. \end{aligned}$$

Tuto soustavu nyní přepíšeme do tvaru

$$\begin{pmatrix} \mathbf{B}\Sigma\mathbf{B}' & \mathbf{G} \\ \mathbf{G}' & \mathbf{0} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \lambda \\ \hat{\hat{\Theta}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -(\mathbf{b} + \mathbf{B}\hat{\beta}) \\ \mathbf{0} \end{pmatrix}$$

a aplikací Pandora - Box matice [[7], str. 341] obdržíme následující řešení

$$\begin{pmatrix} \lambda \\ \hat{\hat{\Theta}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \mathbf{T}^{-1} - \mathbf{T}^{-1}\mathbf{G}(\mathbf{G}'\mathbf{T}^{-1}\mathbf{G})^{-1}\mathbf{G}'\mathbf{T}^{-1}, & \mathbf{T}^{-1}\mathbf{G}(\mathbf{G}'\mathbf{T}^{-1}\mathbf{G})^{-1} \\ (\mathbf{G}'\mathbf{T}^{-1}\mathbf{G})^{-1}\mathbf{G}'\mathbf{T}^{-1}, & -(\mathbf{G}'\mathbf{T}^{-1}\mathbf{G})^{-1} + \mathbf{I} \end{pmatrix} \times \\ \times \begin{pmatrix} -(\mathbf{b} + \mathbf{B}\hat{\beta}) \\ \mathbf{0} \end{pmatrix},$$

kde

$$\mathbf{T} = \mathbf{B}\Sigma\mathbf{B}' + \mathbf{G}\mathbf{G}'.$$

Pak pro vektor Lagrangeových multiplikátorů platí

$$\lambda = -[\mathbf{T}^{-1} - \mathbf{T}^{-1}\mathbf{G}(\mathbf{G}'\mathbf{T}^{-1}\mathbf{G})^{-1}\mathbf{G}'\mathbf{T}^{-1}] (\mathbf{b} + \mathbf{B}\hat{\beta})$$

a dosazením do výše uvedené rovnice získáme vztah pro odhad parametru  $\widehat{\beta}$ , tj.

$$\begin{aligned}\widehat{\beta} &= \widehat{\beta} + \Sigma \mathbf{B}' \left\{ - [\mathbf{T}^{-1} - \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G} (\mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1})] (\mathbf{b} + \mathbf{B} \widehat{\beta}) \right\} \\ &= \mathbf{Y} - \Sigma \mathbf{B}' [\mathbf{T}^{-1} - \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G} (\mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G})^{-1} \mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1}] (\mathbf{b} + \mathbf{B} \widehat{\beta}).\end{aligned}$$

Z uvedené soustavy také získáme vztah pro odhad parametru  $\widehat{\Theta}$ , tj.

$$\widehat{\Theta} = -(\mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G})^{-1} \mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} (\mathbf{b} + \mathbf{B} \widehat{\beta}).$$

Fakt, že jsou tyto odhady nestranné a nejlepší by se dokázal obdobným způsobem jako v případě modelu bez podmínky. ■

**Věta 2.8.** *Kovarianční matice odhadu  $\widehat{\beta}$  je tvaru*

$$\text{Var}(\widehat{\beta}) = \Sigma - \Sigma \mathbf{B}' (\mathbf{M}_{\mathbf{G}} \mathbf{B} \Sigma \mathbf{B}' \mathbf{M}_{\mathbf{G}})^+ \mathbf{B} \Sigma \quad (38)$$

a kovarianční matice odhadu  $\widehat{\Theta}$  má podobu

$$\text{Var}(\widehat{\Theta}) = (\mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G})^{-1} - \mathbf{I}. \quad (39)$$

**Důkaz:** Jestliže máme odhad parametru  $\widehat{\beta}$  ve tvaru (36) pak  $\text{Var}(\widehat{\beta})$  získáme následujícím způsobem,

$$\begin{aligned}\text{Var}(\widehat{\beta}) &= \{ \mathbf{I} - \Sigma \mathbf{B}' [\mathbf{T}^{-1} - \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G} (\mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G})^{-1} \mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1}] \mathbf{B} \} \text{Var}\{\widehat{\beta}\} \times \\ &\quad \times \{ \mathbf{I} - \mathbf{B}' [\mathbf{T}^{-1} - \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G} (\mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G})^{-1} \mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1}] \mathbf{B} \Sigma \} = \\ &= \{ \Sigma - \Sigma \mathbf{B}' [\mathbf{T}^{-1} - \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G} (\mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G})^{-1} \mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1}] \mathbf{B} \Sigma \}.\end{aligned}$$

Dále využijeme vztahy

$$\mathbf{T}^{-1} - \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G} (\mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G})^{-1} \mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} = (\mathbf{M}_{\mathbf{G}} \mathbf{T} \mathbf{M}_{\mathbf{G}})^+$$

a tedy

$$\begin{aligned}&\Sigma - \Sigma \mathbf{B}' [\mathbf{T}^{-1} - \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G} (\mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G})^{-1} \mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1}] \mathbf{B} \Sigma = \\ &= \Sigma - \Sigma \mathbf{B}' (\mathbf{M}_{\mathbf{G}} \mathbf{T} \mathbf{M}_{\mathbf{G}})^+ \mathbf{B} \Sigma = \\ &= \Sigma - \Sigma \mathbf{B}' (\mathbf{M}_{\mathbf{G}} \mathbf{B} \Sigma \mathbf{B}' \mathbf{M}_{\mathbf{G}})^+ \mathbf{B} \Sigma.\end{aligned}$$

Obdobně postupujeme i v případě získání  $\text{Var}(\widehat{\Theta})$  odhadu parametru  $\widehat{\Theta}$  daného ve tvaru (37), tedy

$$\begin{aligned}
\text{Var}(\widehat{\Theta}) &= -(\mathbf{G}'\mathbf{T}^{-1}\mathbf{G})^{-1}\mathbf{G}\mathbf{T}^{-1}\mathbf{B}\text{Var}\{\widehat{\beta}\}\left(-\mathbf{B}'\mathbf{T}^{-1}\mathbf{G}(\mathbf{G}'\mathbf{T}^{-1}\mathbf{G})^{-1}\right) = \\
&= (\mathbf{G}'\mathbf{T}^{-1}\mathbf{G})^{-1}\mathbf{G}\mathbf{T}^{-1}(\mathbf{B}\Sigma\mathbf{B}')\mathbf{T}^{-1}\mathbf{G}(\mathbf{G}'\mathbf{T}^{-1}\mathbf{G})^{-1} = \\
&= (\mathbf{G}'\mathbf{T}^{-1}\mathbf{G})^{-1}\mathbf{G}\mathbf{T}^{-1}(\mathbf{T} - \mathbf{G}\mathbf{G}')\mathbf{T}^{-1}\mathbf{G}(\mathbf{G}'\mathbf{T}^{-1}\mathbf{G})^{-1} = \\
&= (\mathbf{G}'\mathbf{T}^{-1}\mathbf{G})^{-1} - \mathbf{I}.
\end{aligned}$$

■

V literatuře [10] jsou odvozeny i jiné vztahy pro získání odhadů  $\widehat{\beta}$ ,  $\widehat{\Theta}$ , a stejně tak  $\text{Var}(\widehat{\beta})$  a  $\text{Var}(\widehat{\Theta})$ . Tyto vztahy jsou však numericky obtížnější zpracovatelné a proto se jimi zde již nebudeme zabývat.

### 2.3 Rozhodnutí o kvalitě modelu

Rozhodnutí o kvalitě modelu vychází z dobře známých vztahů, které jsou uvedeny v mnoha monografiích. V této práci jsme čerpali především z publikací [1] a [2].

V úvodu této práce jsme se snažili poukázat na to, co je naším hlavním cílem a jakou problematiku se budeme snažit objasnit. Stěžejním cílem této práce není jen optimalizovat návrh měření a následně získat odhady neznámých parametrů, ale také učinit rozhodnutí o vhodnosti použití uvedených funkčních předpisů (1) a (2) pro aproximaci naměřených dat. Doposud jsme v teoretické části uvedli koncepci konstrukce optimálního návrhu měření a poté získání odhadů neznámých parametrů s využitím teorie lineárních regresních modelů. Nyní se tedy zaměříme na posouzení vhodnosti daných funkčních předpisů.

Protože tyto dané funkční předpisy mají odlišný počet neznámých (a tedy odhadovaných) parametrů, použijeme jako kritérium srovnání tzv. reziduální součet

čtverců. Ten je definovaný jako

$$S = \sum_{i=1}^n (y_{\delta_i} - \widehat{y}_{\delta_i})^2, \quad (40)$$

kde  $y_{\delta_i}$  a  $\widehat{y}_{\delta_i}$  jsou pozorované, resp. vyrovnané hodnoty závisle proměnné  $\mathbf{Y}_\delta$ . Podle tohoto kritéria je vhodnější ten model, pro nějž nabývá tato statistika nižší hodnoty.

Jak je známo, počet regresních parametrů významně ovlivňuje výslednou hodnotu  $S$ . Proto se jako vhodnější pro srovnání jeví použití tzv. reziduálního rozptylu, který je definovaný následujícím vztahem:

$$s_e^2 = \frac{S}{n - p}, \quad (41)$$

kde  $n$  je počet uskutečněných měření a  $p$  je počet regresních parametrů.

Jako další kritérium pro srovnání modelů a tedy následné rozhodnutí o vhodnosti konkrétních funkčních předpisů jsme použili tzv. index determinace, jenž je definovaný vztahem

$$I^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (\widehat{y}_{\delta_i} - y_{\delta_i})^2}{\sum_{i=1}^n (y_{\delta_i} - \overline{y}_{\delta_i})^2} \quad (42)$$

a který nabývá hodnot z intervalu  $\langle 0, 1 \rangle$ .

### 3 Vlastní řešení

V této kapitole se zaměříme na vlastní řešení předloženého problému. Z Nanocentra UP v Olomouci nám byla poskytnuta data z měření nanočástic gama formy oxidu železitého  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , jejichž střední rozměr nabývá hodnoty přibližně 15 nm a nelze tedy jednoznačně stnovit, zda je k jejich aproximaci vhodnější použít funkci (1) nebo (2). Množina experimentálních bodů byla tvořena 150 body, jenž byly vybrány z intervalu  $-70000 \text{ Oe}^3$  až  $70000 \text{ Oe}$ , kdy v každém bodě byla provedena tři měření. Měli jsme k dispozici tedy 450 hodnot, přičemž v každém bodě jsme z daných tří měření vypočetli průměrnou hodnotu.

Protože úkolem této práce bylo učinit rozhodnutí o tom, zda je vhodnější konkrétní data aproximovat funkcí (1) či (2), museli jsme vždy uvedené postupy provést pro obě dvě funkce, abychom získané výsledky mohli v závěru práce porovnat a toto rozhodnutí učinit. Funkčnost navrženého přístupu jsme ověřili na etalonových vzorcích a dosažené výsledky uvádíme v závěru této práce.

Nejprve jsme pro obě funkce sestavili linearizované regresní modely, konkrétně model nepřímého měření vektorového parametru bez podmínek. Pro volbu tohoto modelu jsme se rozhodli z několika důvodů. Tím hlavním byla možnost linearizace obou funkcí, která je pro tyto modely stěžejním předpokladem. Dále jsme potřebovali odhadnout neznámé parametry obou funkcí a to i s hodnotou variance těchto odhadů, což tyto modely poskytují. V neposlední řadě jsme také potřebovali získat počáteční řešení pro následující výpočty.

Protože mnohdy není potřebné provádět měření ve všech experimentálních bodech, pokračovali jsme sestavením D-optimálního plánu měření pro Langevinovu i Brillouinovu funkci, abychom našli body významné pro měření. Důvod volby právě této kriteriální funkce jsme vysvětlili v kapitole (2.1.1).

Na základě dosažených výsledků jsme znovu sestavili model nepřímého měření

---

<sup>3</sup>Oersted (označení Oe) je jednotka intenzity magnetického pole v soustavě CGS. V jednotkách soustavy SI je oersted definován takto:  $\frac{1000}{4\pi} \approx 79.57747$  ampérů na metr.

vektorového parametru bez podmínek a navíc model neúplného přímého měření vektorového parametru se systémem podmínek typu II. Nyní jsme ovšem pracovali s novým observačním vektorem. V praxi to znamená, že jsme provedli znovu celkem 450 měření nanočástic  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , ale pouze v „optimálních“ bodech tak, jak nám to stanovil D-optimální plán měření. Model neúplného přímého měření vektorového parametru se systémem podmínek typu II jsme konstruovali z kontrolního důvodu, neboť by měl poskytovat stejné výsledné hodnoty jako model nepřímého měření vektorového parametru bez podmínek.

### 3.1 Nepřímé měření Langevinovy funkce bez podmínek

Uvažujme nyní náš konkrétní příklad. Máme naměřené hodnoty  $(y_1, y_2, \dots, y_{150})'$  v pevně zvolených bodech  $(x_1, x_2, \dots, x_{150})'$ . Hodnoty  $x_i$ ,  $i = 1, \dots, 150$ , reprezentují stanovenou sílu vnějšího magnetického pole a hodnoty  $y_i$ ,  $i = 1, \dots, 150$ , představují měření odpovídající magnetizace materiálu, přičemž každá hodnota  $y_i$  představuje průměr ze tří měření.

Langevinova funkce vyjadřuje hodnoty závislé proměnné takto:

$$y_i = \Theta_1 \cdot \coth(\Theta_2 \cdot x_i) - \frac{\Theta_1}{\Theta_2 \cdot x_i} + \epsilon_i, \quad i = 1, \dots, 150, \quad (43)$$

kde  $\epsilon_i$  je chyba měření.

Model nepřímého měření vektorového parametru můžeme zapsat následovně

$$\mathbf{Y} \sim [\boldsymbol{\phi}(\boldsymbol{\Theta}), \boldsymbol{\Sigma}], \quad (44)$$

kde  $\boldsymbol{\phi}(\boldsymbol{\Theta})$  je známá (v našem případě nelineární) funkce tvaru

$$\boldsymbol{\phi}(\boldsymbol{\Theta}) = \begin{pmatrix} \phi(x_1, \boldsymbol{\Theta}) \\ \vdots \\ \phi(x_{150}, \boldsymbol{\Theta}) \end{pmatrix}, \quad (45)$$

konkrétně

$$\phi(x_i, \boldsymbol{\Theta}) = \Theta_1 \cdot \coth(\Theta_2 \cdot x_i) - \frac{\Theta_1}{\Theta_2 \cdot x_i}, \quad i = 1, \dots, 150 \quad (46)$$

a  $\Sigma$  je kovarianční matice vektoru  $\mathbf{Y}$ .

Abychom mohli přistoupit k výpočtu hodnot odhadů parametrů Langevinovy funkce, je potřebné provést linearizaci modelu. Je-li  $\phi(\Theta^0)$  známý vektor (tzv. počáteční řešení), lze model rozvinout do Taylorovy řady, v níž zanedbáme členy druhého a vyšších řádů. Po provedení linearizace lze model psát ve tvaru

$$\mathbf{Y} \sim_{150} (\mathbf{F}\Theta, \sigma^2\mathbf{\Lambda}^{-1}), \quad (47)$$

kde  $\Theta = [\Theta_1, \Theta_2]'$  je vektor neznámých parametrů,  $\sigma^2\mathbf{\Lambda}^{-1} = \Sigma$  je varianční matice a

$$\{\mathbf{F}\}_i = \frac{\partial\phi(x_i, \Theta^0)}{\partial\Theta'} = \left( \frac{\partial\phi(x_i, \Theta^0)}{\partial\Theta_1}, \frac{\partial\phi(x_i, \Theta^0)}{\partial\Theta_2} \right), \quad (48)$$

přičemž

$$\begin{aligned} \frac{\partial\phi(x_i, \Theta)}{\partial\Theta_1} &= \coth(\Theta_2 \cdot x_i) - \frac{1}{\Theta_2 \cdot x_i}, \\ \frac{\partial\phi(x_i, \Theta)}{\partial\Theta_2} &= \frac{-\Theta_1 \cdot x_i}{\sinh(\Theta_2 \cdot x_i)^2} + \frac{\Theta_1}{\Theta_2^2 \cdot x_i} \end{aligned}$$

je známá matice plánu pro body  $x_i$ .

Observační vektor je tvaru

$$\mathbf{Y} = \begin{pmatrix} y_1 - \phi(x_1, \Theta^0) \\ \vdots \\ y_{150} - \phi(x_{150}, \Theta^0) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} y_1 - y_1^0 \\ \vdots \\ y_{150} - y_{150}^0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} Y_1 \\ \vdots \\ Y_{150} \end{pmatrix} \quad (49)$$

a jeho varianční matice je

$$\text{Var}(\mathbf{Y}) = 0,002^2 \begin{pmatrix} \frac{1}{3} & 0 & \dots & 0 \\ 0 & \ddots & & \vdots \\ \vdots & & \ddots & 0 \\ 0 & \dots & 0 & \frac{1}{3} \end{pmatrix} = \sigma^2\mathbf{\Lambda}^{-1}, \quad (50)$$

kde hodota  $0,002^2$  byla převzata z certifikátu měřicího přístroje.

Jak je vidět, observační vektor  $\mathbf{Y}$  představuje „korekci“ průměru tří měření v jednotlivých bodech. Z toho dále vyplývá, že vztahy uvedené pro BLUE parametru



$\Theta$  (Věta 2.4) nám ve skutečnosti poskytují odhad  $\delta\Theta$ , ze kterého skutečnou hodnotu odhadu parametru  $\Theta$  musíme dopočítat. Tedy

$$\delta\widehat{\Theta} = (\mathbf{F}'\Lambda\mathbf{F})^{-1}\mathbf{F}'\Lambda\mathbf{Y}, \quad (51)$$

s varianční maticí

$$\text{Var}(\delta\widehat{\Theta}) = \text{Var}(\widehat{\Theta}) = \sigma^2(\mathbf{F}'\Lambda\mathbf{F})^{-1}. \quad (52)$$

Potom

$$\widehat{\Theta} = \delta\widehat{\Theta} + \Theta^0. \quad (53)$$

Na závěr pro tento odhad vektorového parametru  $\widehat{\Theta}$  zkonstruujeme oblast spolehlivosti dle (30).

### 3.2 D-optimální návrh měření Langevinovy funkce

Z výše uvedeného modelu nepřímého měření vektorového parametru jsme získali odhady neznámých parametrů ( $\widehat{\Theta}$ ), které nyní použijeme jako počáteční řešení v úloze návržení D-optimálního plánu měření.

Uvažujme tedy již zmíněnou matici plánu

$$\{\mathbf{F}\}_i = \frac{\partial\phi(x_i, \Theta^0)}{\partial\Theta'} = \left( \frac{\partial\phi(x_i, \Theta^0)}{\partial\Theta_1}, \frac{\partial\phi(x_i, \Theta^0)}{\partial\Theta_2} \right), \quad i = 1, \dots, 150,$$

dále množinu experimentálních bodů

$$E = \{e_1, \dots, e_{150}\} \quad (54)$$

a plán experimentu sestavený dle (7)

$$\delta(i) = \delta(e_i) \geq 0, \quad i = 1, \dots, 150. \quad (55)$$

Nyní sestavíme informační matici experimentu při plánu  $\delta$ , tedy

$$\mathbf{M}(\delta) = \sum_{i \in \text{Sp}(\delta)} \delta(i) \lambda_i \mathbf{f}_i \mathbf{f}_i', \quad \text{kde} \quad (56)$$

$\mathbf{f}'_i = \mathbf{f}(e_i)'$  ... je  $i$ -tý řádek matice plánu,

$\text{Sp}(\delta)$  ... je suport plánu  $\delta$  odpovídající (8) a

$\lambda_i$  ... je  $i$ -tý řádek inverze varianční matice výše uvedeného modelu nepřímého měření vektorového parametru bez podmínek (50). Konkrétní podoba této matice je

$$\mathbf{\Lambda} = \begin{pmatrix} 3 & 0 & \dots & 0 \\ 0 & \ddots & & \vdots \\ \vdots & & \ddots & 0 \\ 0 & \dots & 0 & 3 \end{pmatrix}. \quad (57)$$

Informační matice má tedy tuto strukturu

$$\mathbf{M}(\delta_i) = \begin{pmatrix} M_{11} & M_{12} \\ M_{12} & M_{22} \end{pmatrix}, \quad (58)$$

kde

$$\begin{aligned} M_{11} &= \sum_{i=1}^{150} \delta(i) \cdot \left( \coth(\Theta_2 \cdot x_i) - \frac{1}{\Theta_2 \cdot x_i} \right)^2, \\ M_{12} &= \sum_{i=1}^{150} \delta(i) \cdot \left( \left( \coth(\Theta_2 \cdot x_i) - \frac{1}{\Theta_2 \cdot x_i} \right) \left( \frac{-\Theta_1 \cdot x_i}{\sinh(\Theta_2 \cdot x_i)^2} + \frac{\Theta_1}{\Theta_2^2 \cdot x_i} \right) \right), \\ M_{22} &= \sum_{i=1}^{150} \delta(i) \cdot \left( \frac{-\Theta_1 \cdot x_i}{\sinh(\Theta_2 \cdot x_i)^2} + \frac{\Theta_1}{\Theta_2^2 \cdot x_i} \right)^2. \end{aligned}$$

Naším cílem je nalézt D-optimální plán měření, tzn. že hledáme takový index  $i^*$ , pro který je dle (21) výraz

$$\{ \lambda_i \mathbf{f}'_i \mathbf{M}^{-1}(\delta) \mathbf{f}_i : i = 1, \dots, r \} \quad (59)$$

maximální. Abychom tento index našli, musíme si na začátku zvolit libovolný startovací plán  $\delta_0$ . My jsme si zvolili tuto podobu startovacího plánu

$$\delta_0(i) = \frac{1}{2}, \quad i = 7, 150, \quad (60)$$

tedy rozložili jsme měření do dvou bodů experimentální množiny.

Dále musíme sestavit informační matici a nalézt bod s příslušným indexem  $i_1^*$ ,

ve kterém zvýšíme počet měření podle popsaného schématu:

Pokud  $i_1^* \in \text{Sp}(\delta_0)$ , potom platí  $\text{Sp}(\delta_1) = \text{Sp}(\delta_0)$  a hodnoty  $\delta_1(j)$  volíme podle pravidla

$$\delta_1(j) = \frac{2}{k+1}, \quad j = i_1^* \quad (61)$$

$$= \frac{1}{k+1}, \quad j \neq i_1^* \wedge j \in \text{Sp}(\delta_0) \quad (62)$$

$$= 0, \quad \text{jinak.} \quad (63)$$

Pokud  $i_1^* \notin \text{Sp}(\delta_0)$ , potom platí  $\text{Sp}(\delta_1) = \text{Sp}(\delta_0) \cup \{i_1^*\}$  a hodnoty  $\delta_1(j)$  volíme podle pravidla

$$\delta_1(j) = \frac{1}{k+1}, \quad j = i_1^* \quad (64)$$

$$= \frac{1}{k+1}, \quad j \neq i_1^* \wedge j \in \text{Sp}(\delta_0) \quad (65)$$

$$= 0, \quad \text{jinak.} \quad (66)$$

Nakonec vytvoříme konvexní kombinaci naší informační matice s informační maticí jednobodového návrhu pro index  $i_1^*$  na základě (20) a (22).

V dalších iteracích postupujeme analogicky. Tento iterační proces zastavíme teprve ve chvíli, kdy bude splněn požadavek (24), tedy

$$\max \left\{ \frac{1}{2} \lambda_i \mathbf{f}_i' \mathbf{M}^{-1}(\delta_D^*) \mathbf{f}_i : i = 1, \dots, r \right\} > 1 + \varepsilon.$$

Nyní využijeme poznatky a výsledky, které jsme získali z D-optimálního plánu, k nalezení odhadu neznámých hodnot parametru  $\Theta$ . V podstatě sestavíme obdobný model, jako tomu bylo v kapitole (3.1) jen s tím rozdílem, že měření magnetizace materiálu  $y_i$ ,  $i = 1, \dots, 450$ , budeme provádět pouze v těch bodech reprezentujících stanovenou sílu vnějšího magnetického pole, které byly vybrány jako optimální pro měření na základě D-optimálního návrhu. Celkový počet měření zůstane zachován a mezi optimální body bude rozdělen na základě získaných relativních četností.

Nový observační vektor má na základě výsledků D-optimálního plánu měření tuto

podobu

$$\bar{\mathbf{Y}}_\delta = \begin{pmatrix} \frac{1}{r_{i_1}} \sum_{i=1}^{r_{i_1}} y_{i,i_1} - y_{i_1}^0 \\ \vdots \\ \frac{1}{r_{i_4}} \sum_{i=1}^{r_{i_4}} y_{i,i_4} - y_{i_4}^0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \bar{Y}_{\delta_1} \\ \vdots \\ \bar{Y}_{\delta_4} \end{pmatrix}. \quad (67)$$

Podrobněji se k dosažení tohoto výsledku vyjádříme v numerické části této práce. Opět platí, že observační vektor  $\bar{\mathbf{Y}}_\delta$  představuje „korekci“ průměrů uskutečněných měření v optimálních bodech a proto

$$\delta \hat{\Theta}_\delta = (\mathbf{F}'_\delta \mathbf{\Lambda}_\delta \mathbf{F}_\delta)^{-1} \mathbf{F}'_\delta \mathbf{\Lambda}_\delta \bar{\mathbf{Y}}_\delta, \quad (68)$$

s varianční maticí

$$\text{Var}(\delta \hat{\Theta}_\delta) = \text{Var}(\hat{\Theta}_\delta) = \sigma^2 (\mathbf{F}'_\delta \mathbf{\Lambda}_\delta \mathbf{F}_\delta)^{-1}, \quad (69)$$

kdy matice  $\mathbf{F}_\delta$  a  $\mathbf{\Lambda}_\delta$  je sestavena dle (10) a (11).

Potom

$$\hat{\Theta}_\delta = \delta \hat{\Theta}_\delta + \Theta_\delta^0. \quad (70)$$

Nakonec i pro tento odhad vektorového parametru  $\hat{\Theta}_\delta$  sestojíme na základě (30) oblast spolehlivosti.

### 3.3 Neúplné přímé měření Langevinovy funkce se systémem podmínek typu II - dle výsledků D-optimálního návrhu měření

Nyní uvažujme odlišnou situaci. Budeme opět vycházet z výsledků získaných návržením D-optimálního plánu měření, a tedy měření magnetizace materiálu provedeme pouze v těch bodech reprezentujících stanovenou sílu vnějšího magnetického pole, které vybral D-optimální návrh jako „optimální“ pro měření. Celkový počet měření zachováme, avšak rozdělíme je pouze mezi optimální body v poměru stanoveném relativní četností. Uvažujme tedy naměřené hodnoty  $(y_1, y_2, \dots, y_{450})'$

parametru  $\beta$  v optimálních bodech  $(x_{i_1}, \dots, x_{i_4})'$ . Parametr  $\beta_\delta$  je v tomto případě vektor průměrů přibližných funkčních hodnot změřených v optimálních bodech. Ze znalostí funkce (46) a vektoru  $\phi(\Theta^0)$  můžeme model měření s podmínkou typu II popsat následovně

$$\bar{\mathbf{Y}}_\delta \sim_4 \left[ \begin{pmatrix} \delta\beta_{\delta(1)} \\ \delta\beta_{\delta(2)} \\ \vdots \\ \delta\beta_{\delta(4)} \end{pmatrix}, \Sigma \right], \quad (71)$$

přičemž  $\Sigma = \sigma^2 \cdot \Lambda^{-1}$ , a observační vektor má následující tvar

$$\bar{\mathbf{Y}}_\delta = \begin{pmatrix} \frac{1}{r_{i_1}} \sum_{i=1}^{r_{i_1}} y_{i,i_1} - y_{i_1}^0 \\ \vdots \\ \frac{1}{r_{i_4}} \sum_{i=1}^{r_{i_4}} y_{i,i_4} - y_{i_4}^0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \beta_{\delta(1)} - \beta_{\delta(1)}^0 \\ \vdots \\ \beta_{\delta(4)} - \beta_{\delta(4)}^0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \delta\beta_{\delta(1)} \\ \vdots \\ \delta\beta_{\delta(4)} \end{pmatrix}, \quad (72)$$

kde  $\delta\beta_\delta$  je vektor „korekci“ průměrů přibližných funkčních hodnot změřených v bodech  $(x_{i_1}, \dots, x_{i_4})$ . Neznámé parametry tvoří vektor

$$\Theta = [\Theta_1, \Theta_2]'$$

Nyní na model klademe podmínku typu II tvaru

$$g_i(\beta, \Theta) = \Theta_1 \cdot \coth(\Theta_2 \cdot x_i) - \frac{\Theta_1}{\Theta_2 \cdot x_i} - \beta_{\delta(i)} = 0, \quad (73)$$

$$i = 1, \dots, 4,$$

která je dána tvarem Langevinovy funkce. Stejně jako u modelu nepřímého měření vektorového parametru bez podmínek je třeba i zde provést linearizaci modelu, konkrétně jeho podmínek, pomocí Taylorova rozvoje.

Nelineární podmínky  $\mathbf{g}(\beta, \Theta) = (g_1(\beta, \Theta), \dots, g_4(\beta, \Theta))' = 0$  můžeme po linearizaci psát v symbolickém zápisu  $\mathbf{B}\delta\beta + \mathbf{G}\delta\Theta + \mathbf{b} = \mathbf{0}$ , kde  $\mathbf{B} = \frac{\partial \mathbf{g}(\beta^0, \Theta^0)}{\partial \beta'}$ ,  $\mathbf{G} = \frac{\partial \mathbf{g}(\beta^0, \Theta^0)}{\partial \Theta'}$  a  $\mathbf{b} = \mathbf{g}(\beta^0, \Theta^0)$  v přibližném řešení  $(\beta^0, \Theta^0)$ .

Dále matice  $\mathbf{B}$  má strukturu

$$\mathbf{B} = \begin{pmatrix} b_{1,1} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & b_{2,2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & b_{3,3} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & b_{4,4} \end{pmatrix}, \quad (74)$$

kde

$$b_{i,i} = -1, \quad i = 1, \dots, 4$$

a matice  $\mathbf{G}$  je tvaru

$$\mathbf{G} = \frac{\partial \mathbf{g}(\boldsymbol{\beta}^0, \boldsymbol{\Theta}^0)}{\partial \boldsymbol{\Theta}'} = \begin{pmatrix} \frac{\partial g_1(\boldsymbol{\beta}^0, \boldsymbol{\Theta}^0)}{\partial \Theta_1} & \frac{\partial g_1(\boldsymbol{\beta}^0, \boldsymbol{\Theta}^0)}{\partial \Theta_2} \\ \vdots & \vdots \\ \frac{\partial g_4(\boldsymbol{\beta}^0, \boldsymbol{\Theta}^0)}{\partial \Theta_1} & \frac{\partial g_4(\boldsymbol{\beta}^0, \boldsymbol{\Theta}^0)}{\partial \Theta_2} \end{pmatrix}, \quad (75)$$

konkrétně

$$\begin{aligned} \frac{\partial g_i(\boldsymbol{\beta}^0, \boldsymbol{\Theta}^0)}{\partial \Theta_1} &= \coth(\Theta_2 \cdot x_i) - \frac{1}{\Theta_2 \cdot x_i}, \\ \frac{\partial g_i(\boldsymbol{\beta}^0, \boldsymbol{\Theta}^0)}{\partial \Theta_2} &= \frac{-\Theta_1 \cdot x_i}{\sinh(\Theta_2 \cdot x_i)^2} + \frac{\Theta_1}{\Theta_2^2 \cdot x_i}, \end{aligned}$$

pro  $i = 1, \dots, 4$ .

Vztahy pro získání BLUE vektoru  $\begin{pmatrix} \widehat{\boldsymbol{\beta}}_\delta \\ \widehat{\boldsymbol{\Theta}}_\delta \end{pmatrix}$  nám i v tomto modelu poskytnou od-

had  $\begin{pmatrix} \delta \widehat{\boldsymbol{\beta}}_\delta \\ \delta \widehat{\boldsymbol{\Theta}}_\delta \end{pmatrix}$  kdy skutečnou hodnotu odhadu parametru  $\widehat{\boldsymbol{\Theta}}_\delta$  získáme ze vztahu

$$\widehat{\boldsymbol{\Theta}}_\delta = \delta \widehat{\boldsymbol{\Theta}}_\delta + \boldsymbol{\Theta}_\delta^0. \quad (76)$$

Tedy

$$\delta \widehat{\boldsymbol{\beta}}_\delta = \delta \widehat{\boldsymbol{\beta}}_\delta - (\mathbf{X}' \boldsymbol{\Lambda}_\delta \mathbf{X})^{-1} \mathbf{B}' [\mathbf{T}^{-1} - \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G} (\mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G})^{-1} \mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1}] (\mathbf{b} + \mathbf{B} \delta \widehat{\boldsymbol{\beta}}_\delta), \quad (77)$$

$$\delta \widehat{\boldsymbol{\Theta}}_\delta = -(\mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} \mathbf{G})^{-1} \mathbf{G}' \mathbf{T}^{-1} (\mathbf{b} + \mathbf{B} \delta \widehat{\boldsymbol{\beta}}_\delta), \quad (78)$$

kde

$$\mathbf{T} = \mathbf{B}(\mathbf{X}'\mathbf{\Lambda}_\delta\mathbf{X})^{-1}\mathbf{B}' + \mathbf{G}\mathbf{G}', \quad (79)$$

$$\delta\widehat{\boldsymbol{\beta}}_\delta = (\mathbf{X}'\mathbf{\Lambda}_\delta\mathbf{X})^{-1}\mathbf{X}'\mathbf{\Lambda}_\delta\mathbf{Y}_\delta \quad (80)$$

( $\delta\widehat{\boldsymbol{\beta}}_\delta$  je odhad nerespektující podmínku týkající se parametrů  $\boldsymbol{\beta}_\delta, \boldsymbol{\Theta}_\delta$ ).

Pro funkci (1) máme nyní zpracovanou ucelenou problematiku. Nejdříve jsme sestavili model nepřímého měření vektorového parametru bez podmínek a získali tak odhad vektorového parametru  $\widehat{\boldsymbol{\Theta}}$ . Tento odhad jsme použili ke konstrukci D-optimální plánu měření a našli tak významné body pro měření funkce (1), ve kterých jsme znovu změřili vzorek nanočástic  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Z dosažených výsledků jsme sestavili dva korespondující modely a získali tak přesnější odhady parametru  $\boldsymbol{\Theta}$ .

V úvodu kapitoly jsme se zmiňovali o nutnosti sestavení všech modelů nejen pro Langevinovu funkci, ale také pro Brillouinovu funkci. Bez tohoto přístupu bychom nebyli schopni učinit rozhodnutí o tom, zda je vhodnější data získaná z měření nanočástic  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  aproximovat Langevinovou nebo Brillouinovou funkcí. Nyní tedy sestavíme příslušné modely pro Brillouinovu funkci.

### 3.4 Nepřímé měření Brillouinovy funkce bez podmínek

Předpokládejme situaci, kdy máme naprosto identické měření, jako tomu bylo v kapitole (3.1). Mějme tedy naměřené hodnoty  $(y_1, y_2, \dots, y_{150})'$  v pevně zvolených bodech  $(x_1, x_2, \dots, x_{150})'$ . Hodnoty  $x_i, i = 1, \dots, 150$ , opět představují stanovenou sílu vnějšího magnetického pole a hodnoty  $y_i, i = 1, \dots, 150$ , reprezentují měření odpovídající magnetizace materiálu. Každá hodnota  $y_i$  znovu představuje průměr ze tří měření.

Hodnoty závisle proměnné můžeme pomocí Brillouinovy funkce vyjádřit následovně:

$$y_i = \Theta_1 \cdot \coth(\Theta_2 \cdot x_i) - \Theta_3 \cdot \coth(\Theta_4 \cdot x_i) + \epsilon_i, \quad i = 1, \dots, 150, \quad (81)$$

kde  $\epsilon_i$  je chyba měření.

Po sestavení linearizovaného modelu nepřímého měření vektorového parametru Brillouinovy funkce ve tvaru

$$\mathbf{Y} \sim_{150} (\mathbf{F}\Theta, \sigma^2\mathbf{\Lambda}^{-1}) \quad (82)$$

jsme se dostali do situace, kdy je matice  $\mathbf{F}' \cdot \mathbf{F}$  singulární a proto není možné použít k získání odhadu neznámého vektorového parametru  $\Theta$  teorii zmíněnou v kapitole (2.2). Situací, kdy je matice plánu  $\mathbf{F}$  singulární, se podrobně zabývá [7]. Tato teorie je však velice obsáhlá a přesahuje rámec této diplomové práce. Proto jsme se jí na tomto místě nezabývali.

Po diskuzi s pracovníky Nanocentra UP a následné rešerši zdrojů zabývajících se problematikou magnetismu nanočástic jsme našli řešení, které je založeno na modifikaci přístupu publikovaného v [3]. Tento článek ukazuje numerické ověření vhodnosti použití „nové“ funkce pro aproximaci dat získaných měřením magnetizace superparamagnetického nanomateriálu.

Díky tomuto zjištění můžeme hodnoty závisle proměnné pomocí „nové“ funkce vyjádřit jako

$$y_i = \frac{\Theta_1 \cdot \Theta_2 \cdot x_i}{\sqrt{\Theta_2^2 \cdot x_i^2 + 0,111}} + \epsilon_i, \quad i = 1, \dots, 150, \quad (83)$$

kde  $\epsilon_i$  je chyba měření. Potom model nepřímého měření vektorového parametru můžeme opět zapsat jako

$$\mathbf{Y} \sim [\phi(\Theta), \Sigma], \quad (84)$$

kde  $\phi(\Theta)$  je známá (v našem případě nelineární) funkce tvaru

$$\phi(\Theta) = \begin{pmatrix} \phi(x_1, \Theta) \\ \vdots \\ \phi(x_{150}, \Theta) \end{pmatrix}, \quad (85)$$

přesně

$$\phi(x_i, \Theta) = \frac{\Theta_1 \cdot \Theta_2 \cdot x_i}{\sqrt{\Theta_2^2 \cdot x_i^2 + 0,111}}, \quad i = 1, \dots, 150, \quad (86)$$



a  $\Sigma$  je kovarianční matice vektoru  $\mathbf{Y}$ .

Jestliže je  $\phi(\Theta^0)$  známý vektor (tzv. počáteční řešení), můžeme daný model rozvinout do Taylorovy řady s tím, že zanedbáme členy druhého a vyšších řádů. Poté je možné linearizovaný model psát ve tvaru

$$\mathbf{Y} \sim_{150} (\mathbf{F}\Theta, \sigma^2\Lambda^{-1}), \quad (87)$$

kde  $\Theta = [\Theta_1, \Theta_2]'$  je vektor neznámých parametrů,  $\sigma^2\Lambda^{-1} = \Sigma$  je varianční matice a

$$\{\mathbf{F}\}_i = \frac{\partial\phi(x_i, \Theta^0)}{\partial\Theta'} = \left( \frac{\partial\phi(x_i, \Theta^0)}{\partial\Theta_1}, \frac{\partial\phi(x_i, \Theta^0)}{\partial\Theta_2} \right) \quad (88)$$

kdy

$$\begin{aligned} \frac{\partial\phi(x_i, \Theta)}{\partial\Theta_1} &= \frac{\Theta_2 \cdot x_i}{\sqrt{\Theta_2^2 \cdot x_i^2 + 0,111}}, \\ \frac{\partial\phi(x_i, \Theta)}{\partial\Theta_2} &= \frac{\Theta_1 \cdot x_i}{\sqrt{\Theta_2^2 \cdot x_i^2 + 0,111}} - \frac{\Theta_1 \cdot \Theta_2^2 \cdot x_i^3}{(\Theta_2^2 \cdot x_i^2 + 0,111)^{3/2}}, \end{aligned}$$

je známá matice plánu pro body  $x_i$ .

Observační vektor vytvoříme stejným způsobem jako u Langevinovy funkce, tj. vztah (49), se stejnou varianční maticí (50). Následně užitím již zmíněných vztahů (51), (52) a (53) získáme stejně jako v modelu nepřímého měření vektorového parametru Langevinovy funkce bez podmínek odhad neznámého parametru  $\hat{\Theta}$  pro „novou“ funkci (83), pro který poté sestavíme oblast spolehlivosti dle (30).

### 3.5 D-optimální návrh měření „nové“ funkce

Z modelu nepřímého měření vektorového parametru „nové“ funkce, který je uveden výše, jsme získali odhady neznámého parametru  $\hat{\Theta}$ , které využijeme jako počáteční řešení pro nalezení D-optimálního plánu měření. Protože postup vedoucí k nalezení tohoto plánu je zcela identický s postupem popsáním v kapitole (3.2), nebudeme ho zde již opakovat a pouze se na tomto místě odkážeme. Jedinou odlišností od uvedeného postupu je struktura matice  $\mathbf{M}(\delta)$ , neboť ta je

přímou spjata se strukturou matice plánu  $\mathbf{F}$ . Vzhled informační matice v případě „nové“ funkce je tedy následující,

$$\mathbf{M}(\delta_i) = \begin{pmatrix} M_{11} & M_{12} \\ M_{12} & M_{22} \end{pmatrix}, \quad (89)$$

kde

$$\begin{aligned} M_{11} &= \sum_{i=1}^{150} \delta(i) \cdot \left( \frac{\Theta_2 \cdot x_i}{\sqrt{\Theta_2^2 \cdot x_i^2 + 0,111}} \right)^2, \\ M_{12} &= \sum_{i=1}^{150} \delta(i) \cdot \left( \left( \frac{\Theta_2 \cdot x_i}{\sqrt{\Theta_2^2 \cdot x_i^2 + 0,111}} \right) \left( \frac{\Theta_1 \cdot x_i}{\sqrt{\Theta_2^2 \cdot x_i^2 + 0,111}} - \frac{\Theta_1 \cdot \Theta_2^2 \cdot x_i^3}{(\Theta_2^2 \cdot x_i^2 + 0,111)^{3/2}} \right) \right), \\ M_{22} &= \sum_{i=1}^{150} \delta(i) \cdot \left( \frac{\Theta_1 \cdot x_i}{\sqrt{\Theta_2^2 \cdot x_i^2 + 0,111}} - \frac{\Theta_1 \cdot \Theta_2^2 \cdot x_i^3}{(\Theta_2^2 \cdot x_i^2 + 0,111)^{3/2}} \right)^2. \end{aligned}$$

Po nalezení D-optimálního návrhu budeme opět v další části pracovat s dosaženými výsledky a znovu odhadneme neznámý vektorový parametr  $\Theta$ . I v tomto případě se bude jednat o stejný typ modelu, jaký jsme již sestavili v kapitole (3.4), avšak budeme pracovat s novým observačním vektorem. Měření magnetizace materiálu  $y_i$ ,  $i = 1, \dots, 450$ , znovu provedeme pouze v bodech, jenž byly D-optimálním návrhem stanoveny jako optimální pro měření. Celkový počet měření zachováme a rozdělíme jej mezi optimální body v poměru daném relativní četností. Dostáváme tedy nový observační vektor

$$\bar{\mathbf{Y}}_\delta = \begin{pmatrix} \frac{1}{r_{i_1}} \sum_{i=1}^{r_{i_1}} y_{i,i_1} - y_{i_1}^0 \\ \vdots \\ \frac{1}{r_{i_4}} \sum_{i=1}^{r_{i_4}} y_{i,i_4} - y_{i_4}^0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \bar{Y}_{\delta_1} \\ \vdots \\ \bar{Y}_{\delta_4} \end{pmatrix}. \quad (90)$$

I zde se odvoláváme na numerickou část této práce, kde bude podrobněji objasněna konstrukce tohoto observačního vektoru.

Aplikací stejných vztahů (68), (69) a (70), jenž byly uvedeny u Langevinovy funkce, získáme pro „novou“ funkci odhad neznámého parametru  $\hat{\Theta}$ , který by měl být dle předpokladu D-optimální kritériální funkce přesnější než odhad získaný před provedením návrhu měření. I pro tento odhad zkonstruujeme dle (30) oblast spolehlivosti.

### 3.6 Neúplné přímé měření „nové“ funkce se systémem podmínek typu II - dle výsledků D-optimálního návrhu měření

Pro tento model opět předpokládejme naměřené hodnoty magnetizace materiálu  $(y_1, y_2, \dots, y_{450})'$  parametru  $\beta$  v optimálních bodech  $(x_1, x_2, \dots, x_4)'$  určených D-optimálním plánem měření. I v tomto případě je parametr  $\beta_\delta$  vektorem průměrů přibližných funkčních hodnot změřených v optimálních bodech. Je patrné, že tento model je identický s modelem popsáním v kapitole (3.3). Můžeme tedy i zde využít znalosti funkce (86) a vektoru  $\phi(\Theta^0)$ , abychom model neúplného přímého měření s podmínkou typu II popsali vztahem (71), přičemž konstrukce observačního vektoru je identická jako u (72).

Podmínka typu II, kterou na model klademe, má tuto podobu

$$g_i(\beta, \Theta) = \frac{\Theta_1 \cdot \Theta_2 \cdot x_i}{\sqrt{\Theta_2^2 \cdot x_i^2 + 0,111}} - \beta_{\delta(i)} = 0, \quad (91)$$

$$i = 1, \dots, 4,$$

a její podoba je dána tvarem „nové“ funkce.

Tuto podmínku můžeme po linearizaci psát ve tvaru  $\mathbf{B}\delta\beta + \mathbf{G}\delta\Theta + \mathbf{b} = \mathbf{0}$ , kdy struktura matice  $\mathbf{B}$ , resp.  $\mathbf{G}$ , je stejná jako u (74), resp. (75). U matice  $\mathbf{G}$  je to konkrétně

$$\frac{\partial g_i(\beta^0, \Theta^0)}{\partial \Theta_1} = \frac{\Theta_2 \cdot x_i}{\sqrt{\Theta_2^2 \cdot x_i^2 + 0,111}},$$

$$\frac{\partial g_i(\beta^0, \Theta^0)}{\partial \Theta_2} = \frac{\Theta_1 \cdot x_i}{\sqrt{\Theta_2^2 \cdot x_i^2 + 0,111}} - \frac{\Theta_1 \cdot \Theta_2^2 \cdot x_i^3}{(\Theta_2^2 \cdot x_i^2 + 0,111)^{3/2}},$$

pro  $i = 1, \dots, 4$ .

Užitím již zmíněných a objasněných vztahů (76) a (78) získáme skutečnou hodnotu odhadu parametru  $\hat{\Theta}_\delta$ .

Tímto jsme dokončili zpracování problematiky funkce (83), kdy jsme stejně jako tomu bylo u funkce (1) sestavili model nepřímého měření vektorového parametru bez podmínek, abychom získali odhad vektorového parametru  $\hat{\Theta}$ . Ten

jsme dále využili při návrhu D-optimálního plánu měření, díky kterému jsme našli body významné body pro měření funkce (83). V těchto bodech jsme provedli nové měření vzorku nanočástic  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  a poté sestavili dva korespondující modely, z nichž jsme získali přesnější odhady vektorového parametru  $\Theta$ .

## 4 Numerická studie

Předchozí kapitola „Vlastní řešení“ je koncipována jako vysvětlující materiál pro numerickou část této práce. V ní jsme objasnili všechny kroky a postupy, které učiníme, abychom dosáhli požadovaných výstupů. Nyní se zaměříme na náš konkrétní vzorek nanočástic  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Náplní této kapitoly bude numerické zpracování dané problematiky, které je založeno právě na předchozí kapitole. Z tohoto důvodu je členění těchto dvou kapitol identické. Učinili jsme tak proto, aby bylo zcela jasné, které kroky a postupy jsme aplikovali, abychom dosáhli konkrétních výstupů.

Některé výstupy této práce jsou publikovány v [13] a [18].

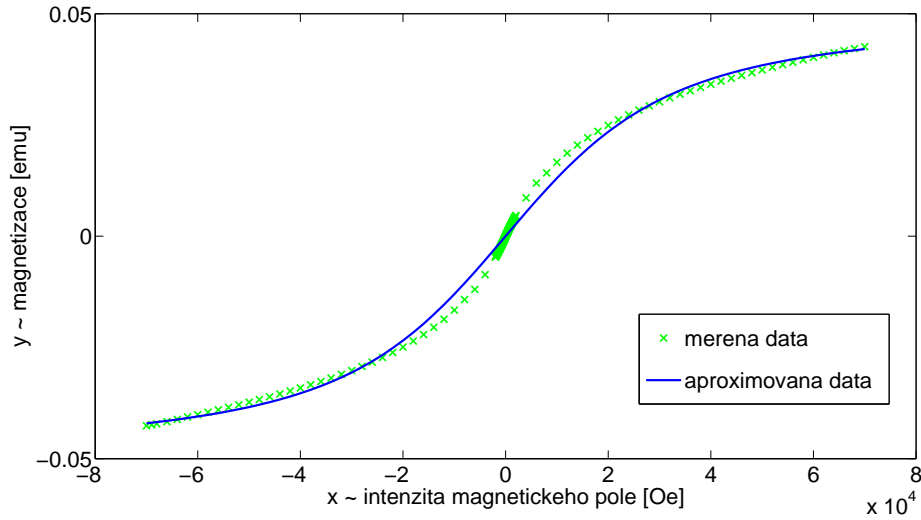
### 4.1 Nepřímé měření Langevinovy funkce bez podmínek

Model nepřímého měření Langevinovy funkce bez podmínek jsme konstruovali za účelem získání odhadu vektorového parametru  $\hat{\Theta}$ . Hodnota tohoto odhadu je

$$\hat{\Theta} = 1,0 \cdot 10^{-3} \cdot \begin{pmatrix} 51,27519 \\ 0,07940 \end{pmatrix}.$$

Dosazením získaných odhadů do předpisu funkce (1) dostáváme aproximaci naměřených dat, jak je vidět na obrázku 3. Dále jsme stanovili varianci tohoto odhadu, která je

$$\text{Var}(\hat{\Theta}) = 1,0 \cdot 10^{-8} \cdot \begin{pmatrix} 27,78794 & -0,08877 \\ -0,08877 & 0,00034 \end{pmatrix}.$$



Obrázek 3: Aproximace naměřených dat Langevinovou funkcí před stanovením D-optimálního plánu měření.

Z této varianční matice jsme následně zkonstruovali oblast spolehlivosti pro odhad vektorového parametru  $\hat{\Theta}$ , která je zobrazena na obrázku 4. Abychom mohli jednoznačně stanovit, která funkce je vhodnější pro aproximaci naměřených dat, vypočítali jsme dle vztahu (41) a (42) reziduální rozptyl a index determinace. Dosáhli jsme těchto hodnot,

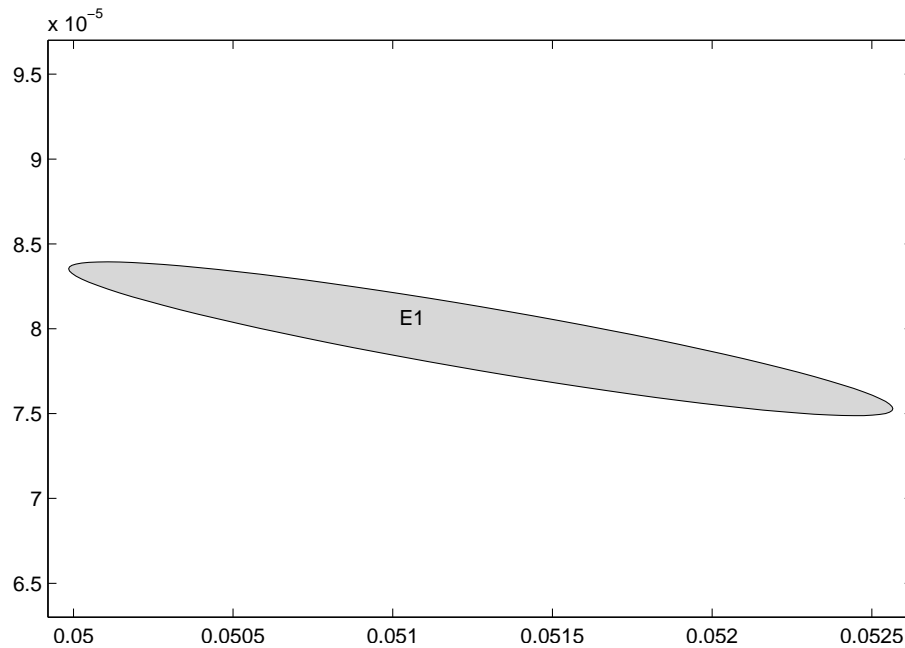
$$s_e^2 = 2,14405 \cdot 10^{-6},$$

$$I = 0,99565.$$

Tyto výsledky budeme následně srovnávat s identickým modelem sestaveným z měření provedeného dle návrhu D-optimálního plánu, abychom viděli, zda se snížila variance odhadu neznámého vektorového parametru  $\hat{\Theta}$ .

## 4.2 D-optimální návrh měření Langevinovy funkce

Původní měření nanočástic  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  bylo rozděleno do 150 bodů vybraných z intervalu  $-70000$  až  $70000$ . Protože všechny body z tohoto intervalu nemusí být



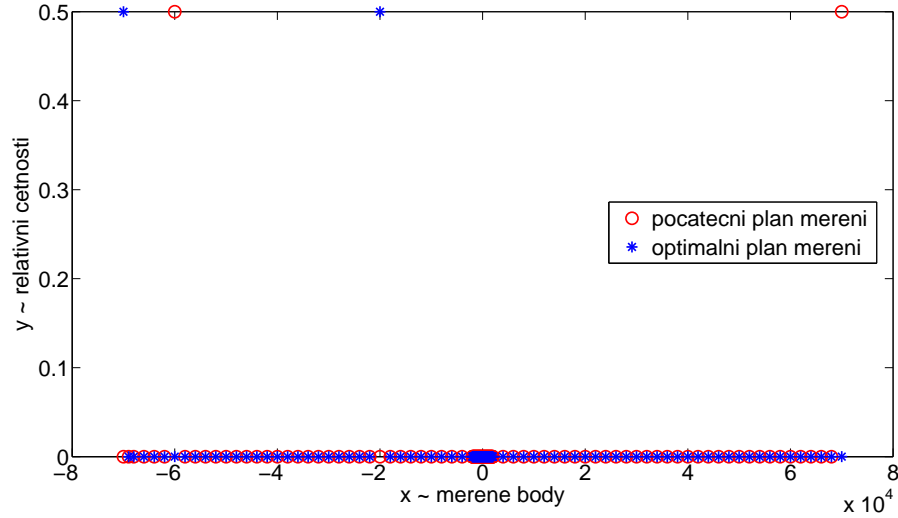
Obrázek 4: Oblast spolehlivosti odhadu vektorového parametru Langevinovy funkce před stanovením D-optimálního plánu měření.

stejně významné pro měření magnetizace daného materiálu, navrhli jsme D-optimální plán tohoto měření, abychom našli pouze body „optimální“ pro měření. Dosáhli jsme výsledku zobrazeného na obrázku 5. Z obrázku 5 je vidět, že D-optimální návrh měření vybral pouze 2 body, které jsou významné pro měření, a to body  $-70000$  a  $-20000$ . Relativní počty replikací v obou bodech jsou stejné, a to

$$\delta(-70000) = \delta(-20000) = 0,5.$$

Protože se jedná o symetrickou funkci, rozhodli jsme se „optimální“ měření rozložit i na kladnou část osy  $x$ . Zároveň jsme museli rozdělit i hodnoty relativního počtu replikací mezi tyto čtyři body, tedy

$$\delta(-70000) = \delta(-20000) = \delta(20000) = \delta(70000) = 0,25.$$



Obrázek 5: D-optimální návrh měření Langevinovy funkce.

Užitím vztahu

$$r_i = \delta(i) \cdot N, \quad (92)$$

kde  $N$  je celkový počet všech měření, nyní stanovíme počty měření, které by měly být provedeny v „optimálních“ bodech. Dostáváme hodnoty

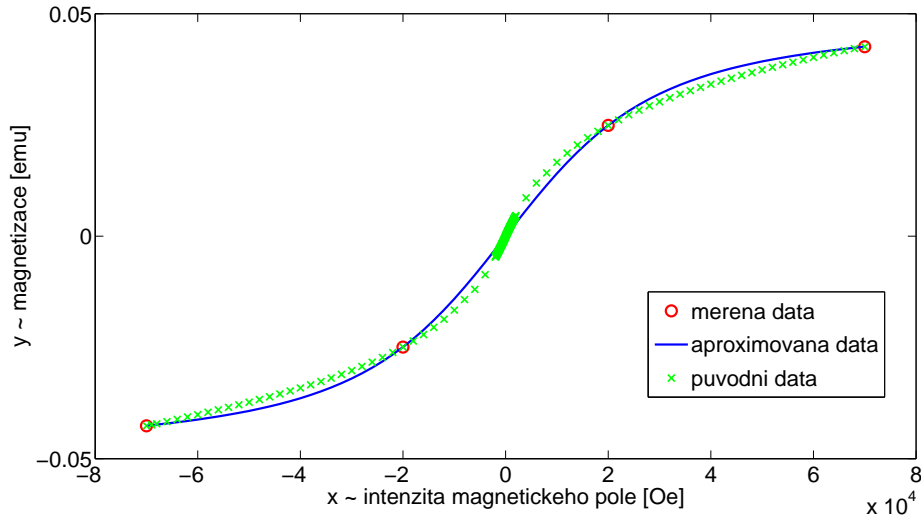
$$r_{-70000} = r_{70000} = 112 \quad \text{a} \quad r_{-20000} = r_{20000} = 113,$$

jejichž součet je roven hodnotě 450.

Získané výsledky jsme dále použili pro konstrukci modelu nepřímého měření Langevinovy funkce bez podmínek s měřením provedeným na základě návrhu D-optimálního plánu. Pracovali jsme tedy s novým observačním vektorem (67) a získali odhad neznámého vektorového parametru  $\hat{\Theta}_\delta$ ,

$$\hat{\Theta}_\delta = 1,0 \cdot 10^{-3} \cdot \begin{pmatrix} 50,97120 \\ 0,08696 \end{pmatrix}.$$

Tento odhad jsme dosadili do předpisu funkce (1) a následně jsme provedli aproximaci naměřených dat, jak ukazuje obrázek 6. Po získání odhadu neznámého



Obrázek 6: Aproximace naměřených dat Langevinovou funkcí po stanovení D-optimálního plánu měření - model bez podmínky.

vektorového parametru  $\hat{\Theta}_\delta$  jsme stanovili varianci tohoto odhadu, která je

$$\text{Var}(\hat{\Theta}_\delta) = 1,0 \cdot 10^{-9} \cdot \begin{pmatrix} 17,00963 & -0,05071 \\ -0,05071 & 0,00024 \end{pmatrix},$$

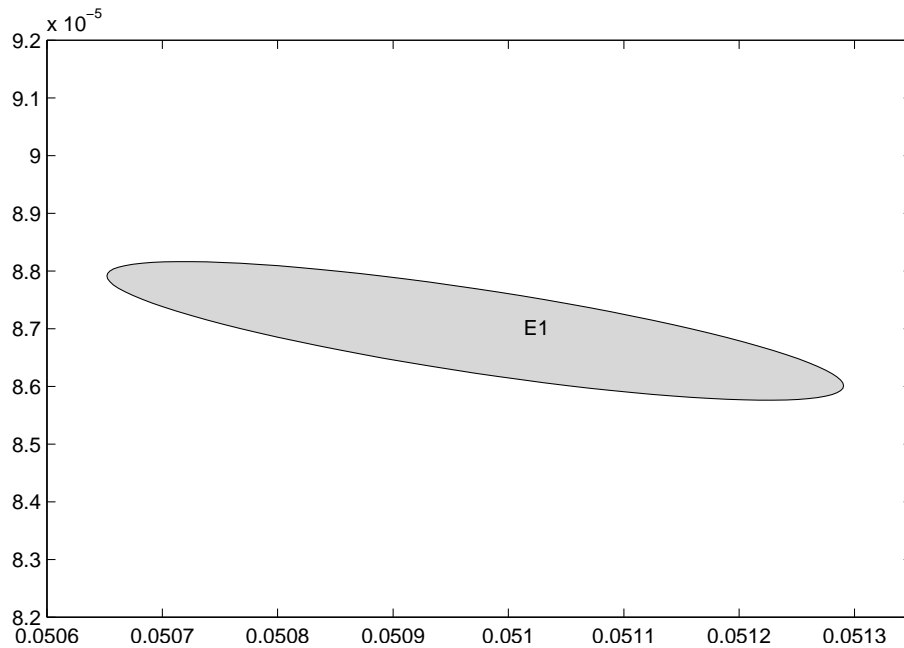
tedy menší než tomu bylo u odhadu uskutečněného před stanovením optimálního návrhu měření. Z tohoto výstupu je vidět, že kritérium D-optimality skutečně vede k minimalizaci konfidenčního elipsoidu odhadu neznámého vektorového parametru  $\hat{\Theta}$  a získáváme tedy přesnější odhad.

Tuto varianční matici dále použijeme ke konstrukci oblasti spolehlivosti, která je zobrazena na obrázku 7. Poté jsme vypočetli reziduální rozptyl a index determinace:

$$s_e^2 = 1,54641 \cdot 10^{-10},$$

$$I = 0,99999.$$





Obrázek 7: Oblast spolehlivosti odhadu vektorového parametru Langevinovy funkce po stanovení D-optimálního plánu měření.

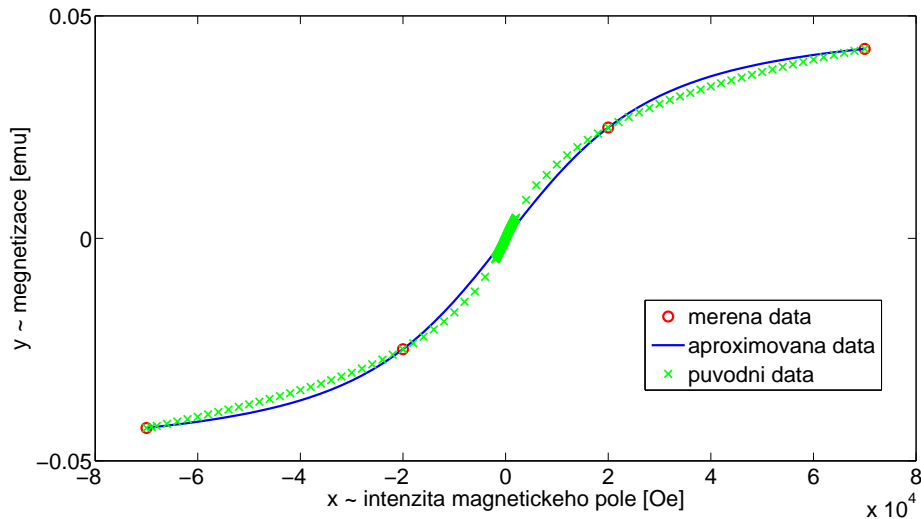
### 4.3 Neúplné přímé měření Langevinovy funkce se systémem podmínek typu II - dle výsledků D-optimálního návrhu měření

V této práci jsme již vyslovili myšlenku kontroly dosažených výsledků odhadu neznámého vektorového parametru  $\hat{\Theta}_\delta$  získaného z měření provedeného dle D-optimálního návrhu. K tomu účelu jsme sestavili model neúplného přímého měření vektorového parametru se systémem podmínek typu II, ze kterého máme získat identické odhady jako z modelu nepřímého měření vektorového parametru bez podmínek.

Z uvedeného modelu jsme získali tyto odhady

$$\hat{\Theta}_\delta = 1,0 \cdot 10^{-3} \cdot \begin{pmatrix} 50,97120 \\ 0,086963 \end{pmatrix},$$

které jsme následně dosadili do předpisu funkce (1) a aproximovali tak data naměřená dle návrhu D-optimálního plánu měření, obrázek 8. Pro odhad neznámého



Obrázek 8: Aproximace měřených dat Langevinovou funkcí po stanovení D-optimálního plánu měření - model se systémem podmínek.

vektorového parametru  $\hat{\Theta}_\delta$  jsme stanovili varianční matici

$$\text{Var}(\hat{\Theta}_\delta) = 1,0 \cdot 10^{-9} \cdot \begin{pmatrix} 17,00963 & -0,05071 \\ -0,05071 & 0,00023 \end{pmatrix}$$

a je vidět, že jsme dosáhli ekvivalentních výsledků. Při výpočtů této varianční matice jsme museli z důvodu numerické nestability výpočtu nejdříve vytknout chybu měřicího přístroje  $\sigma^2$ , následně vypočítat vztah (39) a takto dosažený výsledek opět přenásobit hodnotou  $\sigma^2$ . Nakonec jsme určili reziduální rozptyl, resp. index determinace tohoto modelu, tj.

$$s_e^2 = 1,54641 \cdot 10^{-10},$$

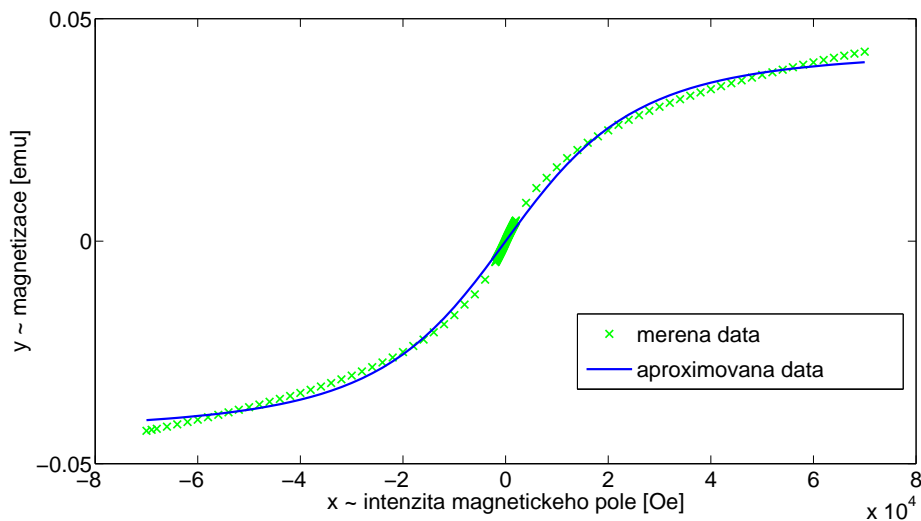
$$I = 0,99999.$$

#### 4.4 Nepřímé měření „nové“ funkce bez podmínek

Pro „novou“ funkci jsme také chtěli získat odhad vektorového parametru  $\hat{\Theta}$  a proto jsme za tímto účelem sestavili model nepřímého měření. Získali jsme odhad

$$\hat{\Theta} = 1,0 \cdot 10^{-4} \cdot \begin{pmatrix} 432,02105 \\ 0,12137 \end{pmatrix},$$

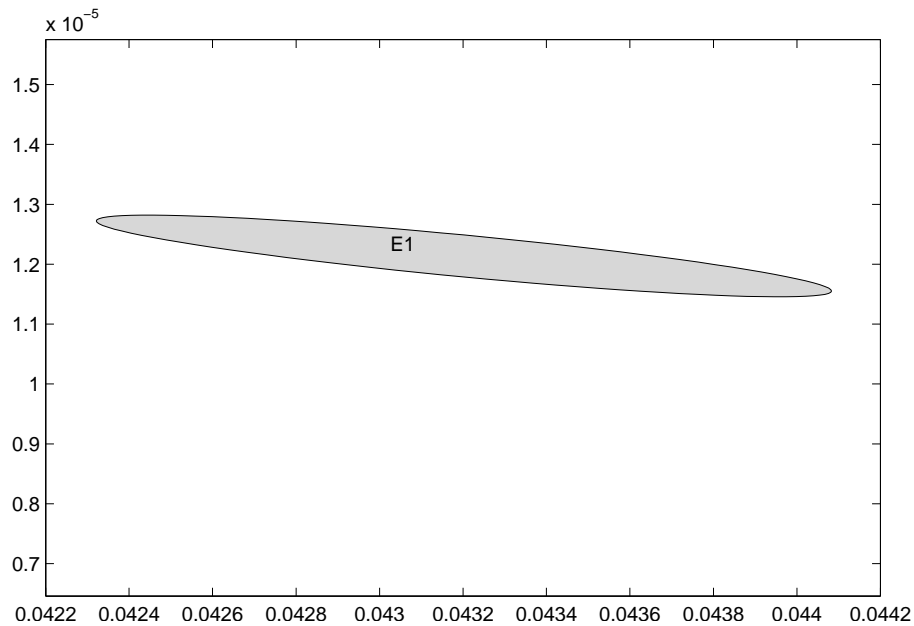
který jsme dosadili do předpisu funkce (83) a aproximovali tak naměřená data, jak je patrné z obrázku 9. Variance tohoto odhadu nabyla hodnot



Obrázek 9: Aproximace naměřených dat „novou“ funkcí před stanovením D-optimálního plánu měření.

$$\text{Var}(\hat{\Theta}) = 1,0 \cdot 10^{-10} \cdot \begin{pmatrix} 1295,06802 & -0,86053 \\ -0,86053 & 0,00077 \end{pmatrix}.$$

Varianční matici jsme dále použili pro konstrukci oblasti spolehlivosti odhadu vektorového parametru  $\hat{\Theta}$ , uvedenou na obrázku 10. Nyní jsme z důvodu rozhodnutí o vhodnosti daných funkcí vypočítali dle vztahu (41) a (42) reziduální



Obrázek 10: Oblast spolehlivosti odhadu vektorového parametru „nové“ funkce před stanovením D-optimálního plánu měření.

rozptyl a index determinace, tj.

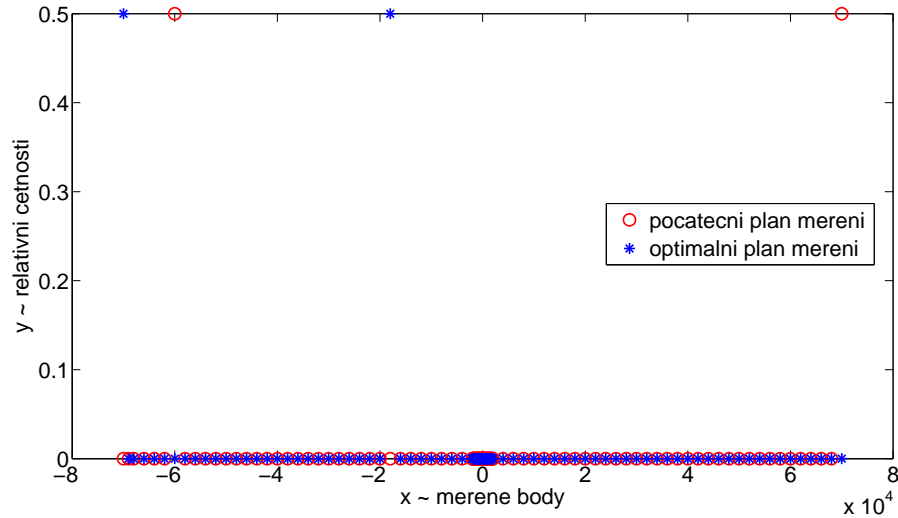
$$s_e^2 = 1,48418 \cdot 10^{-6},$$

$$I = 0,99699.$$

Dosažené výsledky budeme opět později srovnávat s identickým modelem konstruovaným z měření provedeného na základě výsledků D-optimálního plánu měření, abychom viděli, jak se změnila variance odhadu neznámého vektorového parametru  $\hat{\Theta}$ .

#### 4.5 D-optimální návrh měření „nové“ funkce

Opět jsme vycházeli z měření uskutečněného ve 150 bodech, vybraných z intervalu  $-70000$  až  $70000$ , a pro stanovení bodů „optimálních“ pro měření jsme hledali D-optimální plán měření. Jeho výsledek je zobrazen na obrázku 11. D-optimální



Obrázek 11: D-optimální návrh měření „nové“ funkce.

návrh měření opět stanovil pouze 2 body významné pro měření. Tentokrát jde o body  $-70000$  a  $-18000$ , v nichž jsou identické relativní počty replikací, tedy

$$\delta(-70000) = \delta(-18000) = 0,5.$$

I v tomto případě pracujeme se symetrickou funkcí, tudíž rozdělíme měření v „optimálních“ bodech i na kladnou část osy  $x$  a současně mezi tyto čtyři body rozdělíme i hodnoty relativního počtu replikací, tj.

$$\delta(-70000) = \delta(-18000) = \delta(18000) = \delta(70000) = 0,25.$$

Použitím vztahu (92) určíme, kolik měření by mělo být provedeno v „optimálních“ bodech. Dostáváme hodnoty

$$r_{-70000} = r_{70000} = 112 \quad \text{a} \quad r_{-18000} = r_{18000} = 113,$$

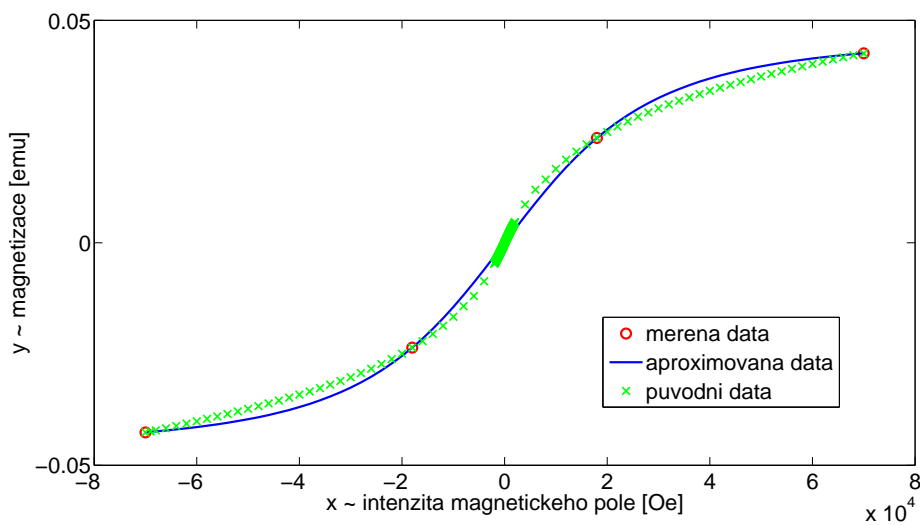
jejichž součet odpovídá hodnotě 450.

Na základě výsledků D-optimálního plánu měření jsme provedli nové měření, získali nový observační vektor (90) a zkonstruovali jsme model nepřímého měření

„nové“ funkce bez podmínek, ze kterého jsme získali tento odhad neznámého vektorového parametru  $\hat{\Theta}_\delta$ , tj.

$$\hat{\Theta}_\delta = 1,0 \cdot 10^{-4} \cdot \begin{pmatrix} 464,92008 \\ 0,10891 \end{pmatrix}.$$

Po dosažení tohoto odhadu do předpisu funkce (83) jsme provedli aproximaci naměřených dat, která je uvedena na obrázku 12. Variance tohoto odhadu nezná-



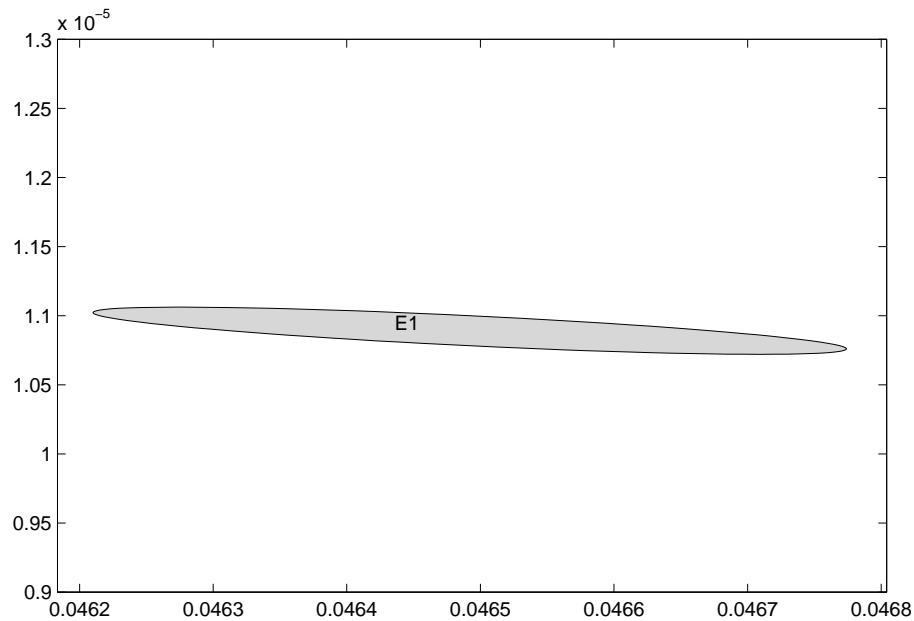
Obrázek 12: Aproximace naměřených dat „novou“ funkcí v situaci po stanovení D-optimálního plánu měření - model bez podmínky.

mého vektorového parametru  $\hat{\Theta}_\delta$  je

$$\text{Var}(\hat{\Theta}_\delta) = 1,0 \cdot 10^{-11} \cdot \begin{pmatrix} 1327,71695 & -0,61802 \\ -0,61802 & 0,00048 \end{pmatrix}.$$

I v tomto případě jsme dosáhli menší variance než u odhadu získaného před stanovením optimálního návrhu měření, opět se tedy potvrzuje, že kritérium D-optimality minimalizuje konfidenční elipsoid odhadu neznámého vektorového parametru  $\hat{\Theta}$ .

Z varianční matice sestavíme oblast spolehlivosti, viz obrázek 13. Nyní jsme opět



Obrázek 13: Oblast spolehlivosti odhadu vektorového parametru „nové“ funkce po stanovení D-optimálního plánu měření.

vypočetli reziduální rozptyl a index determinace, tj.

$$s_e^2 = 1,46906 \cdot 10^{-10},$$

$$I = 0,99999.$$

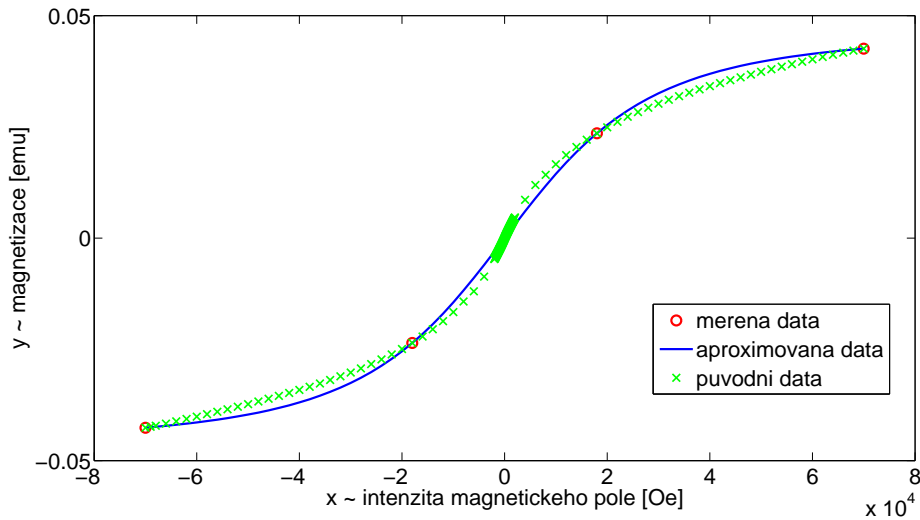
#### 4.6 Neúplné přímé měření „nové“ funkce se systémem podmínek typu II - dle výsledků D-optimálního návrhu měření

Z měření provedeného dle D-optimálního návrhu sestojíme navíc model neúplného přímého měření vektorového parametru se systémem podmínek typu II, abychom mohli porovnat dosažené výsledky odhadu neznámého vektorového pa-

rametru  $\Theta_\delta$ . Získané odhady jsou následující,

$$\widehat{\Theta}_\delta = 1,0 \cdot 10^{-4} \cdot \begin{pmatrix} 464,92008 \\ 0,10891 \end{pmatrix},$$

a po dosazení do předpisu funkce (83) aproximujeme naměřená data, jak je vidět na obrázku 14. Dále jsme pro odhad neznámého vektorového parametru  $\widehat{\Theta}_\delta$



Obrázek 14: Aproximace měřených dat „novou“ funkcí v situaci po stanovení D-optimálního plánu měření - model se systémem podmínek.

vypočetli kovarianční matici, která má podobu

$$\text{Var}(\widehat{\Theta}_\delta) = 1,0 \cdot 10^{-11} \cdot \begin{pmatrix} 1327,71695 & -0,61802 \\ -0,61802 & 0,00048 \end{pmatrix}.$$

Opět jsme dosáhli ekvivalentních výsledků, avšak numerická nestabilita výpočtu této matice byla ještě výraznější než v případě Langevinovy funkce, a proto nestačilo pouze vytknout chybu měřícího přístroje  $\sigma^2$ . Museli jsme vytknout i relativní četnost měření, tedy výraz  $\frac{\sigma^2}{(113.3)}$ , čímž jsme získali téměř identickou varianční matici  $\Sigma$ . Pak jsme již mohli vypočítat vztah (39) a takto dosažený výsledek



přenásobit hodnotou  $\frac{\sigma^2}{(113.3)}$ . Následně jsme určili reziduální rozptyl, resp. index determinace tohoto modelu, tj.

$$s_e^2 = 1,46906 \cdot 10^{-10},$$

$$I = 0,99999.$$

## 5 Závěr

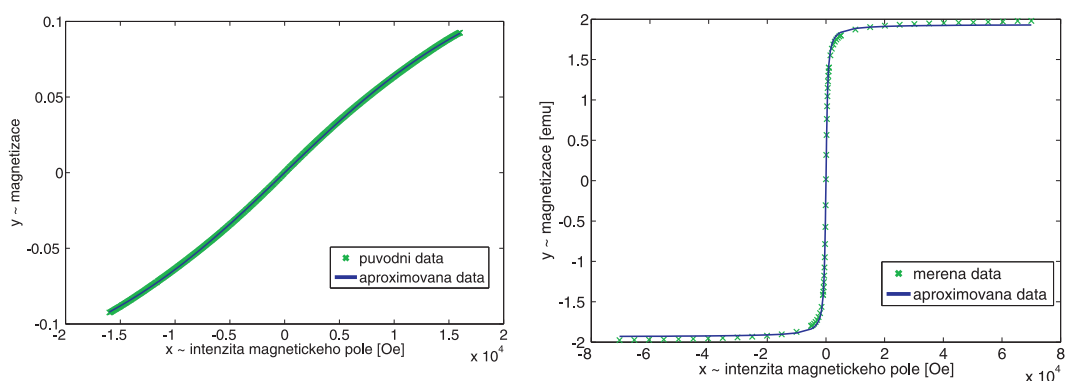
Měření magnetizace nanomateriálových sloučenin není jen procesem získávání dat, ale především nositelem stěžejní informace, jenž o daném vzorku mnohé vypoví. V průběhu zpracování předkládané práce jsme se o této fyzikální veličině snažili dozvědět co nejvíce informací a získané znalosti poté využít k další analýze. Strukturu této práce jsme volili tak, aby byla jakýmsi malým „průvodcem“ naší několikaměsíční práci, bádáním a především poznáním.

Již na prvních stránkách jsme se snažili nastínit, jakým směrem se vydáme a čeho se budeme snažit dosáhnout. Položili jsme si několik otázek, na které jsme průběžně hledali odpovědi. Formulace těchto otázek vyplývala z podstaty analyzované problematiky zabývající se optimálním měřením a následnou aproximací naměřených dat reprezentujících magnetizaci konkrétní sloučeniny nanomateriálu popsanou hysterezní smyčkou. Ve snaze tyto odpovědi nalézt, jsme k řešení použili teorii regresních modelů ve spojitosti s teorií optimálního návrhu měření. Nyní konkrétně popíšeme, jakých výsledků jsme dosáhli a zodpovíme tak otázky položené v úvodu této práce.

První a zároveň stěžejní otázkou bylo, zda je vhodnější pro aproximaci dat získaných z měření sloučeniny  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  použít funkci (1) nebo (2). Na tomto místě zpracování jsme narazili na největší a doposud nevyřešený problém, neboť se nám nepodařilo užitím teorie regulárních regresních modelů analyzovat Brillouinovu funkci z důvodu singularity matice plánu v odpovídajícím regresním modelu. Protože řešení tohoto problému bylo nad rámec této práce a prozatím nejsou známy numerické studie navržených algoritmů pro řešení singulárních modelů, bylo třeba nalézt alternativní řešení. Po důkladné konzultaci s pracovníky Nanocentra UP a rešerši vědeckých publikací z oblasti nanomateriálového výzkumu [3] jsme zvolili možnost Brillouinovu funkci nahradit funkcí „novou“ (83). Dále jsme tedy analyzovali funkce (1) a (83), ve kterých vystupovaly dva neznámé parametry, jejichž hodnoty jsme se snažili co nejpřesněji odhadnout. Tento cíl se nám již podařilo

naplnit.

Protože námi zvolený přístup k hledání odhadů neznámých parametrů jednoznačně charakterizujících fyzikální vlastnosti daného nanomateriálu doposud nebyl nijak uceleně zpracován, ověřili jsme samotnou funkčnost navržených regresních modelů na dvou poskytnutých etalonových vzorcích magnetických nanomateriálů. Data získaná z měření prvního vzorku spňovala všechny fyzikální předpoklady k tomu, aby pro jejich aproximaci byla použita Langevinova funkce (1). Naopak data naměřená na druhém vzorku plně vyhovovala fyzikálním předpokladům k jejich následné aproximaci užitím „nové“ funkce (83). Pro názornost uvádíme grafickou vizualizaci dosažených výsledků z regresního modelu nepřímého měření vektorového parametru bez podmínek (viz obrázek 15).



Obrázek 15: Aproximace etalonových dat Langevinovou a „novou“ funkcí.

Tyto výsledky mimo jiné demonstrují korektnost využití regresních modelů pro zadanou úlohu. Jelikož je problematika aproximace dat funkčními předpisy úzce spjata s počtem provedených měření a informační vydatností jednotlivých bodů měření, zabývali jsme se dále, jak jsme stanovili i v úvodu práce, právě touto otázkou. Zajímalo nás, jestli je skutečně potřebné provádět měření magnetizace ve všech bodech reprezentujících intenzitu vnějšího magnetického pole nebo je možné některé body z měření vypustit. Na tuto otázku jsme našli odpověď užitím teorie D-optimálního návrhu měření, kdy jsme tohle kritérium optimality

volili především pro jeho vlastnost minimalizace kovarianční matice získaných odhadů neznámých parametrů. Na základě dosažených výsledků jsme doporučili provádět měření ve čtyřech bodech, neboť právě tyto body jsou nositelem podstatné informace pro numerickou studii a další zpracování. V přehledové tabulce uvádíme finanční úspory, kterých se podařilo dosáhnout D-optimálním návrhem měření. Tyto úspory se týkají měření jednoho vzorku nanočástic. V praxi se však provádí pozorování velkého počtu vzorků, a tedy finanční efekt je skutečně značný.

	před designem	po designu
počet teplotních stabilizací (různých teplot)	150	4
doba měření	5h 25 min	0h 48 min
spotřeba hélia	3,1 l	0,7 l
náklady na provoz magnetometru (1h=150 Kč)	813 Kč	120 Kč
cena hélia (1l=270 Kč)	837 Kč	189 Kč
celkové náklady	1650 Kč	309Kč

Tabulka 1: Finanční úspory po aplikaci designu experimentu.

Jak již bylo řečeno, nosné téma této práce bylo posouzení vhodnosti použití navržených funkčních předpisů (1) a (83) pro aproximaci naměřených dat magnetizace nanomateriálu. Jako nejvhodnější se nám zdálo učinit tohle rozhodnutí na základě vypočtených hodnot reziduálního rozptylu obou funkcí, při užití regresního modelu nepřímého měření vektorového parametru bez podmínek. V přehledové tabulce 2 uvádíme výsledné hodnoty, na jejichž základě jsme doporučili použít pro aproximaci dat získaných z měření nanočástic  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  „novou“ funkci (83).

<b>Langevinova funkce</b>	Model před designem	Model po designu
Odhad parametru $\Theta_1$	$51,27512 \cdot 10^{-3}$	$50,97120 \cdot 10^{-3}$
Odhad parametru $\Theta_2$	$0,07940 \cdot 10^{-3}$	$0,08696 \cdot 10^{-3}$
Variance odhadu parametru $\Theta_1$	$27,78794 \cdot 10^{-8}$	$17,00963 \cdot 10^{-9}$
Variance odhadu parametru $\Theta_2$	$0,00034 \cdot 10^{-8}$	$0,00024 \cdot 10^{-9}$
Reziduální rozptyl	$2,14405 \cdot 10^{-6}$	$1,54641 \cdot 10^{-10}$
Index determinace	0,99565	0,99999
<b>„Nová“ funkce</b>	Model před designem	Model po designu
Odhad parametru $\Theta_1$	$432,02105 \cdot 10^{-4}$	$464,92008 \cdot 10^{-4}$
Odhad parametru $\Theta_2$	$0,12137 \cdot 10^{-4}$	$0,10891 \cdot 10^{-4}$
Variance odhadu parametru $\Theta_1$	$1295,06802 \cdot 10^{-10}$	$1327,71695 \cdot 10^{-11}$
Variance odhadu parametru $\Theta_2$	$0,00077 \cdot 10^{-10}$	$0,00048 \cdot 10^{-11}$
Reziduální rozptyl	$1,48418 \cdot 10^{-6}$	$1,46906 \cdot 10^{-10}$
Index determinace	0,99699	0,99999

Tabulka 2: Finanční úspory po aplikaci designu experimentu.

Z tabulky je patrné, že výše uvedené rozhodnutí o vhodnosti užití „nové“ funkce pro aproximaci dat získaných z měření  $\gamma$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$  nemůže být považováno za zcela jednoznačně prokazatelné, a to z důvodu minimálního rozdílu v hodnotách reziduálního rozptylu obou funkcí. Tato skutečnost ovšem zcela vystihuje charakter řešeného problému, neboť ani z fyzikálního hlediska není stále zcela jasné, kterou funkci pro aproximaci naměřených dat použít.

Hlavním cílem této práce nebylo ale pouze odhadnout neznámé parametry nebo optimalizovat měření. Především jsme se snažili o prezentaci jiného přístupu k doposud používané analýze naměřených dat a přispět alespoň malým kouskem k dalšímu poznání doposud neprozkoumaného „magnetického nanosvěta“. V průběhu zpracování jsme narazili na řadu zajímavostí a témat, jejichž problematice se chceme v budoucnu nadále věnovat.

## Literatura

- [1] Anděl, J.: Základy matematické statistiky, Univerzita Karlova v Praze, Praha 2002
- [2] Anděl, J.: Statistické metody, Univerzita Karlova v Praze, Praha 2007
- [3] Arrott, A. S.: Aproximations to Brillouin functions for analytic descriptions of ferromagnetism, J. Appl. Phys. 103, 2008, 07C715
- [4] Blundell, S.: Magnetism in Condensed Matter, Oxford University Press, Oxford 2003
- [5] Craik, D. J.: Magnetism: Principles and Applications, John Wiley and Sons, New York, 1995
- [6] Fedorov, V. V.: Theory of optimal experiments, Academic Press New York, 1972
- [7] Fišerová, E., Kubáček, L., Kunderová, P.: Linear Statistical Models - Regularity and Singularities, Academia Praha, 2007
- [8] O'Handley, R. C.: Modern Magnetic Materials: Principles and Applications, John Wiley and Sons, New York, 1999
- [9] Jiles, D.: Introduction to Magnetism and Magnetic Materials, Second Edition, Chapman and Hall, London, 1997
- [10] Kubáček, L., Kubáčková, L.: Statistika a metrologie, UP Olomouc, 2000
- [11] Kubáček, L.: Základy teórie odhadu, Veda, Bratislava 1983
- [12] Kubáčková, L.: Joint confidence and treshold ellipsoids in regression models, Tatra Mountains, 1996, 7: 157 - 160

- [13] Marek, J., Tučková, M., Tuček, P.: Aproximace Langevinovou funkcí, Forum Statisticum Slovaca 3/2009, ISSN 1336-7420, art.no. 19
- [14] Pankhurst, Q. A., Pollard, R. J.: Applied Field Mössbauer Spectroscopy of Magnetic Powders, In Mössbauer Spectroscopy Applied to Magnetism and Materials Science, Plenum Press, New York, 1993, p. 77.
- [15] Pázman, A.: Základy optimalizácie experimentu, Veda, Bratislava 1980
- [16] Poole, Ch. P., Owens F. J.: Introduction to Nanotechnology, John Wiley and Sons, New York, 2003
- [17] Tuček, P.: Statistické inferencie v nelineárných modeľoch, Disertační práce, UP Olomouc 2009
- [18] Tučková, M., Kubáček, L., Marek, J., Tuček, P., Tuček, J.: Design experimentu pro regresní model měření magnetizace v nanomateriálovém výzkumu, Sborník REQUEST 2009