LES PLANS D'EXPERIENCES

Cours Master 2 SPAE

UM II – 2009/2010

Intervenant : Sébastien Preys (Ondalys)

D. BENOIT, S. GERMAIN-TOURBIER, Y. TOURBIER
Plans d'expériences : construction et analyse
Lavoisier, Tec & Doc, 1995

G.E.P. BOX, N.R. DRAPER
Empirical model – Building and response surfaces
Wiley, 1987

M.C. GACULA, J.R. JAGBIR SINGH
Statistical methods in food and consumer research
Academic Press, 1984

G. SADO, M.C. SADO
Les plans d'expériences
Afnor Technique, 1991

I – Introduction

- Autour de nous, le monde est multifactoriel

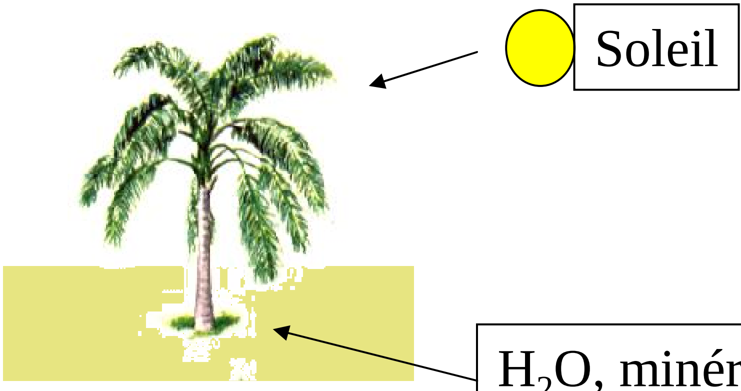
Par exemple :

- Le fonctionnement d’un organisme vivant
- La réactivité des composés chimiques
- Le comportement physique d’un matériau

dépendent tous de **nombreux paramètres**

I.1 - Le monde est multifactoriel / multivarié

- Le fonctionnement d'un organisme vivant

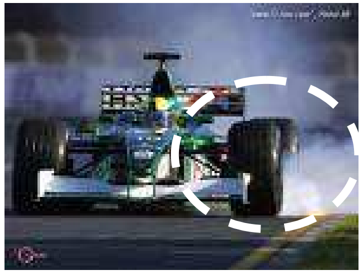


- La réactivité des composés chimiques

$$A + B \rightarrow C + D$$

T°, Pression, Catalyseur

- Le comportement physique d'un matériau



Adhérence du pneu dépend :

T°
Poids voiture
Réglage suspensions, …

I.1 - Le monde est multifactoriel / multivarié

- Il y a aussi plusieurs **réponses** !

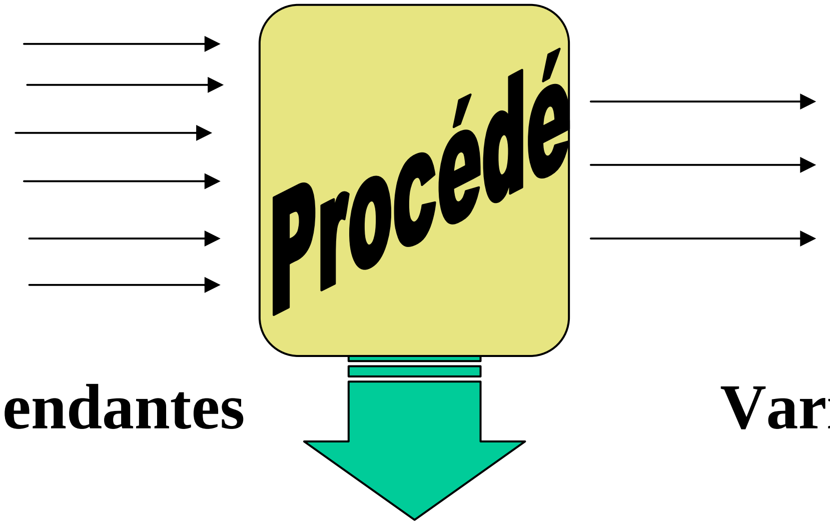
  – Plante : croissance, production de fruits / feuilles , enracinement, …

  – Réaction chimique : vitesse de réaction, rendement, …

  – Pneu : adhérence, usure, élasticité, …

- <u>Schéma général de la problématique</u>

Paramètres :
- influents
- non influents



Réponses :
- significatives
- non significatives

Variables indépendantes

Variables dépendantes

Modéliser ?

Interpréter ?

- <u>Dans la Recherche ou en milieu Industriel</u>

➢ Historique

1850 - 1975: **Approche univariée**

- Une variable (paramètre) spécifique à la fois
- Limites dans le nombre de mesures

1975 – aujourd’hui : **Méthodes multivariées**

- Mesure moins chère, mais faire des expériences = cher
- Développement de méthodes mathématiques adaptées
- Puissance de calcul des ordinateurs

- Définition

Terme introduit en 1972 par Swante Wold :

La chimiométrie est la discipline chimique qui utilise les méthodes mathématiques et statistiques pour :

- *Mettre au point et sélectionner les procédures optimales pour faire des expériences et des mesures*

- *Obtenir le maximum d'information chimique à partir de l'analyse des données*

Ce n’est pas que des maths ! (ouf !)

- 10 % Mathématiques
- 20 % Statistiques
- 30 % de bon sens
- 40 % de connaissances en chimie et sur les procédés

I.2 – La chimiométrie

➢ <u>Outils de la chimiométrie</u>

- Pour optimiser les expériences c'est-à-dire avoir le max. d'information avec le moins d'expériences → **Plans d'expériences**

- Décrire des phénomènes à partir d'une multitude de variables (données multivariées)→ **Analyse descriptive / exploratoire**

- Modéliser des phénomènes à partir d'une multitude de variables

→ **Régression multilinéaire**

II – Principe des plans d'expériences

➢ <u>Objectifs</u>

Ensemble de méthodes permettant de :

- **Planifier** des expériences qui permettent d'obtenir l'information la plus riche possible

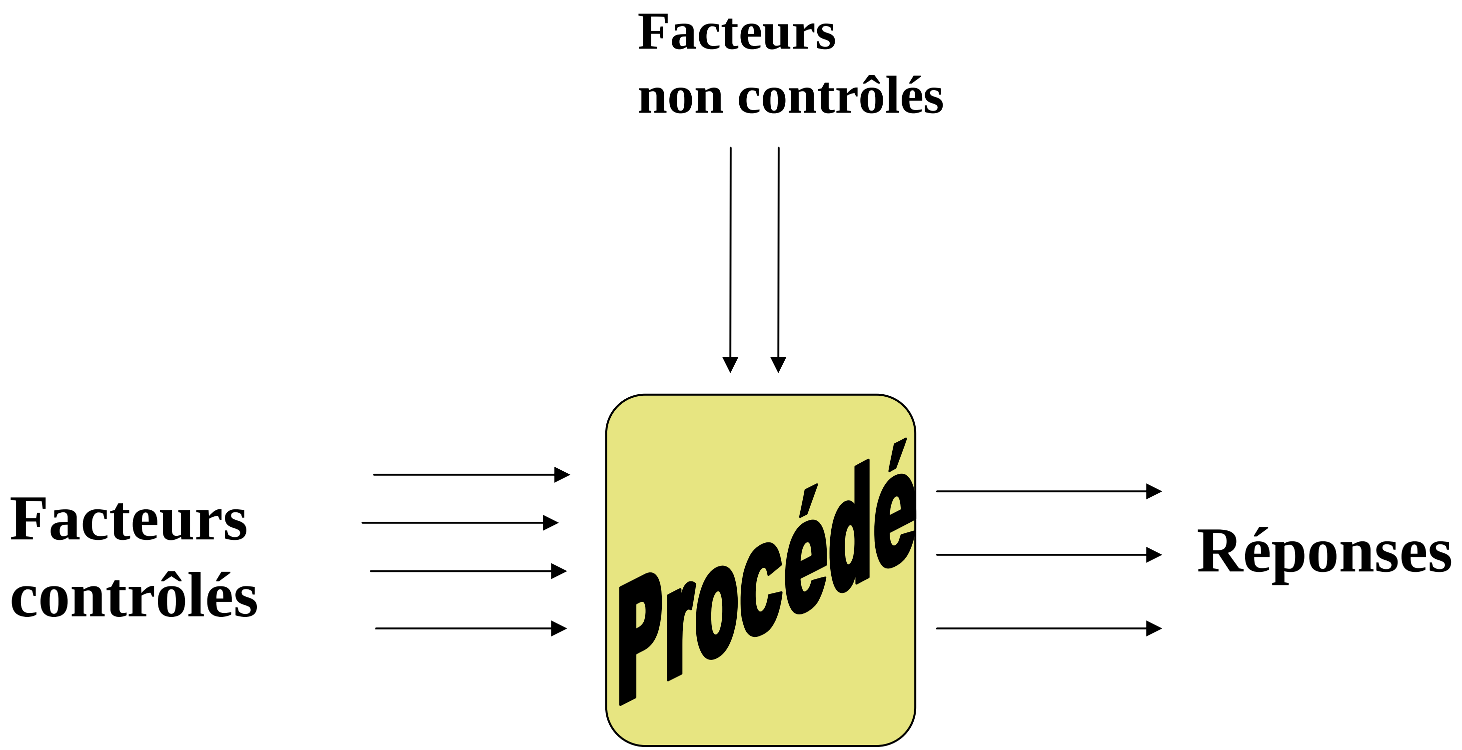
- **Minimiser** le nombre d'expériences (coût)

- **Interpréter** les résultats des expériences

⇨ **Amélioration de la qualité et de la sécurité des produits et procédés**

II.1 – Principe

- Schéma



Facteur contrôlé = paramètre mesurable et réglable indépendamment

= variable quantitative ou qualitative

- Méthodologie pour :

- **Sélectionner** les facteurs influents sur la réponse (criblage de facteurs)

- **Décrire, et éventuellement valider,** un modèle des variations de la réponse en fonction des variations des facteurs (surfaces de réponse)

- Trouver une combinaison de facteurs conduisant à une **optimisation** de la réponse (surfaces de réponse)

1 - **Maillage et expérience à chaque nœud**

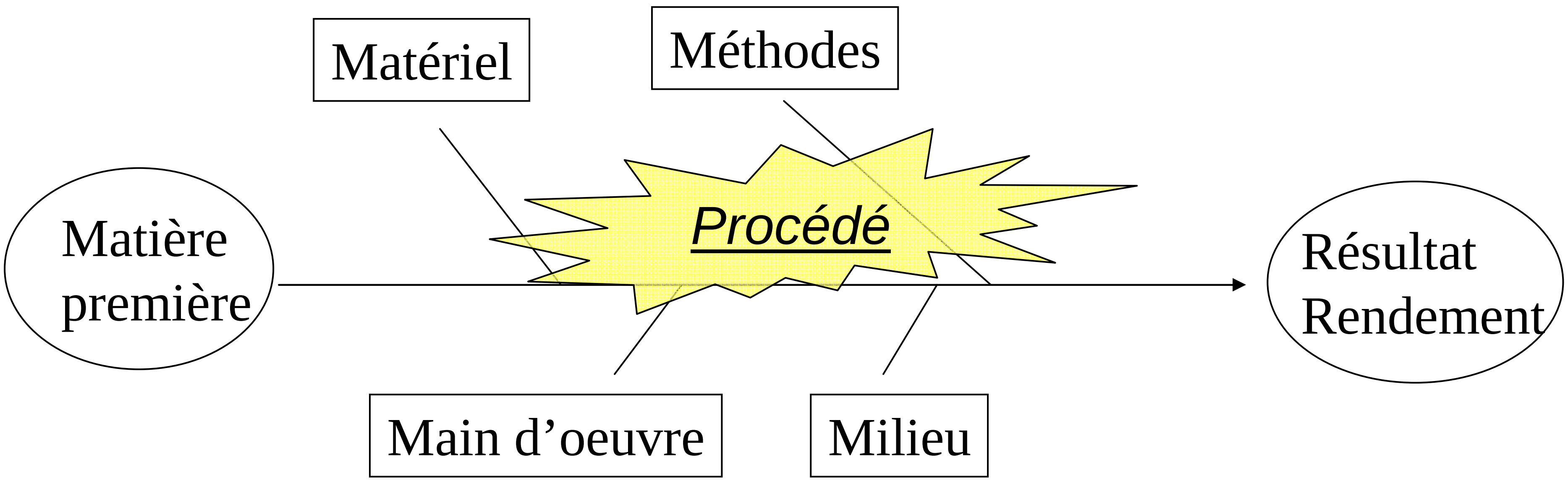
→ m^k expériences (k facteurs à m niveaux) !

2 - **Variation d'1 facteur à la fois**

→ Ne tient pas compte des interactions de facteurs (faux optimum) !

3 - **Autre stratégie ?**

Diagramme d'Ishikawa :



→ Identification des sources de variabilité

⇨ **Choix des facteurs contrôlés à étudier**

Exemple discuté par Hotelling :

- <u>Objectif</u> = peser 3 objets à l'aide d'une balance à 2 plateaux dont le 0 est mal réglé

⬍

Trouver masses m_j (j = 1, 2, 3) de variances minimales

$$\mathrm{var}(x) = \sigma_{\bar{x}}^2 = \frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2$$

à partir des pesées successives indépendantes dont les résultats sont r_i avec var $(r_i) = \sigma^2$ (erreur expérimentale)

- <u>Méthode 1</u> = la plus intuitive

Matrice d'expériences

$$\begin{array}{cc} & m_j \\ r_i & \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ +1 & 0 & 0 \\ 0 & +1 & 0 \\ 0 & 0 & +1 \end{pmatrix} \end{array}$$

$$\begin{aligned} r_1 &= m_0 \\ r_2 &= m_1 + m_0 \\ r_3 &= m_2 + m_0 \\ r_4 &= m_3 + m_0 \end{aligned} \quad \Longrightarrow \quad \begin{aligned} m_0 &= r_1 \\ m_1 &= r_2 - r_1 \\ m_2 &= r_3 - r_1 \\ m_3 &= r_4 - r_1 \end{aligned}$$

et **$\mathrm{var}(m_1) = 2\sigma^2$**

- Méthode 2 = répétitions

Matrice d'expériences = 2 fois la précédente (2 blocs)

d'où $m_1 = (r_2 + r_2')/2 - (r_1 + r_1')/2$

et **var (m_1)** $= 4\sigma^2/4$ $\boldsymbol{= \sigma^2}$

⇨ variance divisée par 2 mais nombre d'expériences multiplié par 2

II.4 – Exemple de la pesée

- <u>Méthode 3</u> = utilisation des 2 plateaux de la balance

Matrice d'expériences

$$
\begin{array}{cc}
 & m_j \\
r_i & \begin{pmatrix} -1 & -1 & -1 \\ +1 & -1 & -1 \\ -1 & +1 & -1 \\ -1 & -1 & +1 \end{pmatrix}
\end{array}
$$

$$
\begin{aligned}
r_1 &= -m_1 - m_2 - m_3 + m_0 \\
r_2 &= m_1 - m_2 - m_3 + m_0 \\
r_3 &= -m_1 + m_2 - m_3 + m_0 \\
r_4 &= -m_1 - m_2 + m_3 + m_0
\end{aligned}
\quad \Longrightarrow \quad
\begin{aligned}
m_0 &= (-r_1 + r_2 + r_3 + r_4)/2 \\
m_1 &= (r_2 - r_1)/2 \\
m_2 &= (r_3 - r_1)/2 \\
m_3 &= (r_4 - r_1)/2
\end{aligned}
$$

et **var** $(\mathbf{m_1}) = 2\sigma^2/4 = \boldsymbol{\sigma^2/2}$

⇨ variance divisée par 4 et même nombre d'expériences

II.4 – Exemple de la pesée

➢ <u>Méthode 4</u> = seulement première expérience changée

Matrice d'expériences

$$\begin{array}{cc} & m_j \\ r_i & \begin{pmatrix} +1 & +1 & +1 \\ +1 & -1 & -1 \\ -1 & +1 & -1 \\ -1 & -1 & +1 \end{pmatrix} \end{array}$$

$$\begin{aligned} r_1 &= +m_1 + m_2 + m_3 + m_0 \\ r_2 &= m_1 - m_2 - m_3 + m_0 \\ r_3 &= -m_1 + m_2 - m_3 + m_0 \\ r_4 &= -m_1 - m_2 + m_3 + m_0 \end{aligned} \quad \Longrightarrow \quad \begin{aligned} m_0 &= (r_1 + r_2 + r_3 + r_4)/4 \\ m_1 &= (r_1 + r_2 - r_3 - r_4)/4 \\ m_2 &= (r_1 - r_2 + r_3 - r_4)/4 \\ m_3 &= (r_1 - r_2 - r_3 - r_4)/4 \end{aligned}$$

et **var (m_1)** = $4\sigma^2/16$ **= $\boldsymbol{\sigma^2/4}$**

⇨ variance divisée par 8 et même nombre d'expériences

⇨ La qualité de l’information dépend :

- du nombre d’expériences

- mais également d’un choix judicieux de ces expériences

III – Plans factoriels complets 2^k

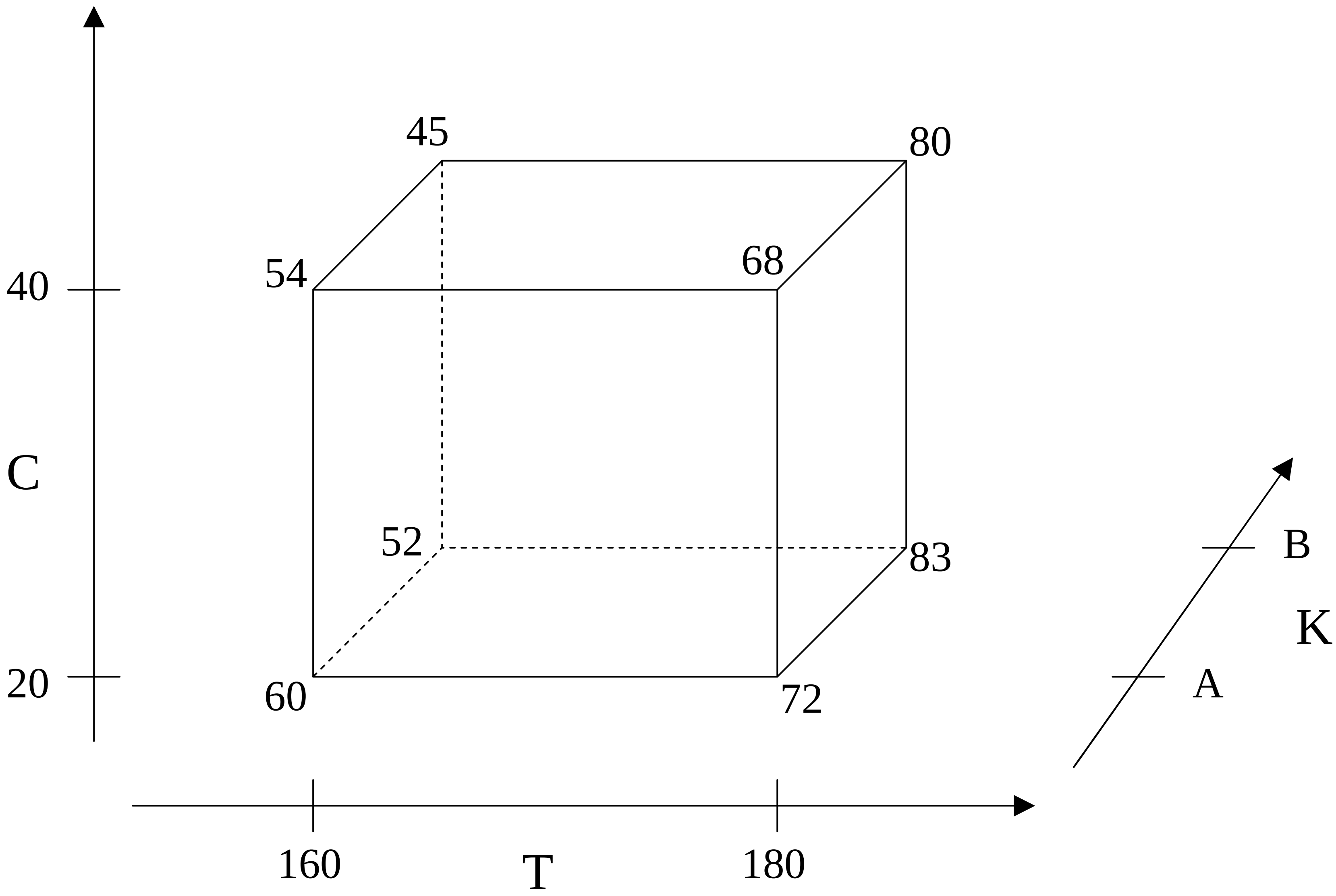
III.1 – Exemple : réaction chimique

➢ <u>Exemple</u> : Etude du rendement d'une réaction chimique dépendant de 3 facteurs

Ordre	Température (°C) T	Concentration (%) C	Catalyseur K	Rendement Y
1	160	20	A	60
2	180	20	A	72
3	160	40	A	54
4	180	40	A	68
5	160	20	B	52
6	180	20	B	83
7	160	40	B	45
8	180	40	B	80
1	-1	-1	-1	60
2	+1	-1	-1	72
3	-1	+1	-1	54
4	+1	+1	-1	68
5	-1	-1	+1	52
6	+1	-1	+1	83
7	-1	+1	+1	45
8	+1	+1	+1	80

matrice expérimentale

III.1 – Exemple : réaction chimique



- Effet principal de T :

Définition :

= différence entre la moyenne des niveaux hauts et la moyenne des niveaux centraux

= demi-différence entre la moyenne des niveaux hauts et la moyenne des niveaux bas

Pour T :

$y_+ = (72 + 68 + 83 + 80) / 4$

$y_- = (60 + 54 + 52 + 45) / 4$

T = 1/2 (y_+ - y_-) = 1/2 [(303 – 211) / 4] **= +11,5**

⇨ On gagne **en moyenne** 11,5 points de rendement pour T

Exercice : Calculer les effets de C et K :

→ Autre méthode de calcul : à partir de la matrice expérimentale

- <u>Interactions de 1er ordre</u> :

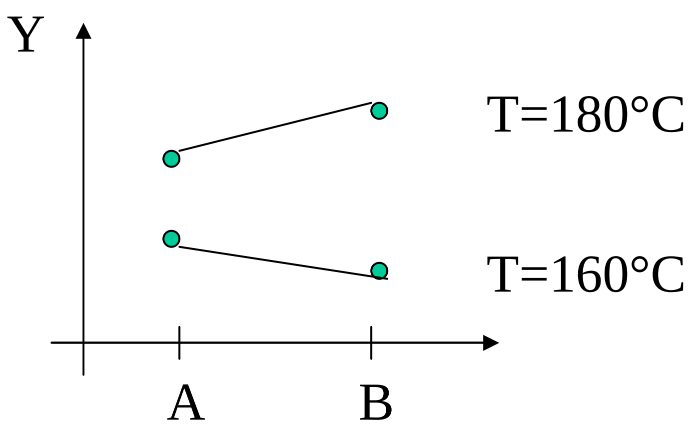
Effet moyen T de 11,5, mais plus fort avec catalyseur B que A :

K = B : effet température = (83 + 80) /2 – (45 + 52) / 2 = +33

K = A : effet température = (72 + 68) /2 – (60 + 54) / 2 = +13

TK (ou T*K) = 1/2 [(33 - 13) /2] = **+5**

= moyenne des effets /2



$$\begin{array}{c} TK \\ \begin{pmatrix} +1 \\ -1 \\ +1 \\ -1 \\ -1 \\ +1 \\ -1 \\ +1 \end{pmatrix} \end{array}$$

Définition :

L’interaction entre deux facteurs 1 et 2 est la demi-différence entre l’effet du facteur 1 au niveau haut du facteur 2 et l’effet du facteur 1 au niveau bas du facteur 2

Exercice : Calculer les effets TC et CK :

➢ <u>Interaction de 2nd ordre</u> :

K = B : TC_B = (52 + 80) /2 – (83 + 45) / 2 = +2

K = A : TC_A = (60 + 68) /2 – (72 + 54) / 2 = +1

TCK (ou T*C*K) = 1/2 [(2 – 1) /2] = **+0,25**

$$\begin{array}{c} \text{TCK} \\ \begin{pmatrix} -1 \\ +1 \\ +1 \\ -1 \\ +1 \\ -1 \\ -1 \\ +1 \end{pmatrix} \end{array}$$

⇨ Pour info., mais difficile à interpréter…

III.3 – Présentation des résultats

- <u>Erreur sur Y :</u>

Erreur totale sur Y = erreur aléatoire (= expérimentale)

+ erreur systématique

estimée par des calculs statistiques (σ_y)

effets blocs et dérives corrigées par des méthodologies particulières

III.4 – Significativité des effets

➢ Erreur expérimentale :

Erreur expérimentale de l’appareil mesurant la réponse

→ Erreur se répercute sur le calcul des effets (σ_E)

⇨ Nécessité de calculer la significativité des effets (nuls ou non ?)

3 cas pratiques :

1/ on connaît l’erreur expérimentale σ_y

2/ l’erreur est calculée par répétition d’une expérience

3/ estimation à l’aide des interactions d’ordre élevé

1/ On connaît l'erreur expérimentale σ_y :

$$E = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} \pm y_i \qquad \text{d'où} \qquad \sigma_E^2 = \frac{1}{n^2}\sum_{i=1}^{n}\sigma_y^2 = \frac{1}{n}\sigma_y^2 \qquad \text{et} \qquad \sigma_E = \frac{\sigma_y}{\sqrt{n}}$$

Exemple précédent :

Si $\sigma_y = 2$, alors $\sigma_E = 2/\sqrt{8} = 0{,}707$

Si l'on considère une distribution normale des effets avec un écart-type de $\sigma_E = 0{,}70$, alors

- au seuil $\alpha = 5\%$, effet significatif (non nul) si > $1{,}96*\sigma_E$ (=1,39)
- au seuil $\alpha = 1\%$, effet significatif (non nul) si > $2{,}58*\sigma_E$ (=1,82)

2/ L'erreur est calculée par répétition d'une expérience (pure error) :

On estime l'erreur s_y en effectuant m mesures r_i au même point expérimental :

$$s_y^2 = \frac{1}{m-1}\sum_{i=1}^{m}(r_i - \bar{r})^2 \quad \text{et} \quad \sigma_E = \frac{s_y}{\sqrt{n}}$$

Si m n'est pas grand (<30), alors effets ne suivent pas loi normale mais de Student

υ

seuil de significativité	1	2	3	4	5	9
90%	6,31	2,92	2,35	2,13	2,01	1,83
95%	12,71	4,30	3,18	2,78	2,57	2,26
99%	63,66	9,92	5,84	4,60	4,03	3,25

! υ = degrés de liberté = m-1

→ au seuil α, effet significatif (non nul) si > $t_{(1-\alpha,\upsilon)} * \sigma_E$

3/ Estimation à l’aide des interactions d’ordre élevé (total error) :

On estime l’erreur s_E en supposant que les interactions d’ordre élevé (>1) sont nulles (suivent une loi normale de moyenne nulle). Leur variance est alors :

$$s_E^2 = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^{p} I_i^2$$

! p et non pas p-1car moyenne nulle

→ test de Student pour tester significativité des effets principaux et des interaction de premier ordre

Autre méthode (graphique) : la droite de Henri

IV – Plans factoriels fractionnaires 2^{k-p}

1/ Quand le nombre de facteurs augmente, les plans complets se révèlent coûteux !

2/ De plus, toute l'information extraite n'est pas nécessairement interprétable ou indispensable (effets d'interactions d'ordre élevé)

⇨ **sélection parmi les 2^k expériences d'un sous-ensemble judicieusement choisi**

Très utile notamment dans une stratégie de **screening** de facteurs

IV.1 – Exemple : plan fractionnaire 2^{3-1}

➢ Exemple : Etude du rendement d'une réaction chimique dépendant de 3 facteurs

plan complet 2^3

essai	**moy. I**	**fact. T**	**fact. C**	**fact. K**	**inter. TC**	**inter. TK**	**inter. CK**	**inter. TCK**	**rép. Y**
1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	50
2	+1	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	72
3	+1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	54
4	+1	+1	+1	-1	+1	-1	-1	-1	78
5	+1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	52
6	+1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	-1	72
7	+1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	-1	50
8	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	80
effets									

Exercice : Calculer les différents effets associés à cette matrice expérimentale

➢ Exemple : Etude du rendement d'une réaction chimique dépendant de 3 facteurs

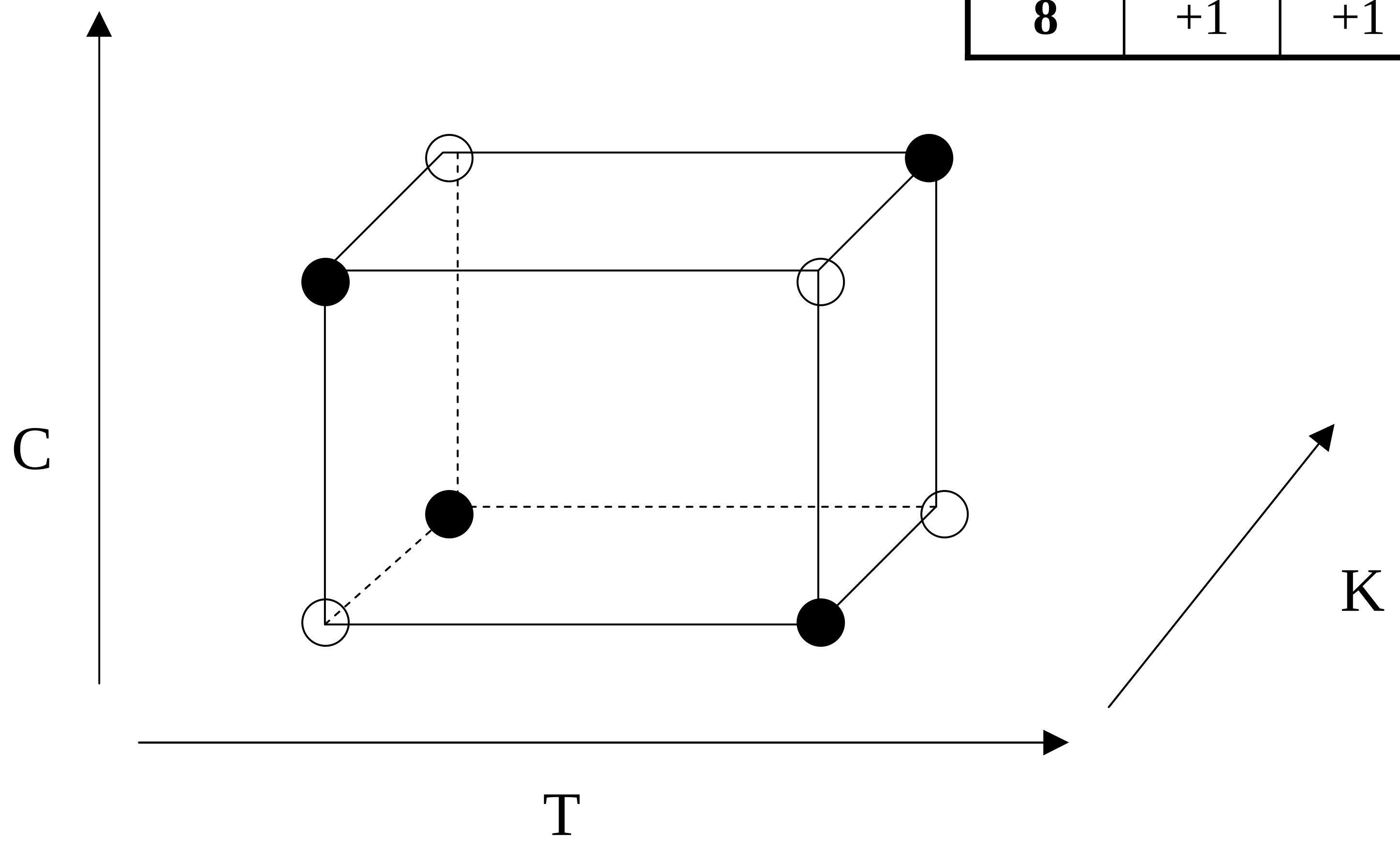
plan complet 2^3

essai	moy. I	fact. T	fact. C	fact. K	inter. TC	inter. TK	inter. CK	inter. TCK	rép. Y
1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	50
2	+1	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	72
3	+1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	54
4	+1	+1	+1	-1	+1	-1	-1	-1	78
5	+1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	52
6	+1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	-1	72
7	+1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	-1	50
8	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	80
effets									

Quelles expériences choisir pour garder une information pertinente ?

Choix de 4 expériences parmi les 8 :

essai	T	C	K	Y
2	+1	-1	-1	72
3	-1	+1	-1	54
5	-1	-1	+1	52
8	+1	+1	+1	80



Exercice : Calculer les effets du nouveau plan expérimental réduit

IV.1 – Exemple : plan fractionnaire 2^{3-1}

⇨ prix à payer : effets principaux et certains effets d'interactions confondus :

Pour le nouveau plan fractionnaire :

$T = E_1 + E_{23}$; $C = E_2 + E_{13}$; $K = E_3 + E_{12}$

essai	I	T	C	K	TC	TK	CK	TCK
2	+1	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1
3	+1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1
5	+1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	+1
8	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1
1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1
4	+1	+1	+1	-1	+1	-1	-1	-1
6	+1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	-1
7	+1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	-1

IV.1 – Exemple : plan fractionnaire 2^{3-1}

➢ <u>Notations (Box) :</u>

On dit que les effets 1 et 23 sont aliasés : 1 = 23

I = 123 est appelé générateur d'aliases

IV.2 – Méthode de construction des plans 2^{k-p}

2^{3-1} :

$\rightarrow$ Plan complet 2^2 + modalités du facteur 3 identiques à celles de l'interaction 12

I = 123 donc 3 = 12

2^{5-1} :

$\rightarrow$ Plan complet 2^4 + modalités du facteur 5 identiques à celles de l'interaction 1234

I = 12345 donc 5 = 1234

2^{6-2} :

$\rightarrow$ Plan complet 2^4 + modalités des facteurs 5 et 6 identiques à celles des interactions 123 et 234 par exemple

5 = 123 et 6 = 234 donc I = 1235 et I = 2346

⇨ **p générateurs d'aliases**

- <u>Screening de facteurs :</u>

- les effets des interactions d’ordre supérieur à 1 sont en général négligés

- si 2 effets sont non significatifs, on considère que l’effet de leur interaction l’est aussi

V – Corrections d’erreurs systématiques

Dans certains cas, impossibilité de réaliser toutes les expériences dans des conditions strictement identiques (température, jour,..)

→ **division d'un plan complet en blocs**, de façon à ce que l'effet bloc ne soit pas confondu avec l'effet d'un facteur, et que les blocs soient homogènes

⇨ **faire jouer au bloc l'effet d'un nouveau facteur**

➢ Exemple d'un plan 2^3 :

B1 = 123

	essai	I	1	2	3	12	13	23
bloc 1	**2**	+1	+1	-1	-1	-1	-1	+1
	3	+1	-1	+1	-1	-1	+1	-1
	5	+1	-1	-1	+1	+1	-1	-1
	8	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1
bloc 2	**1**	+1	-1	-1	-1	+1	+1	+1
	4	+1	+1	+1	-1	+1	-1	-1
	6	+1	+1	-1	+1	-1	+1	-1
	7	+1	-1	+1	+1	-1	-1	+1

V.2 – Dérive systématique

➢ <u>1ère technique :</u>

Randomisation

= tirage de l'ordre des expériences au hasard

⇨ **à effectuer systématiquement**

➢ 2ème technique :

essai	moy. I	fact. T	fact. C	fact. K	inter. TC	inter. TK	inter. CK	inter. TCK	rép. Y
1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	y_1 + d
2	+1	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	y_2 + 2d
3	+1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	y_3 + 3d
4	+1	+1	+1	-1	+1	-1	-1	-1	y_4 + 4d
5	+1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	y_5 + 5d
6	+1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	-1	y_6 + 6d
7	+1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	-1	y_7 + 7d
8	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	y_8 + 8d
effets	**+4,5d**	**+0,5d**	**+d**	**+2d**	**+0d**	**+0d**	**+0d**	**+0d**	

⇨ intervertir les modalités des effets (interactions contre effets principaux) pour calculer les effets principaux purs [7,6,2,3,4,1,5,8]

VI – Méthodologie de surfaces de réponse

➢ Exemple :

Croissance d'algues en fonction des conditions de culture

Y = population d'algues après 10 jours d'incubation

1/ Plan complet 2^3

2/ Effets :

moyenne (I)	+0,531	inter PN	-0,008
phosphore (P)	-0,011	inter PC	+0,022
azote (N)	+0,037	inter NC	+0,004
carbone (C)	+0,170	inter PNC	+0,010

3/ Modèle de régression :

$$Y = 0{,}531 - 0{,}011\,P + 0{,}037\,N + 0{,}170\,C - 0{,}008\,PN + 0{,}022\,PC + 0{,}004\,NC + 0{,}010\,PNC + \boldsymbol{\varepsilon}$$

4/ Significativité des effets :

Si l'erreur expérimentale connue est de 0,04, alors l'écart-type de chaque effet estimé (et donc de chacun des coefficients) est de 0,014

Les effets significativement différents de 0 (au seuil de 5%) sont donc ceux de N et C

⇨ Modèle de régression devient :

Y = 0,531 + 0,037 N + 0,170 C + ε

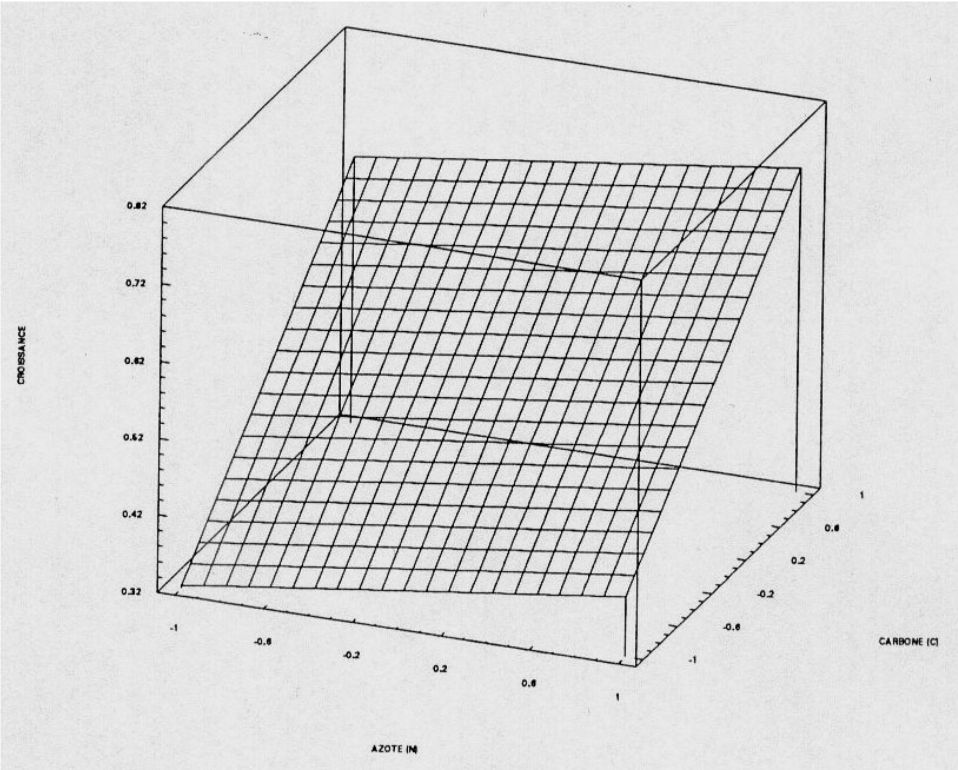
5/ Validation :

Une ou plusieurs mesures au centre du domaine expérimental
→ Calcul de la différence entre valeurs prédites et valeurs observées (e = lack-of-fit) au centre (pas servi à la construction du modèle)

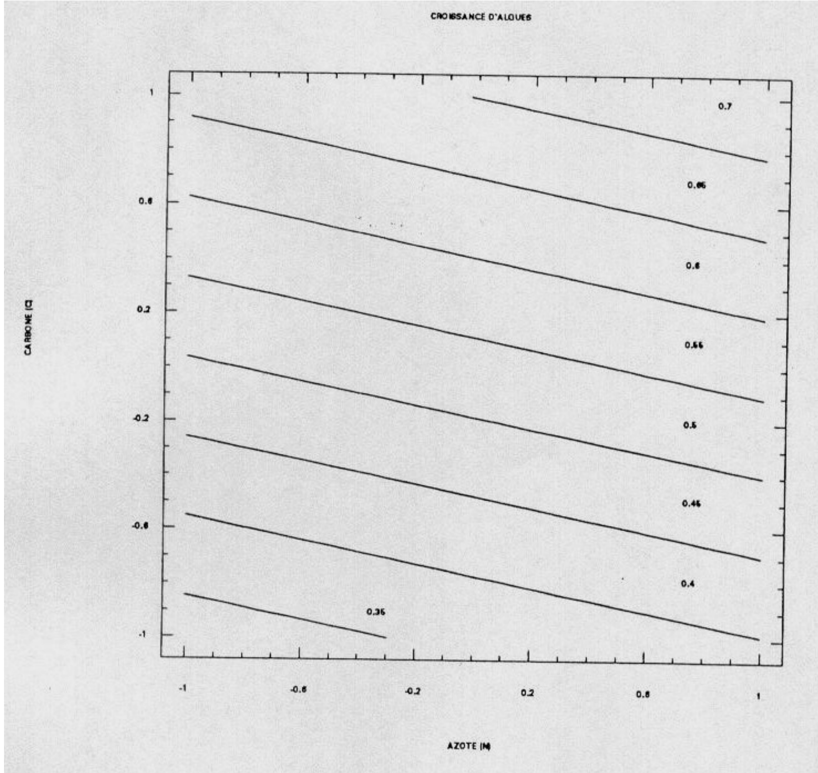
VI.1 – Exemple de modèle du premier degré

6/ Représentations graphiques :

Surface de réponse :



Courbes d'isoréponses :



Modèle linéaire quand :

- facteurs varient linéairement
- domaine expérimental restreint

VI.2 – Exemple de modèle du second degré

➢ Exemple :

Acceptabilité de la couleur de hot-dogs en fonction de la concentration de 3 colorants (X_1, X_2 et X_3)

Y = moyenne des jugements de 24 consommateurs sur une échelle hédonique (1 : déplaît beaucoup à 8 : plaît beaucoup)

VI.2 – Exemple de modèle du second degré

1/ Plan complet 2^3

Matrice d'expériences :

X_1	X_2	X_3	Y
2	2	2	5,1
4	2	2	5,0
2	4	2	5,4
4	4	2	4,7
2	2	4	4,9
4	2	4	4,0
2	4	4	6,6
4	4	4	3,9
3	3	3	6,0
3	3	3	5,9
3	3	3	6,2

2/ Effets :

moyenne (I)	+5,24
X_1	-0,55
X_2	+0,20
X_3	-0,10
X_1X_2	-0,30
X_1X_3	-0,35
X_2X_3	0,20

en négligeant l'interaction de 2nd ordre

3/ Modèle du 1er degré :

Y = 5,24 – 0,55 X_1 + 0,2 X_2 –0,1 X_3 – 0,3 X_1X_2 - 0,35 X_1X_3 + 0,2 X_2X_3 + ε

4/ Significativité des effets :

L'erreur expérimentale estimée à partir des répétitions est de :

$$s_y^2 = \frac{1}{m-1}\sum_{i=1}^{m}(r_i - \bar{r})^2$$

$= 1/(3-1) * (6-6,03)^2 + (5,9-6,03)^2 + (6,2-6,03)^2 = 0,0233$

L'écart-type de chaque effet est alors de 0,054

Les effets sont donc significativement différents de 0 (au seuil de 5%) s'ils sont > 0,054 * $t_{(1-\alpha,2)}$ = 0,054 * 4,3 = 0,23

⇨ Modèle de régression devient :

Y = 5,24 – 0,55 X_1 + **ε !**

4 bis/ Significativité des effets et du modèle (ANOVA) :

Effect	Sum of squares	DF	Mean square	F-ratio	P-value
A	2,42	1	2,42	103,7	0,0095
B	0,32	1	0,32	13,7	0,0658
C	0,08	1	0,08	3,4	0,2053
AB	0,72	1	0,72	30,9	0,0309
AC	0,98	1	0,98	42,0	0,0230
BC	0,32	1	0,32	13,7	0,0658
Lack-of-fit	2,74	2	1,37	58,7	0,0167
Pure error	0,05	2	0,02		
Total	7,63	10			

R-squared = 0,634

⇨ - on retrouve les effets non significatifs

– manque d'ajustement du modèle important !

4 ter/ Significativité du modèle :

Comparaison valeurs observées et valeurs prédites pour les points centraux de répétition :

Valeurs observées : 6,0 ; 5,9 et 6,2

≠ valeur prédite : 3,59 !

⇨ **modèle insuffisant pour rendre compte des expériences réalisées**

VI.2 – Exemple de modèle du second degré

Plan complet 2^3 + expériences supplémentaires

Points disposés en étoile autour du cube initial

$\rightarrow$ 5 niveaux pour chacun des 3 facteurs pour apprécier une possible courbure de la réponse (non linéaire)

X_1	X_2	X_3	Y
1,5	3	3	6,3
4,5	3	3	3,9
3	1,5	3	7,0
3	4,5	3	6,8
3	3	1,5	4,5
3	3	4,5	4,8

Hypothèse d'un modèle polynomial du 2nd ordre (quadratique) :

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{13} X_1 X_3 + \beta_{23} X_2 X_3 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{33} X_3^2 + \varepsilon$$

Coefficients du modèle :

Paramètre	estimation
β_0	-5,02
β_1	4,02
β_2	-0,49
β_3	4,38 ?
β_{12}	-0,25
β_{13}	-0,40
β_{23}	0,15
β_{11}	-0,45
β_{22}	0,15
β_{33}	-0,61

Validation :

Valeur centrale prédite = 6,02

VI.2 – Exemple de modèle du second degré

ANOVA :

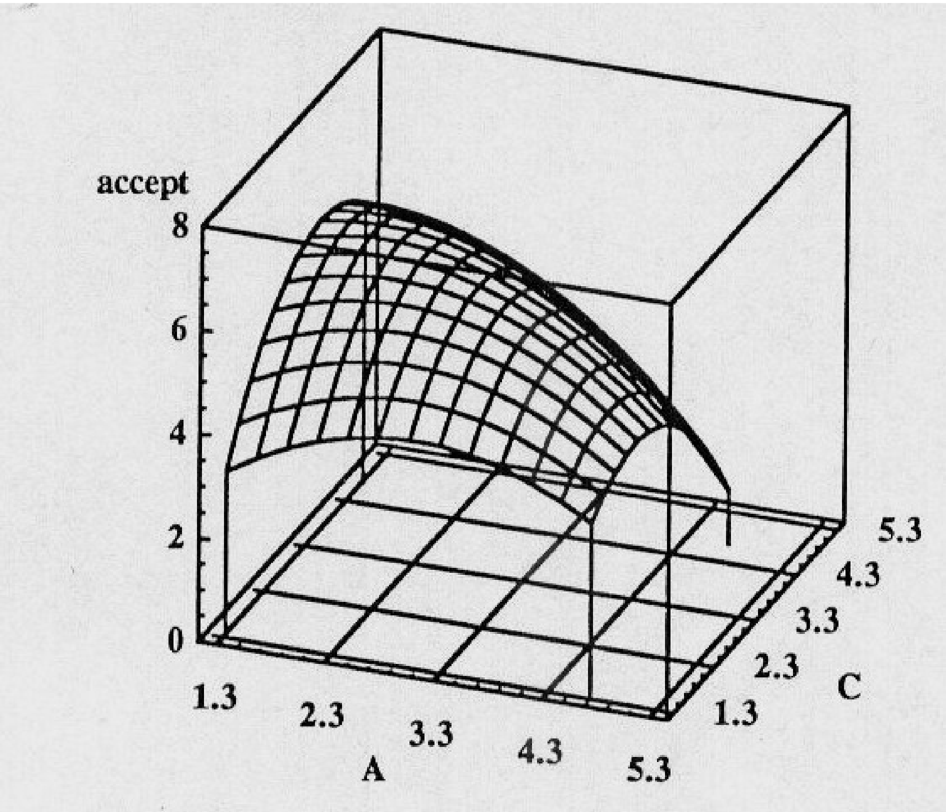
R-squared = 0,957

Effect	Sum of squares	DF	Mean square	F-ratio	P-value
A	5,29	1	5,29	226,7	0,0044
B	0,17	1	0,17	7,41	0,1126
C	0,004	1	0,004	0,17	0,7250
AB	0,50	1	0,50	21,43	0,0436
AC	1,28	1	1,28	54,86	0,0177
BC	0,18	1	0,18	7,71	0,1089
AA	2,28	1	2,28	97,64	0,0101
BB	0,26	1	0,26	11,09	0,0796
CC	4,18	1	4,18	178,98	0,0055
Lack-of-fit	0,60	5	0,12	5,11	0,1717
Pure error	0,05	2	0,02		
Total	15,15	16			

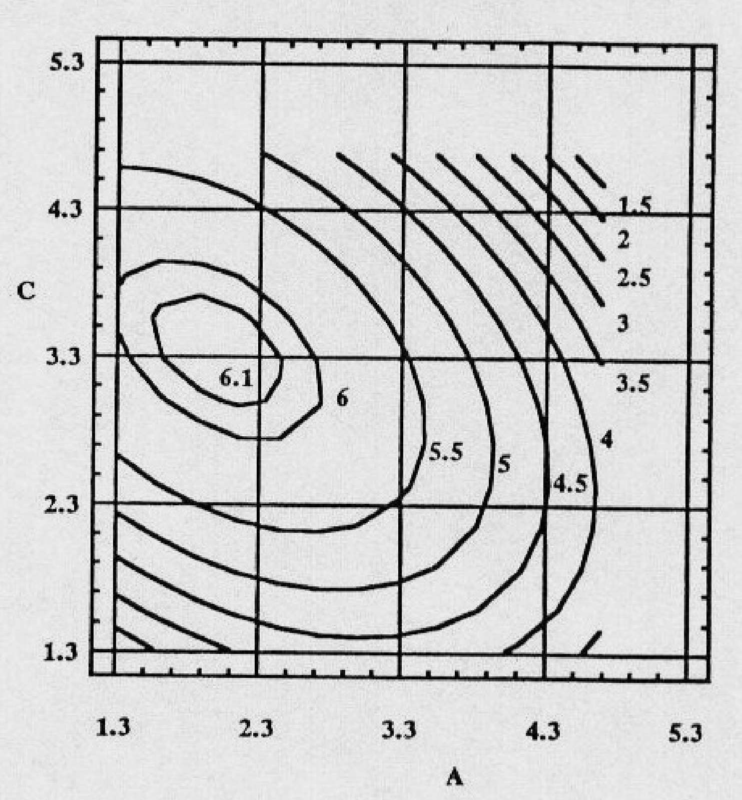
⇨ **effets prépondérants = effets quadratiques**

Représentations graphiques :

Surface de réponse :



Courbes d'isoréponses :

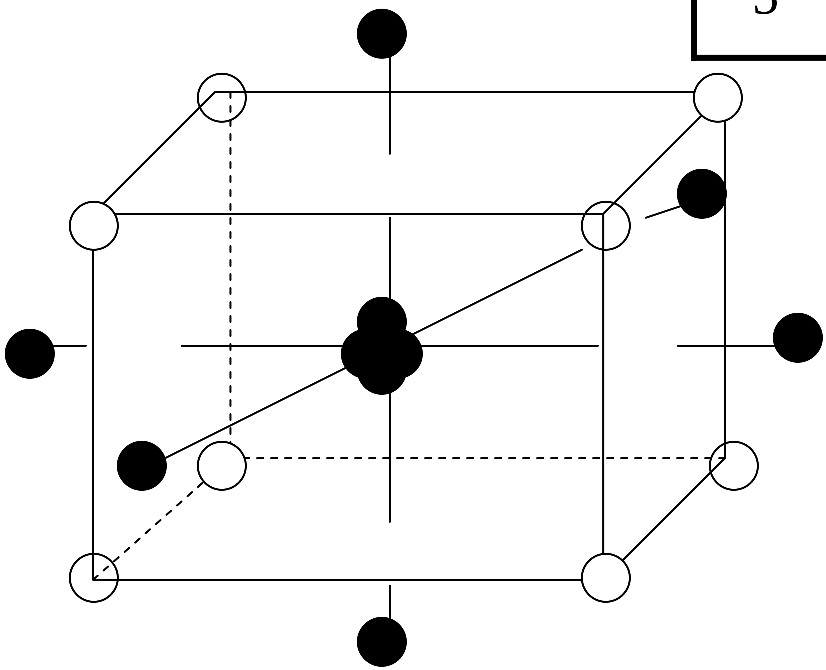


Pour colorant B = 3%

⇨ **identification de l'optimum par calcul et visualisation graphique**

- <u>Plans centrés composites :</u>

k	plan complet 2^k	étoile		centre
		nombre	α	
2	4	4	1,414	3
3	8	6	1,682	3
4	16	8	2	3
5	32	10	2	4



Plan centré composite à 3 facteurs

➢ Autres plans du second degré :

- plans factoriels complets à 3 niveaux 3^k
- plans de Box-Behnken (plans 3^k non complets)
- plans de Doehlert, …

VII – Plans de mélanges

VII.1 – Contrainte fondamentale des mélanges

- Plans d'expériences classiques → facteurs indépendants

- Plans de mélanges → contrainte fondamentale :

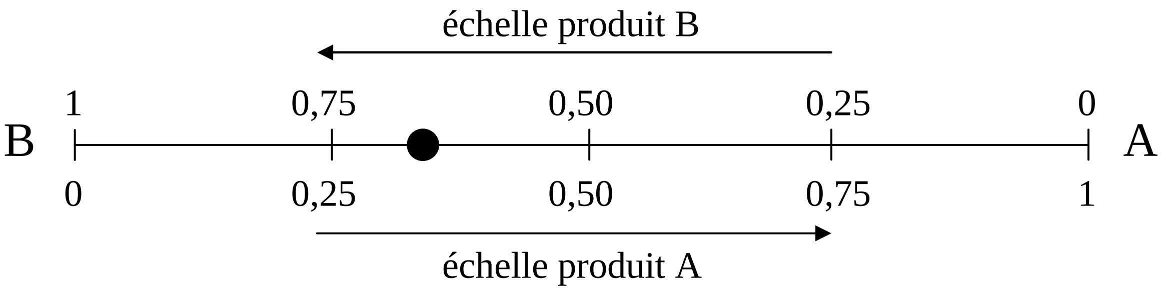
$$\sum_{i=1}^{n} x_i = 100\ \%$$

avec x_i la teneur en constituant i

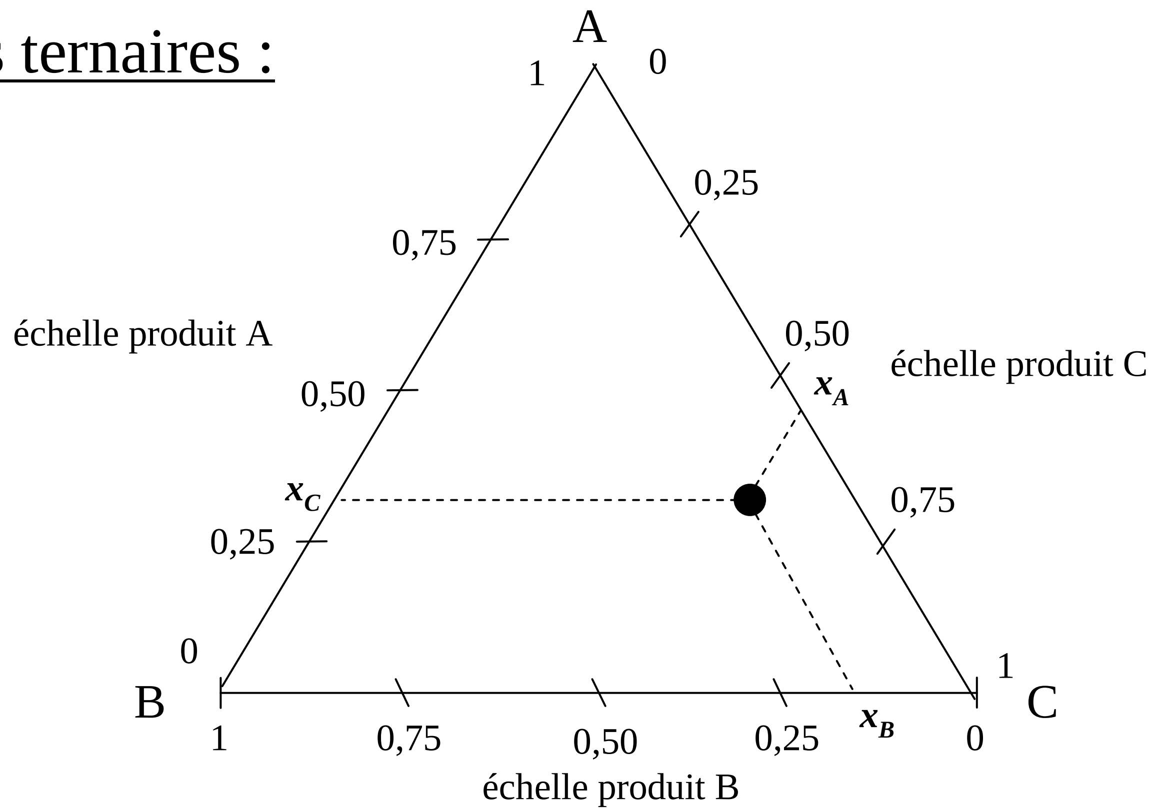
ou :

$$\sum_{i=1}^{n} x_i = 1$$

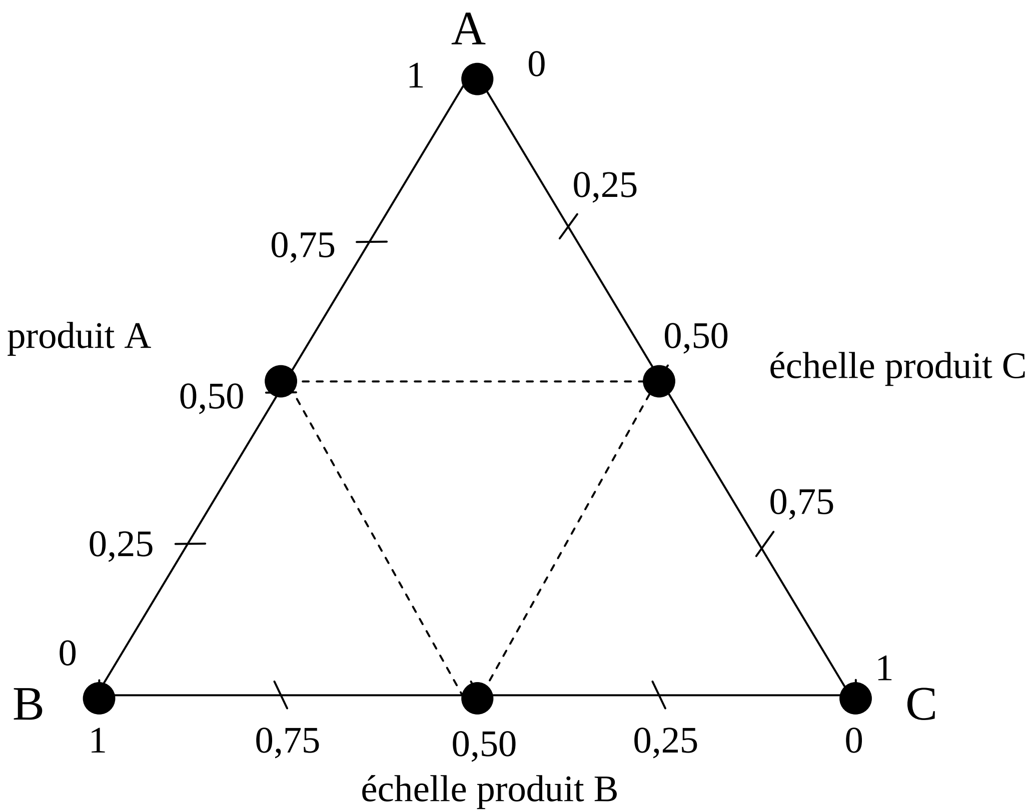
Mélanges binaires :



Mélanges ternaires :



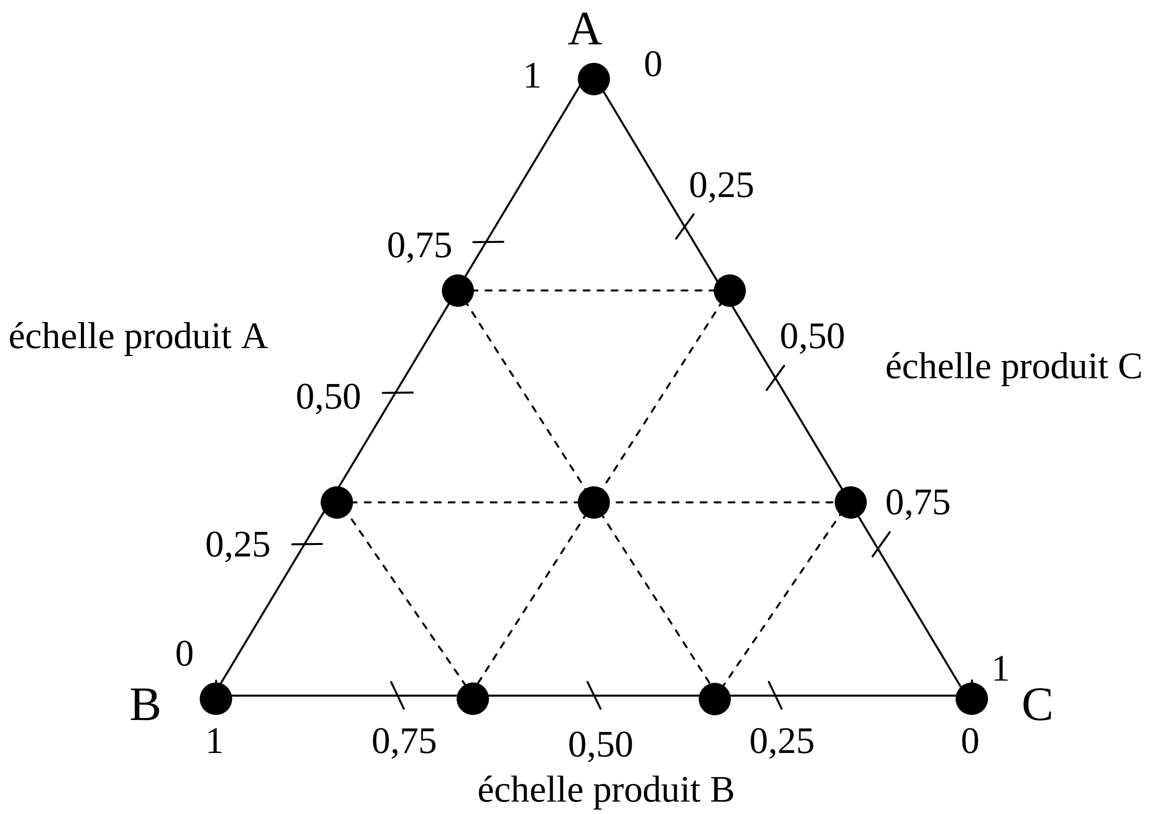
1 - Plans en réseaux (= simplex lattice designs) : plans de criblage



plan {3,2}

nombre de constituants

pas du réseau

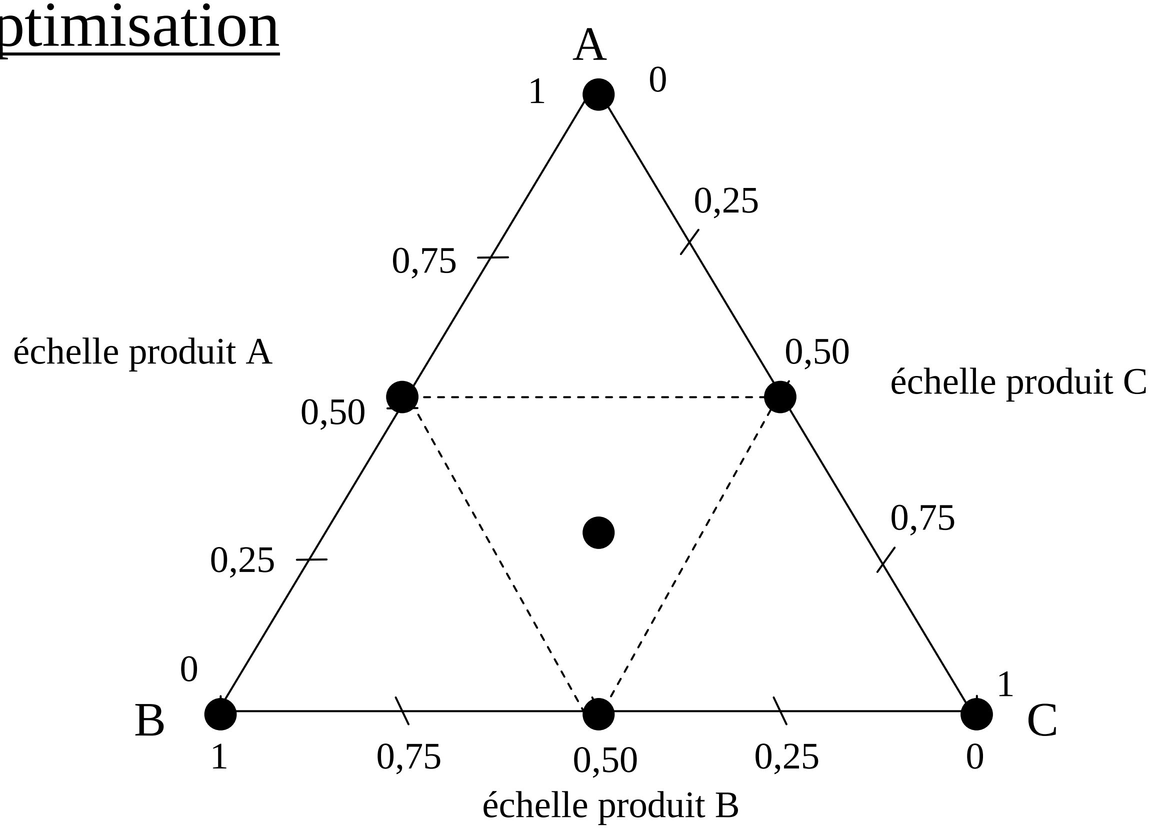


plan {3,3}

nombre de constituants

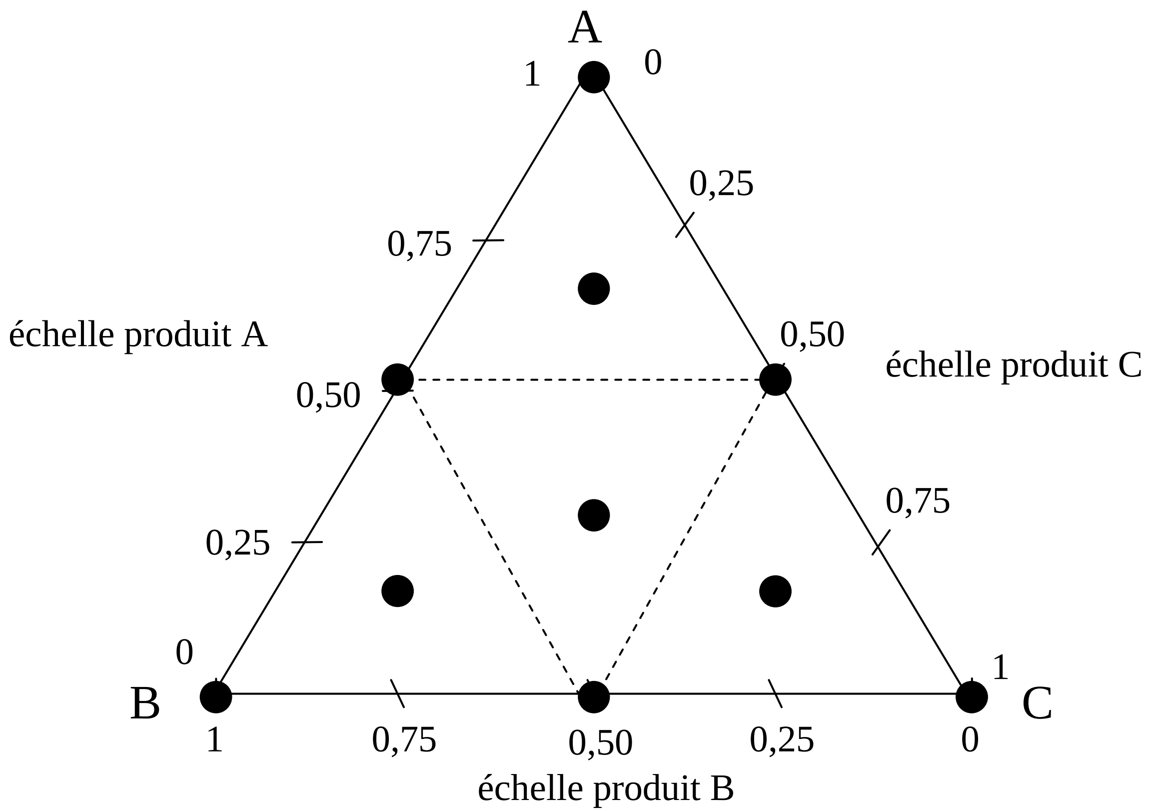
pas du réseau

2 - Plans de mélanges centrés (= simplex-centroid designs) : plans d'optimisation



→ produits purs + mélanges moitié-moitié + mélange équiproportionnel

3 - Plans de mélanges centrés augmentés (= augmented simplex-centroid designs) : plans d'optimisation



→ produits purs + mélanges moitié-moitié + mélange équiproportionnel + centres de gravité des simplex unitaires

1 – Modèle du premier degré :

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \varepsilon$$

avec $X_1 + X_2 + X_3 = 1$

d'où $Y = \beta_0 (X_1 + X_2 + X_3) + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \varepsilon$

$$Y = \beta'_1 X_1 + \beta'_2 X_2 + \beta'_3 X_3 + \varepsilon$$

$\rightarrow$ perte terme constant

2 – Modèle du second degré :

$$Y = \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{13} X_1 X_3 + \beta_{23} X_2 X_3 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{33} X_3^2 + \varepsilon$$

avec $X_1^2 = X_1 (1 - X_2 - X_3)$

d'où $Y = \beta'_1 X_1 + \beta'_2 X_2 + \beta'_3 X_3 + \beta'_{12} X_1 X_2 + \beta'_{13} X_1 X_3 + \beta'_{23} X_2 X_3 + \varepsilon$

$\rightarrow$ perte termes quadratiques

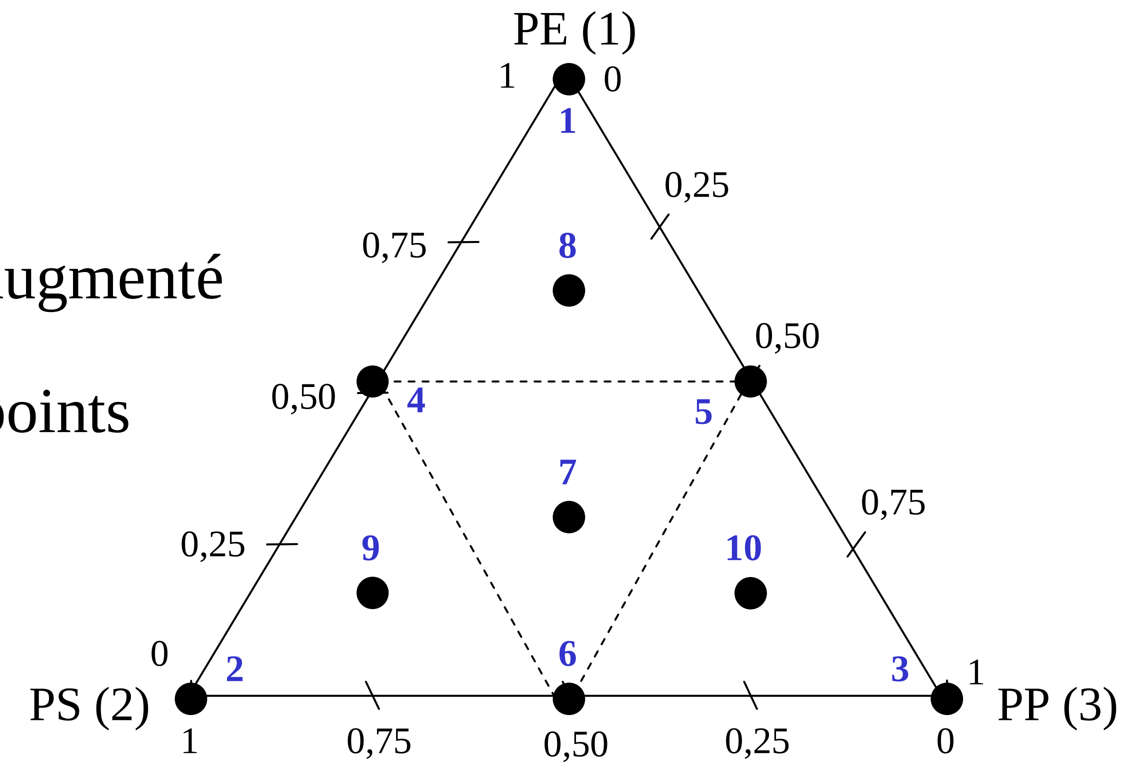
VII.5 – Exemple

➢ Etude de la relation entre l'allongement à la rupture de fils et leur composition de mélanges en 3 polymères :

- Polyéthylène (PE)
- Polystyrène (PS)
- Polypropylène (PP)

➢ Plan de mélanges centré augmenté

➢ Points 8, 9 et 10 comme points de contrôle



VII.5 – Exemple

➢ Matrice expérimentale

essai	PE (1)	PS (2)	PP (3)	réponse Y
1	1	0	0	32
2	0	1	0	25
3	0	0	1	42
4	1/2	1/2	0	38
5	1/2	0	1/2	39
6	0	1/2	1/2	30,5
7	1/3	1/3	1/3	37
8	2/3	1/6	1/6	37
9	1/6	2/3	1/6	32
10	1/6	1/6	2/3	38

- Calcul des coefficients du modèle cubique restreint

coefficient	
β_1	32
β_2	25
β_3	42
β_{12}	38
β_{13}	8
β_{23}	-12
β_{123}	6

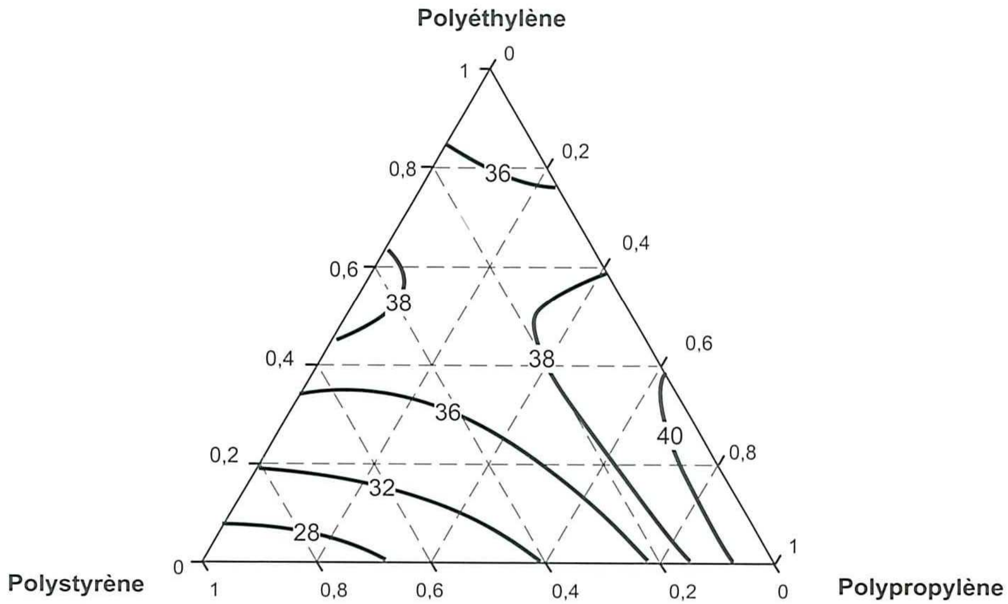
$$Y = 32\ X_1 + 25\ X_2 + 42\ X_3 + 38\ X_1X_2 + 8\ X_1X_3 - 12\ X_2X_3 + 6\ X_1X_2X_3 + \varepsilon$$

VII.5 – Exemple

➢ Validité du modèle

essai	Réponse mesurée	Réponse calculée
8	37	37,38
9	32	32,22
10	38	38,22

⇨ Modèle cubique restreint valide



VIII - Conclusions

➢ Objectifs :

- sélection de facteurs
- modélisation
- optimisation de la réponse

1/ Construction du plan d'expériences :
- plan complet ou fractionnaire = plan de criblage des facteurs
- plan plus évolué sur facteurs significatifs = plan d'optimisation

2/ Modélisation de la réponse :
- régression linéaire multiple
- validation (R^2, lack-of-fit, différences observé / prédit au centre)

3/ Représentations graphiques :
- surfaces de réponse
- courbes d'isoréponses

Bibliographie

D. BENOIT, S. GERMAIN-TOURBIER, Y. TOURBIER
Plans d’expériences : construction et analyse
Lavoisier, Tec & Doc, 1995

G.E.P. BOX, N.R. DRAPER
Empirical model – Building and response surfaces
Wiley, 1987

M.C. GACULA, J.R. JAGBIR SINGH
Statistical methods in food and consumer research
Academic Press, 1984

G. SADO, M.C. SADO
Les plans d’expériences
Afnor Technique, 1991