|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

**INTRODUCTION AUX PLANS D'EXPERIENCES**

**1. plans d'expériences**

Les plans d'expériences sont utilisés dans les études industrielles pour la recherche et la valorisation de développement. Ils interviennent dans des nombreux domaines industriels. On peut citer les domaines suivants :

* industries chimiques, pétrochimiques et pharmaceutiques
* industries mécaniques et automobiles
* industries métallurgiques

L’importance de Leur utilisation vise aux buts suivants :

* détermination des facteurs clés dans la conception d'un nouveau produit ou d'un nouveau procédé
* optimisation des réglages d'un procédé de fabrication ou d'un d'appareil de mesure
* prédiction par modélisation du comportement d'un procédé

Ils s'inscrivent dans la démarche d'amélioration de la qualité et la quantité.

Le succès de la démarche des plans d'expériences réside dans la possibilité d'interprétation des résultats expérimentaux avec un effort minimal sur le plan expérimental : la minimisation du nombre nécessaire d'expériences permet un gain en temps et en coût financier.

Il faut néanmoins comprendre que les plans d'expériences ne sont pas un outil destiné a priori à la recherche fondamentale car ils ne permettront jamais une explication du phénomène physico-chimique étudié.

***Remarque***

*1/ Les cours de plans d'expériences décrivent quelles sont les expériences à réaliser ainsi que l'exploitation des résultats. Par contre ils n'insistent que peu sur le choix des facteurs expérimentaux, le domaine expérimental et les soins à apporter dans la conduite des essais. Il ne faudrait donc pas oublier à la fin de ce cours que la réussite du projet nécessite un investissement en temps important avant de passer à l'application proprement dite de la méthodologie des plans d'expériences.*

*2/ les calculs peuvent paraître parfois pénibles à réaliser, ils constituent en fait une étape nécessaire pour la compréhension de la méthodologie ; une fois cette phase maîtrisée, de nombreux logiciels peuvent venir en aide et exécuter les calculs.*

**1**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

*Dans ce programme on se limitera à la présentation des plans factoriels complets et fractionnaires à deux niveaux. Les plans de mélange, les plans de surface de réponse et les plans de Taguchi.*

**2. la base des plans d'expérience**

L’expérience est souvent amenée à comprendre comment réagit un système en fonction des facteurs susceptibles de le modifier. Pour visualiser cette évolution, il mesure **une réponse** et va ensuite essayer d'établir des relations de cause à effet entre les réponses et les facteurs.

**Facteurs contrôlables**

****

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **facteurs d'entrée** | **SYSTEME** | **réponses** |
|  |  |  |



**Facteurs non contrôlables**

Parmi les facteurs on distinguera :

* les facteurs contrôlables qui dépendent directement du choix de la personne (pression, température, matériau …)
* les facteurs non contrôlables qui varient indépendamment du choix de la personne (conditions climatiques, environnement d'utilisation…)
* les facteurs d'entrée dont on cherche à analyser les paramètres d’influences (matière première, vitesse d'agitation, température, rendement …)

***Les facteurs étudiés dans un plan d'expériences sont bien entendu les facteurs d'entrée***.

**a). Un facteur :** c’est une grandeur le plus souvent mesurable mais il peut s'agir d'une grandeur qualitative comme les différents lots d'une matière première.

b).**La réponse**: C’est la grandeur mesurée à chaque essai où le plan vise à déterminer quels facteurs l'influencent ou quelle est son évolution en fonction de ceux-ci. Cette grandeur est mesurable mais elle peut également être qualitative.

Dans ce cas ce peut être par exemple une appréciation visuelle sur l'état d'une surface ou une appréciation bonne, moyenne ou mauvaise sur un produit alimentaire.

***La notion la plus importante est celle d'interaction entre deux facteurs d'entrée***.

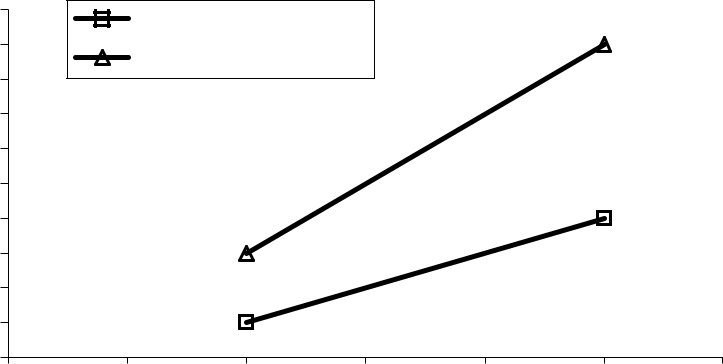
On parle d'interaction entre deux facteurs A et B quand l'effet du facteur A sur la réponse va dépendre de la valeur du facteur B. On peut citer deux exemples :

**2**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

* une étude sur l'usure des pneus **(réponse)** montre une interaction entre la vitesse et la pression de gonflage **(facteurs)**
* une étude sur la filtration a montré une interaction entre la quantité d’eau de perméat et la quantité de rétentat particulier filtré. Le graphique suivant montre les valeurs de la rétention mesurée en unité arbitraire de 0 à 10 en fonction des deux autres facteurs mesurés également avec des unités arbitraires.

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 10 | Eau pure | |  |  |  |
|  | 9 |  |  |  |
|  | Eau pollué | |  |  |  |
|  | 8 |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |  |
| **Filration rétention** |  |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  | 1 |  |  |  |  |  |
|  | 0 |  |  |  |  |  |
|  | 0 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|  |  | **Eaux usées** | | |  |  |



On note une forte interaction. en remarque que l'augmentation de taux de rétention est beaucoup plus forte si la quantité d’eau est pollué. L'effet de la filtration dépend donc de la quantité d’eau.

**3/ L’étude par plans d'expériences**

***3-1 / Détermination de la réponse et des facteurs d'étude***

Le plus important de L'étude avant tout d’avoir un but précis de l’opération

Minimiser un coût de fabrication, chercher les paramètres influents ...ect

A ce niveau, il est important de rassembler l'ensemble des personnes ayant à titre divers une connaissance du sujet : l'ingénieur de production, le responsable du laboratoire d'analyses, le technicien en charge de la fabrication, l'opérateur de fabrication … Tous peuvent fournir une information essentielle pour les questions suivantes :

* choix de la réponse la plus judicieuse
* moyens de mesure adaptés
* facteurs potentiellement influents
* choix du domaine d'étude de ces facteurs
* éventuelles interactions à rechercher
* contrôle des facteurs non étudiés

**3**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

La connaissance du sujet acquise auparavant dans l'entreprise peut rendre de grands services à cette étape. Le résultat final peut avoir des conséquences catastrophiques pour l'entreprise si un facteur oublié se trouve être un facteur d'influence.

Une difficulté importante est la détermination du domaine d'étude. Le domaine de variation des facteurs doit permettre de couvrir le domaine réel d'utilisation des facteurs… mais pas plus. Il est ainsi inutile d'avoir des informations pour une substance à une concentration qu'elle n'est pas autorisée à atteindre à cause de contraintes environnementales.

Ainsi le domaine ne doit pas être trop large … mais à l'inverse pas trop étroit si on cherche à déterminer une influence possible. Dans ce dernier cas des limites trop étroites risque de "noyer" une influence dans le "bruit" de l'erreur aléatoire due aux incertitudes de mesure.

***3-b / Choix d'un modèle***

Les plans d'expériences dits factoriels utilisent tous le modèle mathématique suivant qui relient la réponse y aux facteurs x1, x2, …xi …xn. Ce modèle théorique est postulé a priori. Il s'agit d'un modèle polynomial.

n n

y = a0 + a1 ⋅ x1 + a2 ⋅ x2 + ⋅ ⋅ ⋅ + an ⋅ xn + ∑aij ⋅ xi ⋅ x j + ∑aijk ⋅ xi ⋅ x j ⋅ xk + ⋅ ⋅ ⋅

i, j=1 i≠ j i, j,k =1 i≠ j≠k

où a0, a1 … sont les coefficients du polynôme.

Les termes produits de type par exemple aij ⋅ xi ⋅ x j correspondent aux interactions.

Pour un plan factoriel à 3 facteurs x1, x2 et x3, on obtient :

1. = a0 + a1 ⋅ x1 + a2 ⋅ x2 + a3 ⋅ x3 + a12 ⋅ x1 ⋅ x2 + a13 ⋅ x1 ⋅ x3 + a23 ⋅ x2 ⋅ x3 + a123 ⋅ x1 ⋅ x2 ⋅ x3

***3-c / Choix des expériences à réaliser***

La méthode des plans d'expérience peut être sommairement comparée à la méthodologie traditionnelle dite de "variation facteur par facteur"

Pour étudier l'influence de deux facteurs sur une réponse, on peut adopter deux stratégies expérimentales pour la conception des essais.

**4**

**2**

**Y2** −**Y1**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **facteur B** | | | | | | | |  |  | **facteur B** | | | | | | |  |  |
| B |  |  |  |  |  |  | c2 |  |  | B2 | |  |  |  | Y3 | | Y4 | |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  | c3 | | |  | c4 | | | |  |  |  |  |  |  |
| **B**1 | |  |  |  |  |  | c1 |  |  | B1 |  | |  |  | Y1 | | Y2 | |
|  |  |  |  |  |  |  |  | |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  | A1 | | A2 | | | | |  |  | A1 | | A2 | |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  | **facteur A** | |
|  |  |  |  |  |  |  | **facteur A** |  |  |  |  |  |  |  |  |  |



Selon la méthode traditionnelle, on bloque le facteur A au centre du domaine de variation et on fait varier le facteur B aux deux extrémités de son domaine: on obtient les mesures M1 et c2. Avec le facteur A on réalise la même opération pour obtenir les points M3 et M4. Dans cette méthode, l'effet de B sera mesuré à partir des mesures c1 et c2 et celui de A à partir des mesures c3 et M4. Donc pour chaque facteur la moitié des mesures seulement est utilisée pour rendre compte d'un effet.

La méthode des plans d'expériences consistera à réaliser 4 essais aux extrémités du domaine expérimental. L'effet de A apparaît comme la différence entre la moyenne (Y2+Y4)/2 et la moyenne (Y1+Y3)/2. Le même raisonnement s'applique pour l'effet de B.

***Remarque :*** *l'effet de A peut être décrit autrement en écrivant l'expression sous la forme suivante :*

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | **Effet de A** = | | **Y2** +**Y4** | − | **Y1**+**Y3** | = | **Y4** −**Y3** | + | **Y2** −**Y1** |  |
|  | **2** | **2** | **2** | **2** |
|  |  |  |  |  |  |  |
| *Le terme* | **Y4** −**Y3** | *est le demi-effet de A quand B est au niveau haut (c'est-à-dire la demi* | | | | | | | | |
| **2** |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

*variation de la réponse quand A passe du niveau bas A1 au niveau haut A2). De même le terme*

*est le demi effet de A quand B est au niveau bas.*

Dans cette deuxième stratégie toutes les mesures sont utilisées pour le calcul d'un effet. On comprend donc que la précision obtenue sera supérieure avec la méthode de plans d'expériences. Un autre avantage de la méthode des plans réside dans un nombre beaucoup plus faible d'expériences à réaliser que dans la méthode traditionnelle quand le nombre de facteurs augmente.

Il reste néanmoins à connaître la méthode générale pour trouver les "bonnes" expériences à réaliser. La méthode dépend du modèle mathématique choisi.

**5**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

***3-d / Réalisation des essais***

Un soin tout particulier doit être apporté à l'exécution des essais. Si on ne réalise pas personnellement les essais, il faut notamment vérifier que les facteurs contrôlables mais non étudiés soient bien fixés à des valeurs précises. De même si un des facteurs étudiés est un composé chimique, il est bien sûr préférable de ne pas avoir à changer de lot de matière première durant l'ensemble de l'expérimentation.

***3-e / Interprétation des résultats des essais***

Comme première approche, le plan d'expérience peut être conçu comme un moyen de savoir quels sont les facteurs ou les interactions qui ont une influence statistiquement significative sur la réponse étudiée. L'exploitation des résultats expérimentaux est souvent assez rapide … surtout avec un logiciel ! Le principe de l'exploitation est simple : il consiste à calculer les coefficients du modèle polynomial ; plus la valeur absolue du coefficient est élevée, plus le terme correspondant (facteur simple ou interaction) sera influent sur la réponse étudiée.

La difficulté est plutôt de pouvoir distinguer une véritable influence et le rôle de l'incertitude entachant inévitablement toute mesure.

En conclusion de l'étude on fournit la liste des facteurs influents la plupart du temps l'expression du modèle en ne retenant que les coefficients jugés statistiquement significatifs.

Il est bon de signaler que le modèle obtenu ne peut être utilisé qu'à l'intérieur du domaine d'étude (d'où l'utilité d'une étude préalable correcte …) : toute extrapolation est très risquée car elle pourrait apporter des résultats bien différents de ceux attendus. On ne signalera jamais assez que le modèle fourni n'a pas de signification physique et ne saurait être assimilé à une loi physique.

Une dernière étape obligatoire avant l'utilisation du modèle en production sera de tester par une expérience au centre du domaine expérimental si la valeur prédite par le modèle est proche de la valeur expérimentale. En effet les modèles de plans d'expériences factoriels étudiés ne prennent pas en compte une "courbure" possible au centre du domaine mais considèrent uniquement un comportement linéaire. Si la vérification n'est pas concluante il importe d'envisager des modèles plus compliqués (modèles avec termes du second degré).

**6**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

**II. CHOIX DES EXPERIENCES**

Dans un premier temps, une étude mathématique très simplifiée montrera quels sont les critères à retenir pour le choix des essais à effectuer.

**II.1. Régression multilinéaire**

Dans une étude expérimentale quand on cherche à relier une grandeur physique y et une grandeur physique x, on utilise souvent une technique de régression linéaire de y par rapport à x qui consiste à définir une relation du type :

y = a. x + b

On cherche les valeurs des paramètres a et b de façon que la droite passe au mieux par l'ensemble des points expérimentaux. On utilise une méthode dite "des moindres carrés" qui minimise la somme des carrés des résidus ri . Le résidu ri se définit comme l'écart entre la valeur expérimentale yi obtenue pour une valeur xi et la valeur calculée à partir du modèle yˆi soit :

ri = yi − yˆi

Les plans d'expérience exigent l'utilisation de la technique de régression multilinéaire pour déterminer les coefficients d'un modèle polynômial. Les calculs permettant de les obtenir utilisent le calcul matriciel dans le cas général et sont effectués maintenant au moyen d'ordinateurs. Le principe est toujours celui d'une méthode "des moindres carrés".

Pour effectuer le calcul il faut évidemment un nombre d'expériences (nombre de relations) au moins égal au nombre de coefficients (nombre d'inconnues).

Dans la suite de l'exposé, un exemple montrera que le choix des expériences

* réaliser influe directement sur la largeur de l'intervalle de confiance des coefficients.

**II.2. Variables codées ou variables centrées réduites**

L'utilisation des variables centrées réduites présente l'intérêt de pouvoir généraliser la théorie des plans d'expériences quels que soient les facteurs ou les domaines d'études retenus. Remplacer les variables naturelles par les variables codées va permettre d'avoir pour chaque facteur le même domaine de variation (entre -1 et +1) et de pouvoir ainsi comparer entre eux l'effet des facteurs.

Le niveau bas est ainsi codé - 1 alors que le niveau haut est codé + 1.

L'application suivante illustre le passage de la variable naturelle à la variable codée. On choisit d'abord pour un facteur son domaine d'étude. Par exemple la température va varier de 10 à 40°C. 10 et 40°C correspondent respectivement aux niveaux bas et haut du facteur.

**7**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

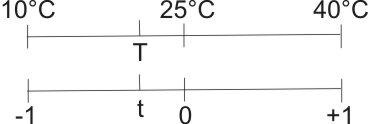
On affecte la valeur -1 à 10°C et la valeur +1 à 40°C. On note ici t la variable codée et T la variable naturelle. On peut les lier par la relation suivante où T0 est le milieu de l'intervalle du domaine d'étude et T la moitié de la largeur du domaine d'étude, T0 et T étant exprimé en variable naturelle. Ici T0 = 25°C et T = 15°C.

t = T − T0

T

Les variables centrées réduites sont sans dimension.

Une température de 20°C correspond à une variable centrée réduite de -0,33.



**II.3. Application simple de calcul des coefficients**

Une application simple est fournie par le plan d'expériences suivant où les calculs peuvent s'effecteur manuellement. On examine l'influence de la pression et de la température (deux facteurs) sur le rendement y d'une réaction chimique (réponse). Le modèle choisi a priori est le suivant :

1. = a0 + a1 ⋅ x1 + a2 ⋅ x2 + a12 ⋅ x1 ⋅ x2

où x1 et x2 représentent respectivement les variables codées représentatives des facteurs pression et température.

Le choix des expériences réalisées sera explicité par la suite. On utilise un tableau nommé **matrice d'expériences** pour récapituler l'ensemble des essais.

Elle comprend plusieurs colonnes; la première identifie les essais, les suivantes indiquent les états des facteurs exprimés en "unités codés", chaque colonne étant représentative d'un facteur. La dernière colonne indique les réponses obtenues pour chaque essai. Les lignes inférieures rappellent les valeurs des niveaux en unités naturelles.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **N° essai** | **pression** | **température** | **rendement** |
|  |  |  |  |
| 1 | **-1** | **-1** | **60** |
| 2 | **1** | **-1** | **78** |
| 3 | **-1** | **1** | **63** |
| 4 | **1** | **1** | **89** |
| niveau – 1 | 2 bars | 50 °C |  |
| niveau + 1 | 4 bars | 70 °C |  |

**8**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

A partir du modèle, on peut écrire les 4 relations suivantes en remplaçant les variables x1 et x2 par leurs valeurs dans chaque expérience.

a0 − a1 − a2 + a12 = 60

a + a − a − a = 78

0 1 2 12

a − a + a − a = 63

0 1 2 12

a0 + a1 + a2 + a12 = 89

La résolution "à la main" fournit les valeurs de coefficients suivants :

a0 = 72,5 a1 = 11 a2 = 3,5 a12 = 2

Le modèle s'écrit donc sous la forme :

y (rendement) = 72,5 + 11 . x1 + 3,5 . x2 + 2 . x1 . x2

où x1 et x2 sont les variables pression et températures exprimées en variables centrées réduites.

Dans la suite de l'exposé on examinera l'interprétation de ce type de résultats.

**II.4. Importance du choix des points expérimentaux**

*.*

Le succès des plans d'expériences réside dans la diminution du nombre nécessaire d'essais pour obtenir un maximum d'informations. Néanmoins il ne suffit pas d'effectuer un certain nombre d'essais : le choix des essais est fondamental pour l'obtention d'une précision optimale dans la détermination des coefficients.

Dans l'exemple suivant on va comparer la précision des estimations de coefficients pour 3 différentes matrices d'expériences : autrement dit on calculera la variance de chaque coefficient.

La pression, la température et la masse catalyseur sont les facteurs examinés pour la réponse qui est le rendement d'une réaction : 4 essais sont réalisés avec 2 niveaux par facteur. On définit alors les matrices d'expériences des plans 1, 2 et 3 avec la colonne de la réponse (le rendement). On envisage le modèle suivant pour chacun des plans.

**9**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

1. = a0 + a1 ⋅ x1 + a2 ⋅ x2 + a3 ⋅ x3

où x1, x2 et x3 représentent respectivement les variables représentatives des facteurs pression, température et masse de catalyseur.

**plan 1**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **N° essai** | **pression** | **température** | **masse catalyseur** | **réponse** |
|  |  |  |  |  |
| 1 | **1** | **1** | **1** | **Y1** |
| 2 | **-1** | **1** | **1** | **Y2** |
| 3 | **1** | **-1** | **1** | **Y3** |
| 4 | **1** | **1** | **-1** | **Y4** |
| niveau –1 | 2 bars | 50 °C | 1 kg |  |
| niveau +1 | 4 bars | 70 °C | 2 kg |  |
| niveau 0 | 3 bars | 60 °C | 1,5 kg |  |
|  |  | **plan 2** |  |  |
|  |  |  |  |  |
| **N° essai** | **pression** | **température** | **masse catalyseur** | **réponse** |
|  |  |  |  |  |
| 1 | **-1** | **-1** | **1** | **Y5** |
| 2 | **1** | **-1** | **-1** | **Y6** |
| 3 | **-1** | **1** | **-1** | **Y7** |
| 4 | **1** | **1** | **1** | **Y8** |
| niveau –1 | 2 bars | 50 °C | 1 kg |  |
| niveau +1 | 4 bars | 70 °C | 2 kg |  |
| niveau 0 | 3 bars | 60 °C | 1,5 kg |  |
|  |  | **plan 3** |  |  |
|  |  |  |  |  |
| **N° essai** | **pression** | **température** | **masse catalyseur** | **réponse** |
|  |  |  |  |  |
| 1 | **0** | **0** | **0** | **Y9** |
| 2 | **1** | **1** | **0** | **Y10** |
| 3 | **1** | **0** | **1** | **Y11** |
| 4 | **0** | **1** | **1** | **Y12** |
| niveau –1 | 2 bars | 50 °C | 1 kg |  |
| niveau +1 | 4 bars | 70 °C | 2 kg |  |
| niveau 0 | 3 bars | 60 °C | 1,5 kg |  |

En utilisant la même méthode qu'au II/3/ on aboutit aux solutions suivantes pour les coefficients.

**10**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | | | | | | | | | | | | | | |  | | | | | |
|  |  |  | −Y1+Y2 +Y3 +Y4 | | | |  |  |  |  |  | | = |  |  | +Y5 +Y6 +Y7 +Y8 | | | | |
| a0 | = |  |  |  |  |  |  |  |  |  | a0 | |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | | | |  |  |  |  |  |  | 4 | | | |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  | |  |  |  |  |
|  | Y1−Y2 | | | |  |  |  |  |  |  |  | −Y5 +Y6 −Y7 +Y8 | | | | | |
|  | = |  |  |  |  |  |  | |  |  |
| a1 |  |  |  |  |  |  |  |  |  | a1 | | = |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | |  |  |  |  |  | Plan 2 : | |  | 4 | | | |  |  |
| Plan 1 : |  |  | Y1−Y3 | |  |  |  |  |  | |  |  |  | −Y5 −Y6 +Y7 +Y8 | | | |  |
|  | = |  |  |  |  |  |  |  | |  |  |  |
| a2 | 2 | |  |  |  |  |  |  |  | a2 | | = |  | 4 | | | |  |  |
|  |  |  | Y1−Y4 | | |  |  |  |  |  |  | |  |  |  | +Y5 −Y6 −Y7 +Y8 | | | | |
|  | = |  |  |  |  |  |  |  | |  |  |  |
| a3 |  |  |  |  |  |  |  |  |  | a3 | | = |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | |  |  |  |  |  |  |  | 4 | | | |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  | |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  | a |  | = |  | Y |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  | 0 |  | 9 | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  | a1 | | = | −Y9 +Y10 +Y11−Y12 | | | | | | | | | | | | |
|  |  |  |  |  |  |  |  | 2 | |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  | Plan 3 : | |  |  |  | − Y | + Y |  | − Y | | |  | + Y | | | | |
|  |  |  |  |  | a | 2 | = | 9 | | 10 | |  | 11 | | 12 | |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  | 2 |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  | −Y9 −Y10 +Y11+Y12 | | | | | | | | | | | |
|  |  |  |  |  | a3 | | = |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  | 2 |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

La variance var(Y) (ou l'écart-type) de chacune des réponses Yi est considérée comme identique en chaque point du domaine. Cette hypothèse est couramment admise dans les études de plans d'expériences.

Selon les plans on obtient des variances var(ai) différentes pour les coefficients ai du modèle.

Plan 1 : var(a0) = var(Y) et var(a1) = var(a2) = var(a3) = var(Y) / 2

Plan 2 : var(a0) = var(a1) = var(a2) = var(a3) = var(Y) / 4

Plan 3 : var(a0) = var(a1) = var(a2) = var(a3) = var(Y)

***Remarque :*** *On rappelle que si X et Y sont 2 variables aléatoires indépendantes et α un réel :*

*var(α . X) = α2 . var(X) et* *var(X ± Y) = var(X) + var (Y)*

On constate donc que le plan 2 présente la détermination la plus précise des coefficients. Intuitivement on peut comprendre que le plan 2 est supérieur car chacun des coefficients est estimé à l'aide de toutes les réponses et les points du domaine expérimental sont bien mieux répartis. Le plan 2 est donc bien préférable pour une estimation précise du modèle.

Ceci montre donc que la matrice d'expérience n'est pas quelconque: elle doit être choisie suivant des critères précis.

**11**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

**II.5. Matrice des effets**

***5-a. Constitution***

La matrice des essais à réaliser pour obtenir le plan d'expériences optimal se déduit en fait des critères permettant d'obtenir les coefficients avec le maximum de précision.

Le système d'équations à résoudre doit présenter des coefficients devant les inconnues (qui sont les coefficients du modèle à déterminer) pouvant se mettre sous la forme d'une matrice nommée **matrice des effets**. Par exemple pour le plan 2 la matrice des effets s'écrira sous la forme :

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | − 1 | − 1 | 1 | |
|  | 1 | − 1 |  |  |
| 1 | − 1 | |
| 1 | − 1 | 1 | − 1 | |
|  |  |  |  |  |
|  | 1 | 1 | 1 |  |
| 1 |  |

Ce type de matrice est dite matrice de Hadamard.

***Remarque :*** *pour cette matrice les vecteurs colonne sont orthogonaux deux à deux. Cette**propriété n'est pas suffisante pour obtenir la variance minimale pour l'estimation des coefficients.*

*Hadamard a montré que la matrice X devait aussi vérifier la condition:*

1. X⋅X=N⋅I

*où* tX *est la matrice transposée de X, I la matrice identité et N le nombre d'expériences réalisées. N doit être un multiple de 4.*

*Par exemple on verra que pour un plan complet à n facteurs, le nombre d'expériences N sera*

*égal à :*

**N** =2**n**

*Soit 8 expériences avec 3 facteurs permettant la détermination des 8 coefficients du modèle, 16 expériences avec 4 facteurs …*

Pour un plan à 8 expériences la matrice des effets devra s'écrire comme ci-dessous en transformant conventionnellement +1 en + et -1 en - :

**12**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | | | | | | | |  |  |
| + | | − | − | − | + | + | + | − | |
|  | + | + | − | − | − | − | + | + |  |
|  |  |
|  | + | − | + | − | − | + | − | + |  |
|  | + | + | + | − | + | − | − | − |  |
|  |  |
|  | + | − | − | + | + | − | − | + |  |
|  |  |
|  | + | + | − | + | − | + | − | − |  |
|  |  |
|  | + | − | + | + | − | − | + | − |  |
|  | + | + | + | + | + | + | + | + |  |
|  |  |

Il existe des règles pour déterminer les matrices des effets mais on verra qu'elles ne sont pas utiles à connaître dans la pratique des plans factoriels.

Dans le chapitre III/, après avoir défini le plan factoriel complet, on montrera que la matrice d'expériences d'un tel plan conduit pour le calcul des coefficients à une matrice des effets qui est une matrice de Hadamard.

***5-b. Calcul des coefficients***

Dans le cas d'une matrice de Hadamard, les coefficients peuvent aisément se calculer avec une simple calculatrice ou un tableur.

On reprend pour cela l'exemple du plan 2 traité au paragraphe 4/ : en fait on appelle matrice des effets dans les plans d'expériences le tableau suivant plus complet que la stricte matrice des effets.

Dans ce tableau figure les colonnes du numéro d'essai, des termes du polynôme, de la réponse ainsi qu'une ligne inférieure donnant la valeur calculée du coefficient à estimer. La partie grisée du tableau est en fait la matrice des effets définie au 5-a/.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **N° essai** | **constante** | |  | **x1** |  | **x2** |  | **x3** | **réponse** |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 1 | **1** | | **-1** | | **-1** | | **1** | | **Y5** |
| 2 | **1** | | **1** | | **-1** | | **-1** | | **Y6** |
| 3 | **1** | | **-1** | | **1** | | **-1** | | **Y7** |
| 4 | **1** | | **1** | | **1** | | **1** | | **Y8** |
|  |  | a0 |  | a1 |  | a2 |  | a3 |  |
| coefficient | = | | = | | = | | = | |  |
|  | +Y5+Y6+Y7+Y8 |  | −Y5 +Y6 −Y7 +Y8 |  | −Y5 −Y6 +Y7 +Y8 |  | +Y5 −Y6 −Y7 +Y8 |  |
|  | 4 | | 4 | | 4 | | 4 | |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

On observe que chaque coefficient se calcule en prenant la somme des réponses, chacune d'elles étant affectée du signe de la colonne correspondante à ce coefficient, divisé par le nombre d'essais.

**13**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

On note aussi que le coefficient a0 du modèle est égal à la moyenne des réponses.

Cette méthode de calcul est générale dans les plans d'expériences factoriels.

***5-c/ Intervalle de confiance des coefficients***

On étudie maintenant la variance d'un coefficient pour connaître son intervalle de confiance.

Dans un plan factoriel complet ou fractionnaire de N essais, les réponses Yi et les coefficients ai sont des valeurs de variables aléatoires. On a vu que tout coefficient ai du modèle se calcule par une formule du type:

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | N |  |  |  | N |  | / N2 |
| ai = | ∑± Yj |  | / N | donc var(ai ) = | ∑var(Yj ) | |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
| j=1 | |  |  | j=1 | |  |  |

On introduit alors σ2 (variance connue des mesures) ou s2 (variance estimée des mesures). σ ou s sont des écarts-types expérimentaux

Dans le cas où on dispose d'une connaissance importante sur le domaine étudié et où on peut donc se baser sur les résultats tirés d'un "historique", on utilisera σ.

Dans le calcul suivant on suppose que l'écart-type est inconnu a priori ; pour déterminer s on utilisera souvent l'une des méthodes suivantes : réalisation de plusieurs points au centre du domaine d'étude ou réalisation de plusieurs fois la totalité du plan d'expériences.

La variance s2 des variables Yj étant supposée identique sur le domaine d'étude (erreur aléatoire constante pour toutes les réponses Yj) on en déduit que:

var(ai) = N.var(Y) / N2 = var (Y) / N

On admet que chaque coefficient appartient à une population normale.

Avec un risque de 5%, si la variance estimée des mesures s2 est connue, une estimation ponctuelle de l'écart-type de la variable aléatoire ai est s(ai) :

s(ai ) = s /  N



L'intervalle de confiance de tout coefficient est alors : ai ± t0,975 ⋅ sN



où t est la variable de Student avec le nombre de degrés de liberté utilisés pour la détermination de s.

**14**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

La détermination de l'intervalle sera complète quand on disposera des essais permettant d'obtenir l'écart-type s de la mesure.

La vérification de la signification statistique d'un coefficient sera alors entreprise. Pour simplifier, on admettra qu'un coefficient est significatif si son intervalle de confiance n'englobe pas la valeur 0. Si la valeur 0 appartient à l'intervalle de confiance du coefficient, on en déduira que le coefficient n'est pas significativement différent de 0 pour le risque α envisagé.

***Remarque 1 :*** *cette vérification consiste en fait à réaliser un test statistique de comparaison de la**valeur du coefficient (décrit par son intervalle de confiance) à la valeur standard 0. Le lecteur est invité à consulter un cours de statistique.*

***Remarque 2 :*** *la signification des coefficients s'étudie aussi par la technique d'analyse de variance qui**n'est pas abordée ici car elle nécessiterait des développements trop importants.*

**III. PLANS FACTORIELS COMPLETS**

Pour alléger les notations dans la suite de l'exposé, on utilisera les notations suivantes :

facteur et sa variable : A, B, C …

colonne de termes (colonne de -1 et +1) : **A**, **B**, **C**

coefficient (appelé effet ou interaction par la suite) : *A*, *B*, *C* …

*I* et**I**font référence à la moyenne respectivement comme valeur numérique et comme colonne determes tous égaux à +1.

**III.1. Construction des plans factoriels complets**

Un plan factoriel complet est un plan pour lequel toutes les combinaisons possibles aux limites du domaine d'étude auront été réalisées : c'est le nombre maximal d'essais pour un plan d'expériences factoriel. Le nombre d'essais N se calcule d'après la formule suivante : N = 2k où k est le nombre de facteurs.

Le nombre d'essais est exactement égal au nombre de coefficients du modèle à déterminer. On vérifie bien ceci pour les plans 22 et 23 :

*Plan 22 : facteurs A et B 4 expériences* y = a0 + a1 ⋅ A + a2 ⋅B + a12 ⋅ A ⋅B

*Plan 23 : facteurs A, B et C 8 expériences*

y = a0 + a1 ⋅ A + a2 ⋅ B + a3 ⋅ C + a12 ⋅ A ⋅ B + a13 ⋅ A ⋅ C + a23 ⋅ B ⋅ C + a123 ⋅ A ⋅ B ⋅ C

**15**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

*Plan 24 : facteurs A, B, C et D 16 expériences*

1. = a0 + a1 ⋅ A + a2 ⋅ B + a3 ⋅ C + a4 ⋅ D + a12 ⋅ A ⋅ B + a13 ⋅ A ⋅ C + a14 ⋅ A ⋅ D + a23 ⋅B ⋅ C + a24 ⋅ B ⋅ D

+ a34 ⋅ C ⋅D + a123 ⋅ A ⋅ B ⋅ C + a124 ⋅ A ⋅ B ⋅ D + a134 ⋅ A ⋅ C ⋅D + a234 ⋅ B ⋅ C ⋅D + a1234 ⋅ A ⋅ B ⋅ C ⋅ D

Les matrices d'expériences se construisent selon les tableaux suivants pour les cas des plans 22 et 23 avec des facteurs A, B et C.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| N° essai | A | B |
| 1 | **- 1** | **- 1** |
| 2 | **1** | **- 1** |
| 3 | **- 1** | **1** |
| 4 | **1** | **1** |

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| N° essai |  | A | B | C |
| 1 | **-** | **1** | **- 1** | **- 1** |
| 2 |  | **1** | **- 1** | **- 1** |
| 3 | **- 1** | | **1** | **- 1** |
| 4 |  | **1** | **1** | **- 1** |
| 5 | **-** | **1** | **- 1** | **1** |
| 6 |  | **1** | **- 1** | **1** |
| 7 | **- 1** | | **1** | **1** |
| 8 |  | **1** | **1** | **1** |

Plus généralement, la matrice d'expériences comporte k colonnes pour les facteurs principaux et 2k lignes soit 2k essais. Elle se construit selon la règle suivante:

* colonne du 1er facteur:
* colonne du 2e facteur:
* colonne du 3e facteur:
* colonne du 4e facteur:

alternance de -1 et +1 alternance de -1 et +1 de 2 en 2 alternance de -1 et +1 de 4 en 4 alternance de -1 et +1 de 8 en 8

et ainsi de suite pour un nombre plus élevé de facteurs.

En adoptant ces règles empiriques, la matrice des effets est une matrice de Hadamard.

**2/ Application au fonctionnement d'un pistolet à peinture**

*L'exemple est tiré de l'ouvrage : "Les plans d'expériences par la méthode Taguchi, Maurice PILLET, Editions d'organisation, 1997.*

***2-a/ Présentation de l'étude***

On considère le plan d'expériences visant à étudier les conditions de fonctionnement d'un pistolet à peinture servant à appliquer une couche de vernis sur des objets. Deux facteurs sont étudiés: l'ouverture du pistolet (facteur A) et la pression (facteur B). La réponse est la couleur obtenue allant de 0 (noir) à 60 (jaune).

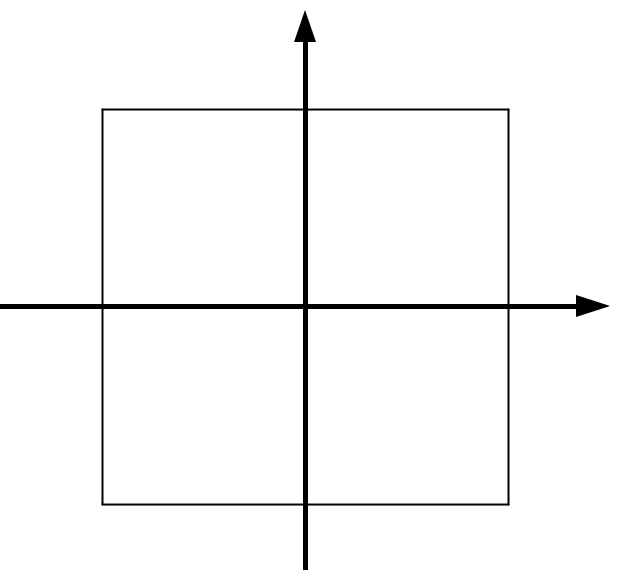
Le plan choisi est un plan factoriel complet 22.

**16**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

La matrice d'expériences suivante est fournie avec les résultats expérimentaux obtenus :

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **N° essai** | **ouverture** | **pression** | **couleur** | |
|  | **A** | **B** |  |  |
| 1 | **-** | **-** | **Y1** | **= 15** |
| 2 | **+** | **-** | **Y2** | **= 20** |
| 3 | **-** | **+** | **Y3** | **= 25** |
| 4 | **+** | **+** | **Y4** | **= 40** |
| niveau – 1 | 1 cran | 1 bar |  |  |
| niveau +1 | 3 crans | 2 bars |  |  |
| niveau 0 | 2crans | 1,5 bars |  |  |



***2-b/ Calculs des effets et interactions***

Dans un premier temps on utilise l'interprétation qualitative du I-2-c/ ; l'effet calculé est nommé **effet** global de l'ouverture sur la couleur. On calcule ainsi l'effet EOuverture global.

EOuverture global = ½ (Y2+Y4) – ½ (Y1+Y3) = 10

De même : EPression global = ½ (Y3+Y4) – ½ (Y1+Y2) = 15

En fait dans la suite on nommera **effet** d'un facteur la valeur l'effet global divisé par 2 ce qui est aussi nommé dans la littérature **l'effet moyen** du facteur.

***Remarque*** *: les logiciels, MINITAB notamment, utilisent parfois dans leur exploitation le nom**d'effet pour l'effet global et de coefficient pour l'effet moyen.*

**17**

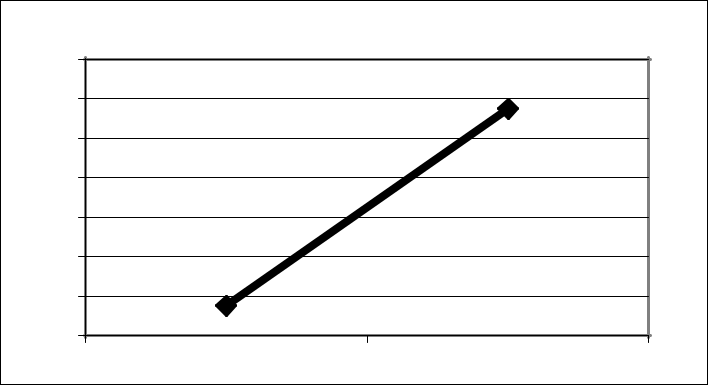
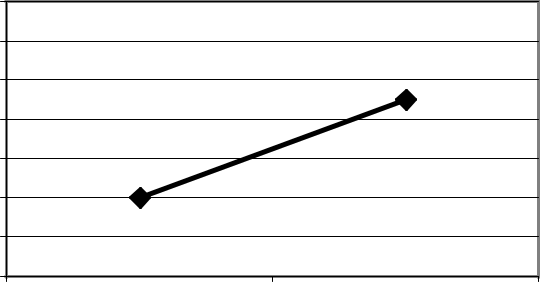
|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

On calcule donc :

EOuverture moyen = ½ [½ (Y2+Y4) – ½ (Y1+Y3)] = ¼ .[-Y1+Y2-Y3+Y4] = 5 = **Eouverture** EPression moyen = ½ (Y3+Y4) – ½ (Y1+Y2) = ¼ .[-Y1-Y2+Y3+Y4] = 7,5 = **Epression**

Un effet moyen positif pour un facteur s'interprète qualitativement ainsi : une augmentation de la valeur de ce facteur entraîne une augmentation de la réponse. Dans notre cas une augmentation de l'ouverture ou de la pression entraîne une augmentation de la couleur. Les graphiques suivants illustrent ces effets.

|  |  |
| --- | --- |
| **couleur** |  |
| 30 |  |
| 28 |  |
| 26 |  |
| 24 |  |
| 22 |  |
| 20 |  |
| 18 |  |
| 16 |  |
| 1 cran | 3 crans |
| **couleur** |  |
| 30 |  |
| 28 |  |
| 26 |  |
| 24 |  |
| 22 |  |
| 20 |  |
| 18 |  |
| 16 |  |
| 1 bar | 2 bar |



On recherche maintenant si l'effet de la pression dépend de l'ouverture, autrement s'il existe une interaction entre pression et ouverture.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| E Pression (Ouverture 1 cran) = | ½ | .[-Y1 +Y3] = 5 |
| E Pression (Ouverture 3 crans) = | ½ | .[-Y2 +Y4] = 10 |

On peut déterminer maintenant l'effet de l'interaction de la même façon que l'effet moyen d'un facteur en considérant la demi-différence entre les deux valeurs précédentes:

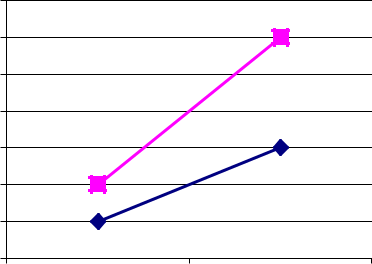
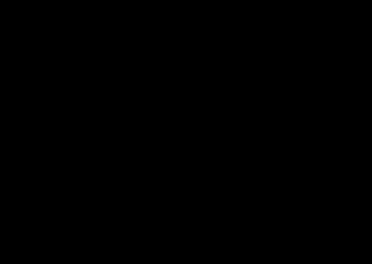
IOuverture Pression = ½ .[ ½ (-Y2+Y4) – ½ (-Y1+Y3) ] = ¼ .[Y1-Y2-Y3+Y4] = 2,5

**18**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

Une représentation simple consiste à tracer le graphique des interactions en prenant la moyenne des données pour une condition expérimentale. Les droites du graphique n'étant pas parallèles, on en déduit aussi qu'il y a interaction entre la pression et l'ouverture. Une ouverture plus importante augmente l'effet de la pression.

|  |  |
| --- | --- |
| **couleur** |  |
| 45 |  |
| 40 |  |
| 35 |  |
| 30 |  |
| 25 |  |
| 20 |  |
| 15 |  |
| 10 |  |
| 1 bar | 2 bars |



 1 cran

 3 crans

On obtiendrait la même valeur d'interaction si on permutait le rôle de l'ouverture et de la pression.

En conclusion, pour obtenir un jaune plus prononcé dans le domaine d'étude, il faut appliquer une pression de 2 bars et ouvrir à 3 crans. La pression a un effet plus important.

***2-c/ Récapitulatif de l'étude d'un plan complet***

1. partir du modèle polynomial choisi ( y = a0 + a1 ⋅ A + a2 ⋅ B + a12 ⋅ A ⋅ B avec la première notation), on construit la matrice des effets. On note que la colonne AB peut se construire rapidement en multipliant terme à terme les colonnes de A et B : c'est la méthode générale de construction des termes d'interaction. La matrice des effets correspond à une matrice d'Hadamard.

On effectue ensuite le calcul des coefficients du polynôme comme il a été exposé au II/5-b/.

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **N° essai** | **Moyenne** | **A** | **B** | **AB** | **couleur** |
| 1 | **+** | **-** | **-** | **+** | **15** |
| 2 | **+** | **+** | **-** | **-** | **20** |
| 3 | **+** | **-** | **+** | **-** | **25** |
| 4 | **+** | **+** | **+** | **+** | **40** |
| moyenne |  |  |  |  |  |
| ou effet ou | 25 | 5 | 7,5 | 2,5 |  |
| interaction |  |  |  |  |  |

On s'aperçoit que les valeurs des coefficients correspondent à ce qui a été défini au III/2-b/ pour le calcul des effets des facteurs A et B et de l'interaction AB.

**19**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

On obtient donc : a0 = *I* = 25

a1 = *A* = 5

a2 = *B* = 7,5

a12 = *AB* = 2,5

Le modèle mathématique s'écrit donc :

Y = 25 + 5.A + 7,5.B + 2,5.A.B

Le modèle nécessite d'être validé par l'expérience. Couramment on vérifie au centre du domaine d'étude le modèle soit ici avec 2 crans pour ouverture et une pression de 1,5 bars.

En admettant l'étape de validation accomplie, une application possible de ce modèle est la prévision d'une réponse pour des paramètres de fonctionnement quelconques. Comme le modèle est exprimé avec des variables centrées réduites il faudra transformer les variables naturelles de procédé pour être autorisé à utiliser le modèle. Par exemple pour une ouverture à 2,5 crans et une pression de 1,25 bar, on trouve avec le changement de variable indiqué en II/2/ :

A = +0,5 et B = -0,5

La valeur attendue pour la couleur est alors de 23,1

***Remarque :*** *dans cette étude les conclusions sont établies avec l'hypothèse que les valeurs trouvées**pour les effets et l'interaction sont significativement différentes de 0. Cette hypothèse est implicitement admise ici en admettant par exemple que pour le responsable de cette étude ces valeurs entraînent des variations de la couleur importantes pour le procédé de peinture. On verra dans les deux applications suivantes comment estimer cette significativité statistique lorsqu'on n'a pas d'autre information.*

***2-d/ Courbes isoréponses***

A partir du modèle il est intéressant de tracer les courbes isoréponses pour prévoir graphiquement la couleur. Le logiciel MINITAB fournit cette possibilité de tracé. On constate effectivement que les plus fortes valeurs de couleur sont obtenues pour les valeurs de pression et d'ouverture les plus élevées.

***Remarque :*** *pour tracer une des courbes du graphe, il faut d'abord transformer l'expression du**modèle ci-dessus en passant pour A et B aux variables naturelles. Ensuite on fixe une valeur de réponse à 30 par exemple et on exprime alors B en fonction de A. Il ne reste alors plus qu'à tracer la courbe et à recommencer pour une autre valeur de réponse.*

**3/ Application à l'étude de la robustesse du dosage de l'amiodarone par HPLC**

*L'exemple est inspiré du mémoire de travail de diplôme d'analyse pharmaceutique de Noémie MARCOZ (Université de Genève) intitulé "Etude de stabilité des solutions injectables d'amiodarone", 2003.*

***3-a/ Présentation de l'étude***

L'étude de la robustesse d'une méthode permet de définir les variations admissibles des paramètres opératoires critiques c'est-à-dire des paramètres qui ont un effet sur la valeur de la réponse fournie. L'amiodarone est une molécule utilisée dans le domaine médical. On détermine par HPLC la concentration des solutions injectables d'amiodarone.

La réponse étudiée est l'asymétrie du pic d'amiodarone : en effet une variation de l'asymétrie du pic peut engendrer des erreurs dans la détermination de la concentration en amiodarone.

Les facteurs étudiés sont le pH du tampon phosphate (A), le pourcentage d'acétonitrile (B) et la concentration molaire du tampon phosphate (C).

**21**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

Un plan factoriel complet 23 est réalisé pour déterminer quels sont les facteurs et interactions importants.

Les conditions du domaine expérimental sont données dans la matrice d'expériences suivante.

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **Numéro d'essai** | **A** | **B** | **C** | **asymétrie** |
|  |  |  |  |  |
| 1 | **-** | **-** | **-** | **1,57** |
|  |  |  |  |  |
| 2 | **+** | **-** | **-** | **1,62** |
|  |  |  |  |  |
| 3 | **-** | **+** | **-** | **1,34** |
|  |  |  |  |  |
| 4 | **+** | **+** | **-** | **1,42** |
|  |  |  |  |  |
| 5 | **-** | **-** | **+** | **1,55** |
|  |  |  |  |  |
| 6 | **+** | **-** | **+** | **1,62** |
|  |  |  |  |  |
| 7 | **-** | **+** | **+** | **1,36** |
|  |  |  |  |  |
| 8 | **+** | **+** | **+** | **1,20** |
|  |  |  |  |  |
| niveau -1 | 2,3 | 45 % | 24 mmol.L-1 |  |
| niveau +1 | 2,7 | 55 % | 29 mmol.L-1 |  |
| niveau 0 | 2,5 | 50 % | 26,5 mmol.L-1 |  |

Le niveau 0 des facteurs correspond aux conditions dans lesquelles le dosage s'effectue habituellement dans le laboratoire.

Pour une évaluation statistique de la signification des effets et interactions, 6 points au centre du domaine ont été réalisés.

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **Numéro d'essai** | **A** | **B** | **C** | **asymétrie** |
| **au centre** |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| 1 | **0** | **0** | **0** | **1,38** |
|  |  |  |  |  |
| 2 | **0** | **0** | **0** | **1,56** |
|  |  |  |  |  |
| 3 | **0** | **0** | **0** | **1,34** |
|  |  |  |  |  |
| 4 | **0** | **0** | **0** | **1,51** |
|  |  |  |  |  |
| 5 | **0** | **0** | **0** | **1,48** |
|  |  |  |  |  |
| 6 | **0** | **0** | **0** | **1,47** |
|  |  |  |  |  |

Le schéma suivant regroupe les différents essais qui ont bien été choisis aux extrémités du domaine d'étude.

**22**

***3-b/ Calculs des effets et interactions***

On représente la matrice des effets à partir du modèle polynomial choisi pour

le plan 23 ( y = a0 + a1 ⋅ A + a2 ⋅B + a3 ⋅ C + a12 ⋅ A ⋅B + a13 ⋅ A ⋅ C + a23 ⋅B ⋅ C + a123 ⋅ A ⋅B ⋅ C ).

Le nombre de coefficients inconnus est de 23. La matrice des effets s'écrit :

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **N°** | **moyenne** |  | **A** |  | **B** |  | **C** |  | **AB** | **AC** | |  | **BC** |  | **ABC** |  | **asymétrie** |
| **essai** |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 1 | **+** |  | **-** |  | **-** |  | **-** |  | **+** | **+** | |  | **+** |  | **-** |  | **1,57** |
| 2 | **+** | **+** | | **-** | | **-** | | **-** | | **-** | | **+** | |  | **+** |  | **1,62** |
| 3 | **+** | **-** | | **+** | | **-** | | **-** | | **+** | | **-** | |  | **+** |  | **1,34** |
| 4 | **+** |  | **+** |  | **+** |  | **-** |  | **+** | **-** | |  | **-** |  | **-** |  | **1,42** |
| 5 | **+** | **-** | | **-** | | **+** | | **+** | | **-** | | **-** | |  | **+** |  | **1,55** |
| 6 | **+** | **+** | | **-** | | **+** | | **-** | | **+** | | **-** | |  | **-** |  | **1,62** |
| 7 | **+** |  | **-** |  | **+** |  | **+** |  | **-** | **-** | |  | **+** |  | **-** |  | **1,36** |
| 8 | **+** | **+** | | **+** | | **+** | | **+** | | **+** | | **+** | |  | **+** |  | **1,20** |
| moyenne | **1,460** | **0,005** | | **- 0,130** | | **- 0,028** | | **- 0,025** | | **- 0,028** | | **- 0,023** | |  | **- 0,033** |  |  |
| ou effet ou |  |  |  |
| interaction |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  | Les coefficients ont été calculés selon la méthode décrite au II-5-b/. Par | | | | | | | | | | | | | | | |  |
| exemple pour le coefficient a23, on a : | | | | | | | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| **a**23= | **(**+1**,**57+1**,**62−1**,**34−1**,**42−1**,**55−1**,**62+1**,**36+1**,**20**)** | | | | | | | | | | = −0**,**023 = *BC* | | | |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  | 23 | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |



***3-c/ Intervalle de confiance des coefficients (effet ou interaction)***

On effectue ici la détermination par des mesures au centre du domaine.

**23**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

Si les mesures xi au centre du domaine sont répétées n fois, on en déduit une estimation de la variance en ce point, estimation qu'on estime identique pour tout le

domaine d'étude. x est la moyenne de ces mesures.

s2 = ∑(xi − x)2

n − 1

L'écart-type estimé s est ainsi calculé avec n – 1 degrés de liberté. Dans notre exemple n = 6.

On calcule s = 0,082. D'après II/5-c/, l'intervalle de confiance de tout

coefficient est alors : ai ± t0,975 ⋅ sN avec N (nombre d'essais) égal à 8.



où t est la variable de Student avec le nombre de degrés de liberté utilisés pour la détermination de s. On prend ici t0,975 = 2,57 avec un risque de 5 %.

Donc finalement on obtient : ai ± 0,075

***3-d/ Récapitulatif de l'étude du plan complet***

Tous les effets ou interactions dont l'intervalle de confiance comprend la valeur 0 ne sont donc pas significatifs.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *A* = 0,005 | *B* = -0,130 | *C* = -0,028 |  |
| *ABC* = -0,033 | *AB* = -0,025 | *AC* = -0,028 | *BC* = -0,023 |

Seul l'effet du facteur B est à comptabiliser. En conclusion l'effort doit être porté sur le pourcentage d'acétonitrile qui doit être contrôlé sous peine sinon de modifier l'asymétrie du pic d'amiodarone et donc de fausser la détermination de la concentration en amiodarone. Les autres facteurs n'ont aucun rôle dans l'asymétrie du pic.

**4/ Application au traitement d'eau polluée par des ions Cu2+ et Zn2+.**

*L'exemple est tiré de : "Traitement d'une solution aqueuse contenant des ions Zn2+ et des ions Cu2+", projet de licence professionnelle Industries chimiques et pharmaceutiques : BPL et BPF, Université de Dijon, Marine BRUET, 2006"*

***4-a/ Présentation de l'étude***

Le projet vise à déterminer en jars tests les meilleures conditions de traitement après précipitation, floculation et décantation pour une eau polluée contenant des ions Cu2+ et Zn2+.

La faisabilité industrielle du procédé est estimée notamment à partir de la durée de la décantation qui doit être la plus faible possible. Cette durée constitue une

**24**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

réponse. Trois facteurs sont étudiés. La nature de l'hydroxyde (facteur A) est un facteur qualitatif. L'excès stœchiométrique en hydroxyde (facteur B) et le pourcentage en volume de floculant (facteur C) sont deux facteurs quantitatifs.

Le plan choisi est un plan factoriel complet 23. Pour une évaluation statistique de la signification des effets et interactions, le plan sera répliqué une fois.

La matrice d'expériences suivante est fournie avec les résultats expérimentaux obtenus :

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Numéro d'essai** | **A** | **B** | **C** | **durée1** | **durée2** |
| **(s)** | **(s)** |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
| 1 | **-** | **-** | **-** | **29** | **25** |
|  |  |  |  |  |  |
| 2 | **+** | **-** | **-** | **17** | **22** |
|  |  |  |  |  |  |
| 3 | **-** | **+** | **-** | **40** | **47** |
|  |  |  |  |  |  |
| 4 | **+** | **+** | **-** | **20** | **23** |
|  |  |  |  |  |  |
| 5 | **-** | **-** | **+** | **19** | **22** |
|  |  |  |  |  |  |
| 6 | **+** | **-** | **+** | **18** | **15** |
|  |  |  |  |  |  |
| 7 | **-** | **+** | **+** | **29** | **31** |
|  |  |  |  |  |  |
| 8 | **+** | **+** | **+** | **13** | **12** |
|  |  |  |  |  |  |
| niveau - | chaux | x 2 | 2 % |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
| niveau + | soude | x 4 | 10 % |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
| niveau 0 |  |  | 6 % |  |  |
|  |  |  |  |  |  |

Le niveau 0 n'a pas de sens pour un facteur qualitatif. De même pour un excès stœchiométrique la définition du niveau 0 n'est pas évidente d'un point de vue chimique.

***4-b/ Calculs des effets et interactions***

On construit la matrice des effets ; on indique pour la durée de la décantation la moyenne des valeurs obtenues ce qui dans le calcul des effets et des interactions revient alors à considérer 8 essais et non 16.

**25**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | | | | | | | | | | |  |  |  | | |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| **N°** | **moyenne** |  | **A** |  | **B** |  | **C** |  | **AB** | **AC** |  | **BC** |  | **ABC** | **durée** |
| **essai** |  |  |  |  |  |  | **(s)** |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 1 | **+** | **-** | | **-** | | **-** | | **+** | | **+** | **+** | | **-** | | **27** |
| 2 | **+** | **+** | | **-** | | **-** | | **-** | | **-** | **+** | | **+** | | **19,5** |
| 3 | **+** |  | **-** |  | **+** |  | **-** |  | **-** | **+** |  | **-** |  | **+** | **43,5** |
| 4 | **+** | **+** | | **+** | | **-** | | **+** | | **-** | **-** | | **-** | | **21,5** |
| 5 | **+** | **-** | | **-** | | **+** | | **+** | | **-** | **-** | | **+** | | **20,5** |
| 6 | **+** |  | **+** |  | **-** |  | **+** |  | **-** | **+** |  | **-** |  | **-** | **16,5** |
| 7 | **+** | **-** | | **+** | | **+** | | **-** | | **-** | **+** | | **-** | | **30** |
| 8 | **+** | **+** | | **+** | | **+** | | **+** | | **+** | **+** | | **+** | | **12,5** |
| moyenne | **23,9** | **- 6,4** | | **3** | | **- 4** | | **- 3,5** | | **1** | **- 1,6** | | **0,13** | |  |
| ou effet ou |  |
| interaction |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |



Le logiciel MINITAB fournit les représentations suivantes des effets et des interactions.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  | |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  | |  |  |  |  |  | |  |  |  |

**26**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

Il faut vérifier maintenant cet aspect avec un examen statistique des résultats.

***4-c/ Intervalle de confiance des coefficients (effet ou interaction)***

La technique des points au centre économise évidemment des essais par rapport à la réplication d'un plan. Néanmoins elle est inapplicable pour certains facteurs qualitatifs (que veut dire un niveau "0" pour un type de réactif, un type d'appareil …).

***Remarque :*** *un autre intérêt d'effectuer des points au centre est de permettre de vérifier le modèle en**un point où une "courbure" a de grandes chances d'être visible.*

Quand on répète le plan plusieurs fois, les mesures réalisées en un point expérimental constitue un petit échantillon. On estime alors la variance s2 des mesures en considérant qu'on dispose de k petits échantillons (correspondant à k points du domaine d'étude) et d'un nombre total d'essais de N donc N / k répétitions du plan.

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| s | 2 | **=** | **∑**si2 | 2 |  |
|  |  | où si | est la variance estimée d'un échantillon i. |
|  | k |
|  |  |  |  |  |

**27**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

s2 est calculée avec N – k degrés de liberté

Dans notre exemple N - k = 16 – 8 = 8.

On calcule finalement s = 2,76. D'après II/5-c/, l'intervalle de confiance de tout

coefficient est alors : ai ± t0,975 ⋅ sN avec N(nombre d'essais) égal à 16.



où t est la variable de Student avec le nombre de degrés de liberté utilisés pour la détermination de s. On prend ici t0,975 = 2,31 avec un risque de 5 %.

Donc finalement on obtient : ai ± 1,59

***4-d/ Récapitulatif de l'étude du plan complet***

Tous les effets ou interactions dont l'intervalle de confiance comprend la valeur 0 ne sont donc pas significatifs.

*A*=-6,4 *B*=3 *C*=-4

*ABC* = 0,13 *AB* = -3,5 *AC* = 1 *BC* = -1,6

On prendra donc en considération les effets des trois facteurs et deux interactions ce qui confirme l'examen des graphiques.

Néanmoins les graphiques peuvent induire un peu en erreur car pour l'interaction AC les deux droites semblaient assez loin d'être parallèles et l'étude statistique conduit à la limite seulement à prendre en compte cette interaction. Dans ce cas d'ailleurs le contexte professionnel conduit à garder ou non ce terme dans le modèle.

Le modèle final s'écrit donc :

y = 23,9 - 6,4 . A + 3 . B – 4 . C – 3,5 . A.B – 1,6 . B.C

Une application intéressante de ce modèle est de rechercher les valeurs des facteurs pour minimiser la durée de décantation. La présence des interactions AB et BC rend impossible un choix rapide des conditions optimales.

Le logiciel MINITAB permet l'obtention de l'optimum : la durée de décantation est minimale à l'intérieur du domaine d'études pour A = B = C = + 1.

Il faut donc utiliser de la soude, un excès stœchiométrique de 4 fois et un % en volume de floculant égal à 10 %.

**5/ Avantages et inconvénients des plans factoriels complets**

Les plans factoriels complets sont des plans dits sans risque car ils permettent de déterminer tous les effets et toutes les interactions sans ambiguïtés.

**28**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

Le nombre d'essais nécessaire est au moins égal au nombre total de coefficients à déterminer.

Les essais sont réalisés de telle sorte que les coefficients sont estimés avec une variance minimale. Leur simplicité d'exploitation assure un bon "rendement" par rapport aux résultats obtenus.

Néanmoins ils présentent une limite essentielle : le nombre d'essais augmente très rapidement avec le nombre de facteurs. On atteint déjà 128 expériences (27) pour 7 facteurs ce qui devient donc très vite difficile à réaliser dans la pratique.

**IV/ PLANS FACTORIELS FRACTIONNAIRES**

***IV.1-a/ principes***

Les plans fractionnaires ont été conçus pour remédier à l'inflation rapide du nombre d'essais dans les plans complets.

L'objectif des plans fractionnaires va consister à réduire le nombre d'expériences à réaliser par rapport au nombre maximum donné par le plan complet. Les plans fractionnaires utilisent les matrices des effets des plans complets. Leurs matrices des effets ont donc également toutes les qualités des matrices d'Hadamard.

On parlera de plan 2k-p (p entier) pour indiquer un plan fractionnaire issu du plan complet 2k avec k facteurs à 2 niveaux. Par exemple le plan 24-1 est un plan fractionnaire permettant l'étude de 4 facteurs en utilisant la matrice des effets du plan complet 23 : 23 expériences sont à réaliser au lieu des 24 expériences du plan complet. Le nombre d'expériences est divisé par 2, il correspond à la réalisation d'un demi plan complet 24.

De la même manière il est possible de réaliser des plans 2k-2 ,… 2k-p (p entier < k). Le plan 27-3 permettra une étude de 7 facteurs avec seulement 24 expériences au lieu de 27 : il s'agit donc de 1/8ème du plan complet 27.

Néanmoins les plans fractionnaires nécessitent une phase de conception plus longue car l'interprétation qui résultera des résultats dépend essentiellement du choix de p. Plus le nombre p augmente, plus la charge expérimentale va diminuer mais au détriment d'un risque de plus en plus grand sur la qualité des informations tirées du plan. Il faudra donc évaluer les risques avant de démarrer l'expérimentation et les minimiser en construisant le plan fractionnaire adéquat. C'est le pari du plan fractionnaire

**29**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

***1-b/ Expériences "inutiles" d'un plan complet***

Un plan complet 24 (modèle ci-dessous) permet d'estimer les 4 effets des facteurs, la moyenne, les 6 interactions d'ordre 2, les 4 interactions d'ordre 3 et l'interaction d'ordre 4.

1. = a0 + a1 ⋅ A + a2 ⋅ B + a3 ⋅ C + a4 ⋅ D + a12 ⋅ A ⋅ B + a13 ⋅ A ⋅ C + a14 ⋅ A ⋅ D + a23 ⋅B ⋅ C + a24 ⋅ B ⋅ D

+ a34 ⋅ C ⋅D + a123 ⋅ A ⋅ B ⋅ C + a124 ⋅ A ⋅ B ⋅ D + a134 ⋅ A ⋅ C ⋅D + a234 ⋅ B ⋅ C ⋅D + a1234 ⋅ A ⋅ B ⋅ C ⋅ D

On a vu dans les applications sur les plans complets que les interactions d'ordre 3 pouvaient être négligées. C'est un résultat très général : dans la pratique les interactions d'ordre supérieur ou égal à 3 sont négligeables sauf de très rares exceptions.

On en déduit alors dans l'exemple du plan complet 24 qu'on va effectuer 16 expériences pour un nombre nécessaire de seulement 11 coefficients à déterminer. La proportion d'essais utiles par rapport au nombre total d'essais diminue encore plus nettement si on augmente le nombre de facteurs.

Pour un plan 23 avec 3 facteurs A, B et C, si on se contente de vouloir estimer l'influence de A, B et C sans se préoccuper des interactions, on a 4 coefficients à connaître : la moyenne et les effets des 3 facteurs soit 4 essais.

1. = a0 + a1 ⋅ A + a2 ⋅ B + a3 ⋅ C

Un plan fractionnaire 23-1 avec 4 essais suffira : 4 essais seront donc économisés. Néanmoins on n'obtiendra pas d'information sur les interactions (AB, AC, BC). Si jamais une des interactions n'était pas négligeable, les coefficients du modèle seraient entachés d'erreur et le modèle ne conviendrait pas pour une utilisation ultérieure. C'est tout le pari d'un plan fractionnaire !

Pour conclure, les plans fractionnaires sont souvent utilisés en temps que plans de criblage destinés à déterminer quels sont les facteurs les plus influents sans forcément étudier les interactions d'ordre 2. C'est souvent le cas si le nombre de facteurs est très élevé.

***1-c/ Notion d'aliase et de contraste***

Pour l'étude d'un plan fractionnaire 24-1 à 4 facteurs, 8 expériences sont réalisées. Le modèle de plan factoriel avec 4 facteurs est le suivant

1. = a0 + a1 ⋅ A + a2 ⋅ B + a3 ⋅ C + a4 ⋅ D + a12 ⋅ A ⋅ B + a13 ⋅ A ⋅ C + a14 ⋅ A ⋅ D + a23 ⋅B ⋅ C + a24 ⋅ B ⋅ D

+ a34 ⋅ C ⋅D + a123 ⋅ A ⋅ B ⋅ C + a124 ⋅ A ⋅ B ⋅ D + a134 ⋅ A ⋅ C ⋅D + a234 ⋅ B ⋅ C ⋅D + a1234 ⋅ A ⋅ B ⋅ C ⋅ D

Les matrices des effets des plans factoriels doivent comporter autant de lignes que de colonnes. Chaque colonne correspond à un coefficient du modèle donc il faudrait 16 colonnes : pour utiliser une matrice à 24-1 colonnes, il faut donc faire en sorte que les termes de (16 – 8) colonnes se retrouvent dans les 8 autres colonnes.

**30**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

Les termes étant tous égaux à – 1 ou + 1, une solution consiste à écrire que la variable D aura la même valeur dans chacune des 8 expériences que la valeur du produit de variables A.B.C. Le choix des valeurs de D dans la matrice d'expérience sera donc fixé.

On peut donc écrire pour les 8 expériences : D = A.B.C. Comme cette égalité est vraie pour les 8 expériences, on peut écrire l'égalité de colonne suivante :

**D**=**ABC**

Le choix de D = A.B.C permet alors d'écrire les égalités suivantes sur les variables en utilisant le fait que le produit d'une variable quelconque par elle-même est toujours égal à + 1.

A.D = B.C B.D = A.C C.D = A.B A.B.D = C

A.C.D = B B.C.D = A et A.B.C.D = 1

On dira que D est l'**aliase** initiale (choisie par l'expérimentateur).

D **est aliasé** avec A.B.C, B est aliasé avec A.C.D, A.D est aliasé avec B.C …

Le modèle s'écrit alors sous la forme :

y = (a0 + a1234 ) + (a1 + a234 )⋅ A + (a2 + a134 )⋅ B + (a3 + a124 )⋅ C + (a12 + a34 )⋅ A ⋅B

+ (a13 + a24 ) ⋅ A ⋅ C + (a14 + a23 ) ⋅ B ⋅ C + (a4 + a123 )⋅ A ⋅B ⋅ C

On reconnaît bien le modèle d'un plan factoriel complet 23 dont on pourra utiliser la matrice des effets. Les nouveaux coefficients hi calculés avec la matrice des effets par la méthode habituelle seront nommés **contrastes**.

Un contraste hi est une somme d'effets et d'interactions. On les écrit ainsi :

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| h1 | = a0 + a1234 | h2 | = a1 + a234 | h3 | = a2 + a134 | h4 | = a3 | + a124 |
| h5 | = a12 + a34 | h6 | = a13 + a24 | h7 | = a14 + a23 | h8 | = a4 | + a123 |

***Remarque :*** *un contraste apparaît ici comme une somme mais dans le cas général des signes**négatifs peuvent apparaître. Il suffisait par exemple de choisir comme aliase initiale* D = - A.B.C*.*

***1-d/ Interprétation des contrastes***

Les difficultés d'interprétation apparaissent dans l'expression des contrastes du 1-c/. Les 16 coefficients initiaux ai du modèle sont a priori impossibles à calculer car ils sont groupés par 2.

**31**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

La détermination des effets et des interactions est néanmoins possible moyennant certaines hypothèses couramment admises. Bien entendu il faut valider ces hypothèses avant de conclure une étude, par exemple avec la vérification de points expérimentaux particuliers comme au centre du domaine d'étude. Les hypothèses sont les suivantes :

* **Hypothèse 1 :** les interactions d'ordre égal ou supérieur à 3 peuvent êtrenégligées.
* **Hypothèse 2 :** si un contraste est négligeable, tous les termes aliasés sonteux-mêmes négligeables ; une compensation des termes est très improbable.
* **Hypothèse 3 :** si deux effets de facteurs sont négligeables, on supposeraque leur interaction l'est aussi.
* **Hypothèse 4 :** une interaction comportant deux facteurs dont l'un a uneffet négligeable, est généralement une interaction négligeable.

Il faut néanmoins être attentif à toute anomalie dans les résultats même si on estime que ces hypothèses sont vérifiées dans 95 % des cas.

***1-e/ Résolution d'un plan fractionnaire***

Le choix de l'aliase initiale est fondamental pour la conception d'un plan fractionnaire.

Dans l'exemple du 1-c/ le choix D = A.B.C a permis d'obtenir des contrastes où les effets des facteurs A,B,C et D sont déterminés directement par le calcul des contrastes h1, h2, h3 et h4. La seule hypothèse sur l'ordre des interactions permet d'écrire :

h2 = a1 = *A* h3 = a2 = *B* h4 = a3 = *C* h8 = a4 = *D*

Par contre on dispose uniquement de la somme des interactions *AD* et *BC*, *BD* et *AC*, *CD* et *AB*. Seuls l'application des hypothèses sur les contrastes calculéspermettront peut-être de pouvoir connaître toutes les interactions.

Si on avait choisi comme aliase initiale D = AB, on aurait abouti à l'impossibilité de distinguer l'effet d'un facteur avec une interaction d'ordre 2 ! Il faut donc toujours aliaser les facteurs supplémentaires (par rapport à ceux du complet) avec les interactions d'ordre le plus élevé.

On définit la notion de résolution d'un plan fractionnaire selon les termes de l'expression des contrastes :

**32**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

*plan de résolution III :*

*plan de résolution IV :*

*plan de résolution V :*

effet d'un facteur aliasé avec interaction dont l'ordre le moins élevé est 2

effet d'un facteur aliasé avec interaction dont l'ordre le moins élevé est 3

effet d'un facteur aliasé avec interaction dont l'ordre le moins élevé est 4

Il apparaît que les plans d'ordre III sont risqués car si une interaction n'est pas supposée négligeable, elle s'ajoute à l'effet d'un facteur. Ce type de plan est à entreprendre pour réduire énormément le nombre d'expériences dans le cas d'un grand nombre de facteurs. Dans ce cas il est parfois nécessaire de réaliser un plan complémentaire pour accéder à toutes les interactions (voir 3/).

Les plans d'ordre V permettent de lever tous les doutes sur la détermination des effets des facteurs et des interactions. Néanmoins ils sont peu fractionnaires et sont ainsi coûteux en nombre d'essais.

Les plans d'ordre IV présentent un bon compromis: les effets des facteurs sont faciles à déterminer, il reste par contre des doutes sur les interactions d'ordre 2. Le plan du 1-c/ est un plan d'ordre IV.

***1-f/ Opérations sur les colonnes (calcul de Box)***

Le calcul de Box est un outil très utile pour l'écriture des contrastes. Cette méthode s'applique uniquement aux plans fractionnaires à 2 niveaux – 1 et + 1.

Chaque colonne de la matrice des effets comprend uniquement des valeurs +1 ou -1. On désigne par **A** la colonne de valeurs sous la variable A. On nomme **I** la colonne ne comportant que les valeurs +1.

Avec des colonnes quelconques **A** et **B**, les propriétés de la "multiplication des colonnes" sont les suivantes :

* **AB**=**BA**

• **AI** = **IA** = **A** et **- IA** = **- A**

* **AA**=**I**

Une égalité entre deux colonnes **A** et **B** signifie que les termes des deux colonnes sont identiques.

***1-g/ Conception d'un plan fractionnaire 23-1***

La conception d'un plan fractionnaire 23-1 permet en 4 expériences d'étudier 3 facteurs A, B et C et leurs interactions moyennant certains risques. Il faudra utiliser la matrice des effets d'un plan factoriel complet 22 et effectuer 4 expériences au lieu de 8.

**33**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | | | | |  | |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  | **N° essai** | **I** | **A** | **B** | **AB** |  |
|  | 1 | **+** | **-** | **-** | **+** |  |
|  | 2 | **+** | **+** | **-** | **-** |  |
|  | 3 | **+** | **-** | **+** | **-** |  |
|  | 4 | **+** | **+** | **+** | **+** |  |

Une telle matrice ne comprend que 4 colonnes. Quatre autres termes sont à introduire : C, AC, BC et ABC. Pour cela on choisit comme aliase initial C = AB.

Plutôt que d'écrire la transformation du polynôme du 1-c/, la méthode la plus rapide pour connaître tous les contrastes est de définir le **générateur d'aliases**.

L'écriture **C** = **AB** est équivalente à **I** = **ABC**

En effet : **C** = **AB** **⇒** **CC** = **ABC** **⇒** **I** = **ABC**

**I** = **ABC** est le générateur d'aliases. Les autres aliases sont obtenues enmultipliant chaque colonne par le générateur d'aliases. D’après la propriété de multiplication avec la colonne **I**, on obtient alors :

**I**=**ABC** **A**=**BC** **B**=**AC** **AB**=**C**

Par exemple : **A** = **AI** = **AABC** = **IBC** = **BC**

On en déduit alors la matrice des effets avec les contrastes :

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Numéro** | **I** | **A** |  | **B** |  | **AB** |  |
| **=** | **=** | **=** | | **=** | | **Y** |
| **d'essai** |
|  | **ABC** | **BC** |  | **AC** |  | **C** |  |
| 1 | **+** | **-** | **-** | | **+** | | **Y1** |
| 2 | **+** | **+** | **-** | | **-** | | **Y2** |
| 3 | **+** | **-** |  | **+** |  | **-** | **Y3** |
| 4 | **+** | **+** | **+** | | **+** | | **Y4** |
| contraste | **h1** | **h2** |  | **h3** |  | **h4** |  |

Le contraste h2 se calcule par la méthode habituelle :

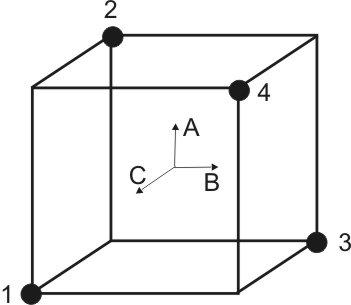
h2 = (1/4) . (-Y2 + Y3 - Y1 + Y4)

Puis on écrit la matrice d'expériences qui indique quels sont les niveaux à appliquer pour les facteurs A, B et C. Les colonnes **C** et **AB** doivent être identiques.

**34**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | | | | | | |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  | **Numéro** | **A** |  | **B** |  | **C** |  |
|  | **d'essai** |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
| 1 | **-** | **-** | | **+** | |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | **+** | **-** | | **-** | |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | **-** |  | **+** |  | **-** |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 | **+** | **+** | | **+** | |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |

La représentation graphique suivante montre pour notre exemple quels seront les essais à effectuer dans le domaine expérimental. Les plans complets utilisent comme points expérimentaux "tous les sommets du domaine". Le plan fractionnaire n'utilise ici que la moitié des points.



Il reste maintenant à donner les expressions des contrastes.

Pour cela on écrit la matrice des effets du plan factoriel complet 23 dont est issu le plan fractionnaire 23-1 précédent. On retrouve à l'intérieur la matrice d'expériences de ce plan complet avec en grisé la matrice d'expériences et les réponses du plan fractionnaire. Les 4 autres essais sont ceux du plan complémentaire.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **essai** | **I** | **A** | **B** | **C** | **AB** | **AC** | **BC** | **ABC** | **Y** |
| 1 | **+** | **-** | **-** | **-** | **+** | **+** | **+** | **-** | Y5 |
| 2 | **+** | **+** | **-** | **-** | **-** | **-** | **+** | **+** | **Y2** |
| 3 | **+** | **-** | **+** | **-** | **-** | **+** | **-** | **+** | **Y3** |
| 4 | **+** | **+** | **+** | **-** | **+** | **-** | **-** | **-** | Y6 |
| 5 | **+** | **-** | **-** | **+** | **+** | **-** | **-** | **+** | **Y1** |
| 6 | **+** | **+** | **-** | **+** | **-** | **+** | **-** | **-** | Y7 |
| 7 | **+** | **-** | **+** | **+** | **-** | **-** | **+** | **-** | Y8 |
| 8 | **+** | **+** | **+** | **+** | **+** | **+** | **+** | **+** | **Y4** |

**35**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

Si on cherche à calculer les effets du facteur B et de l'interaction AC, on obtient par la méthode habituelle de calcul des coefficients.

*B* = (1/8) . (-Y5- Y2+ Y3+ Y6- Y1- Y7+ Y8+ Y4)

*AC* = (1/8) . (+Y5- Y2+ Y3- Y6- Y1+ Y7- Y8+ Y4)

La somme de ces deux valeurs est égal à :

*B*+*AC* = (1/4).(-Y2+Y3-Y1+Y4)

On reconnaît bien l'expression du contraste h2 du plan fractionnaire.

En conclusion on en déduit la relation d'équivalence générale entre les colonnes et les contrastes, valable pour tous les facteurs et toutes les interactions.

B = AC ⇒ hcolonne B=AC = *B* + *AC*

**2/ Application à l'étude de l'allongement à la rupture d'un polymère**

*L'exemple est tiré de* : " Les plans d'expériences: De l'expérimentation à l'assurance qualité",G. SADO et M.C. SADO, AFNOR, 1991

***2-a/ Présentation de l'étude***

On étudie l'influence sur l'allongement à la rupture d'un polymère (en %) des facteurs suivants :

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| • | nature de l'élastomère | (A) |
| • | taux d'additif en % | (B) |
| • | système de vulcanisation | (C) |
| • taux de kaolin en % | | (D) |

Les facteurs A et C sont qualitatifs.

Le but est de rechercher les conditions permettant d'obtenir un allongement maximum à la rupture.

On a vu qu'un plan factoriel complet 24 nécessite 16 essais pour déterminer 16 coefficients (moyenne, 4 effets de facteurs, 6 interactions du second ordre, 4 interactions du troisième ordre et l'interaction du quatrième ordre). On souhaite diviser par 2 le nombre d'essais soit réaliser un plan fractionnaire 24-1 dont la matrice des effets est celle du plan complet 23.

***2-b/ Conception du plan fractionnaire***

On écrit la matrice des effets du plan 23. Cette matrice dispose de 8 lignes et 8 colonnes: on peut donc placer 8 termes du modèle au maximum.

**36**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | | | | | | | |  |  | |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  | **essai** | **I** | **A** | **B** | **C** | **AB** | **AC** | **BC** | **ABC** |
|  | 1 | **+** | **-** | **-** | **-** | **+** | **+** | **+** | **-** |  |
|  | 2 | **+** | **+** | **-** | **-** | **-** | **-** | **+** | **+** |  |
|  | 3 | **+** | **-** | **+** | **-** | **-** | **+** | **-** | **+** |  |
|  | 4 | **+** | **+** | **+** | **-** | **+** | **-** | **-** | **-** |  |
|  | 5 | **+** | **-** | **-** | **+** | **+** | **-** | **-** | **+** |  |
|  | 6 | **+** | **+** | **-** | **+** | **-** | **+** | **-** | **-** |  |
|  | 7 | **+** | **-** | **+** | **+** | **-** | **-** | **+** | **-** |  |
|  | 8 | **+** | **+** | **+** | **+** | **+** | **+** | **+** | **+** |  |

Il reste à placer 8 termes. On choisit comme aliase initiale : D = A.B.C

Ce choix s'impose : en effet les interactions d'ordre égal ou supérieur à 3 étant négligeables, il sera donc possible de déterminer l'effet des facteurs sans ambiguïté.

Le générateur d'aliases est donc : **I** = **ABCD**.

Les autres aliases sont obtenues en multipliant chaque colonne par le générateur d'aliases. On obtient alors :

**I**=**ABCD A**=**BCD** **B**=**ACD** **C**=**ABD**

**AB**=**CD** **AC**=**BD** **BC**=**AD** **ABC**=**D**

Par exemple : **AC** = **ACI** = **ACABCD** = **AACCBD** = **IIBD** = **BD**

La multiplication des colonnes avec le générateur d'aliases permet ainsi de "retrouver" tous les termes du modèle. Avec le choix de l'aliase originale (D = A.B.C) la matrice d'expériences s'écrit ci-dessous avec la même colonne pour D que ABC dans la matrice des effets :

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **numéro** | **A** | **B** | **C** | **D** | **Y** |
| **d'essai** |
|  |  |  |  |  |
| 1 | **-** | **-** | **-** | **-** | **Y1** |
| 2 | **+** | **-** | **-** | **+** | **Y2** |
| 3 | **-** | **+** | **-** | **+** | **Y3** |
| 4 | **+** | **+** | **-** | **-** | **Y4** |
| 5 | **-** | **-** | **+** | **+** | **Y5** |
| 6 | **+** | **-** | **+** | **-** | **Y6** |
| 7 | **-** | **+** | **+** | **-** | **Y7** |
| 8 | **+** | **+** | **+** | **+** | **Y8** |
| niveau - | **1** | **6 %** | **1** | **20 %** |  |
| niveau + | **2** | **10 %** | **2** | **40 %** |  |
| niveau 0 |  | **8%** |  | **30%** |  |

**37**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

La matrice des effets s'écrit comme ci-dessous avec la matrice d'expériences contenue :

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **numéro** | **I** | **A** |  | **B** |  | **C** | **AB** | **AC** | **BC** | **ABC** |  |
| **=** | **=** | **=** | | **=** | | **=** | **=** | **=** | **=** | **Y** |
| **d'essai** |
| **ABCD** | **BCD** |  | **ACD** |  | **ABD** | **CD** | **BD** | **AD** | **D** |  |
|  |  |  |  |
| 1 | **+** | **-** | **-** | | **-** | | **+** | **+** | **+** | **-** | **Y1** |
| 2 | **+** | **+** | **-** | | **-** | | **-** | **-** | **+** | **+** | **Y2** |
| 3 | **+** | **-** |  | **+** |  | **-** | **-** | **+** | **-** | **+** | **Y3** |
| 4 | **+** | **+** | **+** | | **-** | | **+** | **-** | **-** | **-** | **Y4** |
| 5 | **+** | **-** | **-** | | **+** | | **+** | **-** | **-** | **+** | **Y5** |
| 6 | **+** | **+** |  | **-** |  | **+** | **-** | **+** | **-** | **-** | **Y6** |
| 7 | **+** | **-** | **+** | | **+** | | **-** | **-** | **+** | **-** | **Y7** |
| 8 | **+** | **+** | **+** | | **+** | | **+** | **+** | **+** | **+** | **Y8** |
| contraste | **h1** | **h2** |  | **h3** |  | **h4** | **h5** | **h6** | **h7** | **h8** |  |

D'après la relation entre les contrastes et les colonnes, on peut écrire les relations suivantes :

h1 = moyenne + *ABCD* h2 = *A* + *BCD*

h3 = *B* + *ACD*

h4 = *C* + *ABD*

h5 = *AB* + *CD*

h6 = *AC* + *BD*

h7 = *BC* + *AD*

h8 = *D* + *ABC*

Le plan fractionnaire est un plan de résolution IV qui permettra de déterminer les effets des facteurs mais on devra probablement utiliser les hypothèses sur les contrastes pour calculer les interactions.

***2-c/ Détermination du modèle***

La phase de conception étant terminée, les essais sont alors réalisés ce qui permet de calculer les contrastes.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **numéro** | **I** | **A** |  | **B** |  | **C** | **AB** | **AC** | **BC** | **ABC** |  |
| **=** | **=** | **=** | | **=** | | **=** | **=** | **=** | **=** | **Y** |
| **d'essai** |
| **ABCD** | **BCD** |  | **ACD** |  | **ABD** | **CD** | **BD** | **AD** | **D** |  |
|  |  |  |  |
| 1 | **+** | **-** | **-** | | **-** | | **+** | **+** | **+** | **-** | **275** |
| 2 | **+** | **+** | **-** | | **-** | | **-** | **-** | **+** | **+** | **325** |
| 3 | **+** | **-** |  | **+** |  | **-** | **-** | **+** | **-** | **+** | **210** |
| 4 | **+** | **+** | **+** | | **-** | | **+** | **-** | **-** | **-** | **220** |
| 5 | **+** | **-** | **-** | | **+** | | **+** | **-** | **-** | **+** | **290** |
| 6 | **+** | **+** |  | **-** |  | **+** | **-** | **+** | **-** | **-** | **370** |
| 7 | **+** | **-** | **+** | | **+** | | **-** | **-** | **+** | **-** | **260** |
| 8 | **+** | **+** | **+** | | **+** | | **+** | **+** | **+** | **+** | **270** |
| contraste | **277,5** | **18,75** | **- 37,5** | | **20** | | **-13,75** | **3,75** | **5** | **- 3,75** |  |

**38**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

La signification statistique des contrastes est à envisager comme celle des coefficients. Une valeur de contraste peut être élevée sans être pour autant significative et inversement. Dans le cas étudié, les ingénieurs avec leur expérience du sujet ont décidé de considérer comme significatif tous les contrastes supérieurs à 8.

On peut alors commencer à déterminer les facteurs et interactions avec les hypothèses. D'après ce qui a été dit auparavant, parmi les interactions seul le calcul de celles d'ordre 2 présentent un intérêt.

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| moyenne + *ABCD* = 277,5 | |  | *AB* + *CD* = -13,75 |  |
| *A*+*BCD* | = 18,75 |  | *AC*+*BD* =3,75≈0 |  |
| *B*+*ACD* | = - 37,5 |  | *BC*+*AD* =5≈0 |  |
| *C*+*ABD* | = 20 |  | *D*+*ABC*=-3,75≈0 |  |
| **Hypothèse 1 :** | | *A* = 18,75 | *B*=-37,5 *C*=20 | *D* = 0 |
|  |  | moyenne = 277,5 | |  |
| **Hypothèse 2 :** | | *BC*= 0 | *AD*=0 |  |
|  |  | *AC*= 0 | *BD*=0 |  |
| Il reste donc à connaître les interactions *AB* et *CD*. D'après l'**hypothèse 4**, on | | | | |
| en déduit : | *AB* = -13,75 |  | *CD*=0 |  |

***2-d/ Récapitulatif de l'étude du plan fractionnaire***

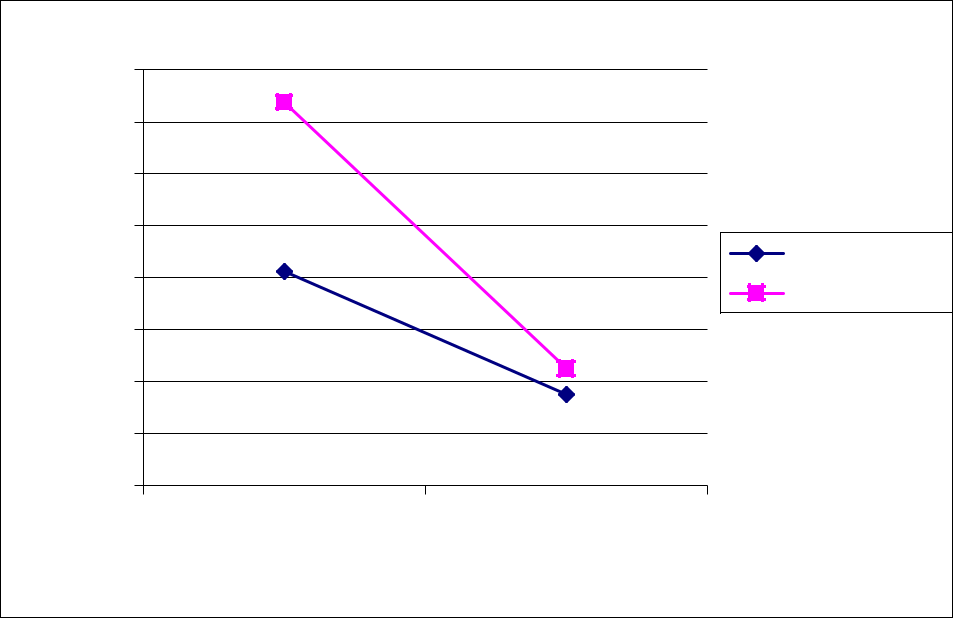
Le modèle en variables codées s'écrit sous la forme :

Y = 277,5 + 18,75.A – 37,5.B + 20.C -13,75.A.B

Pour s'aider à la détermination des conditions qui maximisent l'allongement à la rupture, on trace le graphique des interactions A.B. Dans notre cas un point du graphique correspond à la moyenne de deux essais.

**39**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |



|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | 360 |  |
|  | 340 |  |
| **(%)** | 320 |  |
|  |  |
| **allongement** | 300 | élastomère 1 |
| 280 |
| élastomère 2 |
|  |
| 260 |  |
| 240 |  |
|  |  |
|  | 220 |  |
|  | 200 |  |
|  | 6% | 10% |
|  |  | **taux d'additif (%)** |

En conclusion, les conditions recherchées pour maximiser l'allongement à la rupture sont :

* choix de l'élastomère 2 (A = +1)
* taux d'additif à 6 % (B = -1)
* choix du système de vulcanisation 2 (C = +1)
* taux de kaolin (D) sans importance entre 20 et 40 % donc par mesure d'économie on devrait prendre 20 %.

**3/ Application au réglage de la couleur d'un produit**

*L'exemple est adapté de : " La méthode des plans d'expérience", J. GOUPY, DUNOD, 1996*

***3-a/ Présentation de l'étude***

Un produit synthétisé dans une usine est trop coloré pour être commercialisable. L'indice mesuré de la couleur doit être inférieur à 20 : cet indice constitue la réponse. Le responsable de fabrication note les facteurs qui pourraient être à l'origine de cette coloration. Il pense aux 5 facteurs suivants :

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| • | température de réaction | (A) |
| • origine des matières premières | | (B) |
| • | vitesse d'agitation | (C) |
| • | durée du stockage | (D) |
| • | nature de l'additif | (E) |

Les facteurs B et E sont purement qualitatifs. Pour des raisons de confidentialité, les niveaux bas et haut des autres facteurs (quantitatifs en fait) seront indiqués seulement avec des dénominations qualitatives.

**40**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

Le but est de rechercher les facteurs influents sur la couleur. Ce plan doit être abordé comme un plan de criblage (screening) : l'information recherchée porte d'abord sur les facteurs influents plutôt que sur la modélisation de la réponse.

Le modèle d'un plan complet à 5 facteurs comprend 32 coefficients (moyenne, 5 effets de facteurs, 10 interactions du second ordre, 10 interactions du troisième ordre, 5 interactions du quatrième ordre et l'interaction du cinquième ordre) donc 32 essais sont nécessaires.

Le choix se porte donc sur un plan fractionnaire 25-2 qui correspond à ¼ du plan complet donc à 8 essais au lieu de 32. D'après le paragraphe 1-e/ ce plan est de résolution III. Il ne sera donc a priori pas possible de déterminer facilement les facteurs influents. Le pari mérite d'être tenté car il sera toujours possible d'effectuer un plan complémentaire si besoin.

***3-b/ Conception du plan fractionnaire***

On écrit la matrice des effets du plan 23 pour réaliser le plan fractionnaire 25-2. Comme il y a 4 colonnes d'interactions, on peut étudier 7 facteurs au maximum (3 + 4).

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | **essai** | **I** | **A** | **B** | **C** |  | **AB** | **AC** | **BC** | **ABC** |  |
|  | 1 | **+** | **-** | **-** | **-** |  | **+** | **+** | **+** | **-** |  |
|  | 2 | **+** | **+** | **-** | **-** |  | **-** | **-** | **+** | **+** |  |
|  | 3 | **+** | **-** | **+** | **-** |  | **-** | **+** | **-** | **+** |  |
|  | 4 | **+** | **+** | **+** | **-** |  | **+** | **-** | **-** | **-** |  |
|  | 5 | **+** | **-** | **-** | **+** |  | **+** | **-** | **-** | **+** |  |
|  | 6 | **+** | **+** | **-** | **+** |  | **-** | **+** | **-** | **-** |  |
|  | 7 | **+** | **-** | **+** | **+** |  | **-** | **-** | **+** | **-** |  |
|  | 8 | **+** | **+** | **+** | **+** |  | **+** | **+** | **+** | **+** |  |
|  | Il faut placer les 2 facteurs D et E manquants dans cette matrice : on choisit | | | | | | | | | | |
| donc deux aliases initiales : | | | | D = A.B.C et | | | E=A.C | |  |  |  |

Ces deux aliases initiales permettent de définir deux **générateurs d'aliases** **indépendants** car ils sont définis directement à partir des aliases.

Les générateurs d'aliases sont donc : **I** = **ABCD** et **I** = **ACE**

La théorie des aliases montre que pour retrouver ensuite les 32 termes du modèle il faut utiliser des générateurs dépendants qui sont les produits des générateurs indépendants 2 à 2, 3 à 3 … Dans notre cas, il n'existe qu'un seul générateur dépendant qui se calcule ainsi :

**I I**= **ABCDACE** = **BDE**

Les autres aliases sont obtenues en multipliant chaque colonne par chacun des 3 générateurs (les deux indépendants et le dépendant). On obtient alors :

**41**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | | | | | | |  |
| **I** | = | **ABCD** | = | **ACE** | = | **BDE** |  |
| **A** | = | **BCD** | = | **CE** | = | **ABDE** |  |
| **B** | = | **ACD** | = | **ABCE** | = | **DE** |  |
| **C** | = | **ABD** | = | **AE** | = | **BCDE** |  |
| **AB** | = | **CD** | = | **BCE** | = | **ADE** |  |
| **AC** | = | **BD** | = | **E** | = | **ABCDE** |  |
| **BC** | = | **AD** | = | **ABE** | = | **CDE** |  |
| **ABC** | = | **D** | = | **BE** | = | **ACDE** |  |

On construit alors la matrice d'expériences.

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **numéro** | **A** | **B** | **C** | **D** | **E** | **Y** |
| **d'essai** |
|  |  |  |  |  |  |
| 1 | **-** | **-** | **-** | **-** | **+** | **Y1** |
| 2 | **+** | **-** | **-** | **+** | **-** | **Y2** |
| 3 | **-** | **+** | **-** | **+** | **+** | **Y3** |
| 4 | **+** | **+** | **-** | **-** | **-** | **Y4** |
| 5 | **-** | **-** | **+** | **+** | **-** | **Y5** |
| 6 | **+** | **-** | **+** | **-** | **+** | **Y6** |
| 7 | **-** | **+** | **+** | **-** | **-** | **Y7** |
| 8 | **+** | **+** | **+** | **+** | **+** | **Y8** |
| niveau - | **basse** | **usine 1** | **lente** | **courte** | **M1** |  |
| niveau + | **élevée** | **usine 2** | **rapide** | **longue** | **M2** |  |

La matrice des effets s'écrit comme ci-dessous avec la matrice d'expériences contenue. Néanmoins pour alléger les notations et comme toutes les interactions d'ordre supérieur ou égal à 3 seront finalement négligées, on ne présente que les aliases de facteurs et interactions d'ordre 2.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |  |  |  | **AC** |  |  |  |
| **numéro** | **I** | **A** |  | **B** |  | **C** | **AB** | **=** | **BC** | **D** |  |
| **=** | **=** | | **=** | | **=** | **BD** | **=** | **=** | **Y** |
| **d'essai** |  |
|  | **CE** |  | **DE** |  | **AE** | **CD** | **=** | **AD** | **BE** |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  | **E** |  |  |  |
| 1 | **+** | **-** | **-** | | **-** | | **+** | **+** | **+** | **-** | **Y1** |
| 2 | **+** | **+** |  | **-** |  | **-** | **-** | **-** | **+** | **+** | **Y2** |
| 3 | **+** | **-** | **+** | | **-** | | **-** | **+** | **-** | **+** | **Y3** |
| 4 | **+** | **+** | **+** | | **-** | | **+** | **-** | **-** | **-** | **Y4** |
| 5 | **+** | **-** |  | **-** |  | **+** | **+** | **-** | **-** | **+** | **Y5** |
| 6 | **+** | **+** | **-** | | **+** | | **-** | **+** | **-** | **-** | **Y6** |
| 7 | **+** | **-** | **+** | | **+** | | **-** | **-** | **+** | **-** | **Y7** |
| 8 | **+** | **+** |  | **+** |  | **+** | **+** | **+** | **+** | **+** | **Y8** |
| contraste | **h1** | **h2** |  | **h3** |  | **h4** | **h5** | **h6** | **h7** | **h8** |  |

D'après la relation entre les contrastes et les colonnes, on peut écrire les relations suivantes :

**42**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  | | | |  |
| h1 | = moyenne | h5 | =*AB*+*CD* |  |
| h2 = *A* + *CE* | | h6 = *AC* + *BD* + *E* | |  |
| h3 = *B* + *DE* | | h7 = *BC* + *AD* | |  |
| h4 = *C* + *AE* | | h8 = *D* + *BE* | |  |

Le plan fractionnaire est bien un plan de résolution III.

***3-c/ Interprétation du plan fractionnaire***

La phase de conception étant terminée, les essais sont alors réalisés ce qui permet de calculer les contrastes.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  | **AC** |  |  |  |
| **numéro** | **I** | **A** |  | **B** |  | **C** |  | **AB** | **=** | **BC** | **D** |  |
| **=** | **=** | | **=** | | **=** | | **BD** | **=** | **=** | **Y** |
| **d'essai** |  |
|  | **CE** |  | **DE** |  | **AE** |  | **CD** | **=** | **AD** | **BE** |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  | **E** |  |  |  |
| 1 | **+** | **-** | **-** | | **-** | | **+** | | **+** | **+** | **-** | **26,1** |
| 2 | **+** | **+** | **-** | | **-** | | **-** | | **-** | **+** | **+** | **33,3** |
| 3 | **+** | **-** |  | **+** |  | **-** |  | **-** | **+** | **-** | **+** | **27,9** |
| 4 | **+** | **+** | **+** | | **-** | | **+** | | **-** | **-** | **-** | **30,2** |
| 5 | **+** | **-** | **-** | | **+** | | **+** | | **-** | **-** | **+** | **31,4** |
| 6 | **+** | **+** |  | **-** |  | **+** |  | **-** | **+** | **-** | **-** | **16,5** |
| 7 | **+** | **-** | **+** | | **+** | | **-** | | **-** | **+** | **-** | **27,5** |
| 8 | **+** | **+** | **+** | | **+** | | **+** | | **+** | **+** | **+** | **15,5** |
| contraste | **26,050** | **- 2,175** | **- 0,775** | | **- 3,325** | | **- 0,25** | | **- 4,55** | **- 0,45** | **0,975** |  |

La signification statistique des contrastes est maintenant à envisager ; comme souvent quand il s'agit d'un plan fractionnaire, constitué justement pour diminuer le nombre d'essais, on ne dispose ni de réplication de plans, ni de points au centre.

**43**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

On peut décider de retenir les contrastes h6, h4 et h2 pour déterminer les facteurs et les interactions avec les hypothèses.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| moyenne | = | 26,050 | *AB*+*CD* |
| *A*+*CE* | = | -2,175 | *AC*+*BD* +*E* |
| *B*+*DE* | = | -0,775 | *BC*+*AD* |
| *C*+*AE* | = | -3,325 | *D*+*BE* |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| D'après l'**hypothèse 2** : | *B* = 0 | *DE*=0 |
|  | *AB*=0 | *CD*=0 |
|  | *BC*=0 | *AD*=0 |
|  | *D* = 0 | *BE*=0 |
| D'après l'**hypothèse 3** : | *BD*=0 |  |

* -0,25
* -4,55
* -0,45
* 0,975

Par contre on ne dispose d'aucune information pour déterminer les effets des facteurs *A*, *C* et *E* ainsi que des interactions *CE*, *AE* et *AC*.

Un plan complémentaire est alors nécessaire et on regroupera l'ensemble des contrastes pour l'exploitation.

***3-d/ Conception d'un plan fractionnaire complémentaire***

Le plan complémentaire doit nous permettre à partir de nouvelles relations sur les contrastes de calculer les effets des facteurs et les interactions encore inconnues.

Il reste à déterminer quel est le plan complémentaire fractionnaire qui convient. La méthode consiste à déjà représenter par un tableau les aliases originales possibles.

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| D = A.B.C | et | E=A.C | D = - A.B.C | et | E=A.C |
| D = A.B.C | et | E=-A.C | D = - A.B.C | et | E=-A.C |

Par permutation avec le signe "moins" sur les aliases, on en déduit les 4 plans fractionnaires 25-2 du plan complet 25 à 5 facteurs. En grisé apparaît le plan fractionnaire réalisé.

Les relations sur les contrastes du plan fractionnaire précédent sont :

*A* + *CE* = -2,175 *AC* + *E* = -4,55 *C* + *AE* = -3,325

A partir de ce moment l'expérience du concepteur intervient : il faut pouvoir calculer *A* donc par exemple disposer d'une relation *A* – *CE* = h2'. Dans ce cas on dispose de deux relations à 2 inconnues *A* et *CE*. Le même raisonnement peut s'utiliser pour *E* et *AC*, *C* et *AE*.

On peut réaliser ceci par le choix du plan complémentaire d'aliases originales :

D = - A.B.C et E = - A.C d'où les générateurs indépendants :

**44**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

**I** = - **ABCD** et **I** = - **ACE**

et le générateur dépendant **I** = **BDE**

On reprend alors le même raisonnement que précédemment en écrivant successivement les nouvelles matrice d'expériences et matrice des effets avec les réponses des nouveaux essais et les termes aliasés suivants :

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **I** | | = |  | **- ABCD** | |  |  | = | |  | **- ACE** | | | | = | |  | **- BDE** | |  |  |  |  |  |
| **A** | | = |  | - **BCD** | |  |  | = | |  | **- CE** | | | | = | |  | **- ABDE** | | |  |  |  |  |
| **B** | | = |  | **- ACD** | |  |  | = | |  | **- ABCE** | | | | = | |  | **- DE** | |  |  |  |  |  |
| **C** | | = |  | **- ABD** | |  |  | = | |  | **- AE** | | | | = | |  | **- BCDE** | | |  |  |  |  |
| **AB** | | = |  | **- CD** | |  |  | = | |  | **- BCE** | | | | = | |  | **- ADE** | |  |  |  |  |  |
| **AC** | | = |  | **- BD** | |  |  | = | |  | **- E** | | |  | = | |  | **- ABCDE** | | |  |  |  |  |
| **BC** | | = |  | **- AD** | |  |  | = | |  | **- ABE** | | | | = | |  | **- CDE** | |  |  |  |  |  |
| **ABC** | | = |  | **- D** | |  |  | = | |  | **- BE** | | | | = | |  | **- ACDE** | | |  |  |  |  |
|  |  | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  | **numéro** | |  | **A** | |  |  |  | **B** | |  |  |  | **C** |  | **D** | |  |  | **E** |  |  | **Y** | |
|  | **d'essai** | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 1 | |  | **-** | |  |  |  | **-** | | |  |  |  | **-** |  | **+** | |  |  | **-** |  | **Y1'** | | |
| 2 | |  | **+** | |  |  |  | **-** | | |  |  |  | **-** |  | **-** |  |  |  | **+** |  | **Y2'** | | |
| 3 | |  | **-** | |  |  |  | **+** | | |  |  |  | **-** |  | **-** |  |  |  | **-** |  | **Y3'** | | |
| 4 | |  | **+** | |  |  |  | **+** | | |  |  |  | **-** |  | **+** | |  |  | **+** |  | **Y4'** | | |
| 5 | |  | **-** | |  |  |  | **-** | | |  |  |  | **+** |  | **-** |  |  |  | **+** |  | **Y5'** | | |
| 6 | |  | **+** | |  |  |  | **-** | | |  |  |  | **+** |  | **+** | |  |  | **-** |  | **Y6'** | | |
| 7 | |  | **-** | |  |  |  | **+** | | |  |  |  | **+** |  | **+** | |  |  | **+** |  | **Y7'** | | |
| 8 | |  | **+** | |  |  |  | **+** | | |  |  |  | **+** |  | **-** |  |  |  | **-** |  | **Y8'** | | |
|  | niveau - | |  | **basse** | |  | **usine 1** | | | |  |  |  | **lente** |  | **courte** | | |  | **M1** |  |  |  |  |
|  | niveau + | |  | **élevée** | |  | **usine 2** | | | |  |  |  | **rapide** |  | **longue** | | |  | **M2** |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  | |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  | **AC** | |  |  |  |  |  |
|  | **numéro** | |  | **I** |  |  | **A** |  |  | **B** |  |  |  | **C** |  | **AB** |  | **=** |  | **BC** | **- D** |  |  |  |
|  |  |  | **=** | |  | **=** | |  |  |  | **=** | **=** | |  | **- BD** | | **=** | **=** |  | **Y** |  |
|  | **d'essai** | |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  | **- CE** | |  |  | **- DE** | | |  | **- AE** |  | **- CD** |  | **=** |  | **- AD** | **- BE** |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  | **- E** | |  |  |  |  |  |
|  | 1 |  |  | **+** |  | **-** | |  | **-** | |  |  |  | **-** | **+** | |  | **-** |  | **+** | **-** |  | **24,8** |  |
|  | 2 |  |  | **+** |  | **+** | |  |  | **-** |  |  |  | **-** | **-** | |  | **+** |  | **+** | **+** |  | **18,3** |  |
|  | 3 |  |  | **+** |  | **-** | |  | **+** | |  |  |  | **-** | **-** | |  | **-** |  | **-** | **+** |  | **25,8** |  |
|  | 4 |  |  | **+** |  | **+** | |  | **+** | |  |  |  | **-** | **+** | |  | **+** |  | **-** | **-** |  | **17,8** |  |
|  | 5 |  |  | **+** |  | **-** | |  |  | **-** |  |  |  | **+** | **+** | |  | **+** |  | **-** | **+** |  | **24,8** |  |
|  | 6 |  |  | **+** |  | **+** | |  | **-** | |  |  |  | **+** | **-** | |  | **-** |  | **-** | **-** |  | **34,6** |  |
|  | 7 |  |  | **+** |  | **-** | |  | **+** | |  |  |  | **+** | **-** | |  | **+** |  | **+** | **-** |  | **26** |  |
|  | 8 |  |  | **+** |  | **+** | |  |  | **+** |  |  |  | **+** | **+** | |  | **-** |  | **+** | **+** |  | **26,7** |  |
|  | contraste | |  | **h1'** |  |  | **h2'** |  |  | **h3'** |  |  |  | **h4'** |  | **h5'** |  | **h6'** | | **h7'** | **h8'** |  |  |  |
|  |  | **=** |  | **=** | |  | **=** | |  |  |  | **=** | **=** | |  | **=** |  | **=** | **=** |  |  |  |
|  |  |  |  | **24,85** |  | **- 0,5** | |  | **- 0,775** | | | |  | **3,175** | **- 1,325** | |  | **3,125** | | **- 0,9** | **- 0,95** |  |  |  |

**45**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

***3-e/ Interprétation de l'ensemble des deux plans***

On rassemble l'ensemble des relations de contrastes tirées des deux plans.

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| moyenne | = | 26,050 | moyenne | = | 24,85 |
| *A*+*CE* | = | -2,175 | *A*-*CE* | = | -0,5 |
| *B*+*DE* | = | -0,775 | *B*-*DE* | = | -0,775 |
| *C*+*AE* | = | -3,325 | *C*-*AE* | = | 3,175 |
| *AB*+*CD* | = | -0,25 | *AB*-*CD* | = | -1,325 |
| *AC*+*BD* +*E* | = | -4,55 | *AC*-*BD* -*E* | = | 3,125 |
| *BC*+*AD* | = | -0,45 | *BC*-*AD* | = | -0,9 |
| *D*+*BE* | = | 0,975 | -*D*-*BE* | = | - 0,95 |

Par calcul on en déduit facilement :

1. = -1,34 *C* = -0,08 *BC* = -0,68

De plus *D* + *BE*

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *CE* | = -0,84 | *B* = -0,78 | *DE* = | 0 |
| *AE* = -3,25 | | *AB* = -0,79 | *CD* = | 0,54 |
| *AD* = 0,23 | | *AC* = -0,71 |  |  |
| = 0,96 | et *BD* + *E* = -3,84 | |  |  |

L'interprétation est complexe ; néanmoins on peut faire les hypothèses suivantes :

Le contraste *D* + *BE* a une valeur pas très élevée ; on peut penser que *D* et

*BE* sont faibles. Ensuite comme *B* a une valeur faible, il est raisonnable de croire que

*BD* est négligeable devant *E*.

On en déduit donc qu'il y a deux effets (*A* et *E*) et une interaction (*AE*) qui interviennent fortement dans la couleur du produit. Le plan complémentaire a donc permis de lever les interrogations du plan fractionnaire initial où le doute existait sur les facteurs A, C et E.

Le conseil donné sera de prêter une grande attention à la nature de l'additif et à la température de la réaction.

Bien évidemment ce plan ne peut servir à modéliser la valeur de l'indice de couleur en fonction des facteurs étudiés : ce n'était pas le but ici. L'important était de trouver les facteurs responsables d'un défaut en fabrication.

**4/ Conseils généraux sur les plans fractionnaires**

**4-*a/ Stratégie à utiliser***

Dans un plan fractionnaire 2k-p le nombre maximal de facteurs étudiés correspond au cas où on a le maximum possible de facteurs aliasés avec les interactions.

**46**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

On entend par facteurs aliasés ceux qui sont placés dans des colonnes correspondant aux interactions du plan factoriel complet 2k.

Il va de soi que plus le nombre de facteurs aliasés augmente, plus les difficultés d'interprétation seront grandes à cause des aliases. Comme on a vu dans les applications les plans de résolution III restent difficiles à interpréter et conduisent fréquemment à devoir réaliser des plans complémentaires.

Néanmoins comme un plan trop fractionnaire n'est jamais "inutile" puisque les résultats sont utilisés ensuite avec les plans complémentaires, il est parfois bien plus judicieux en termes de coût d'essayer de résoudre un problème avec un plan fractionnaire de résolution III.

Le nombre de plans complémentaires possibles dépend du nombre d'aliases initial. Le nombre p définit la fraction du plan complet qui a été réalisée :

* p = 1demi-plan complet (1 plan complémentaire possible)
* p = 2quart de plan complet (3 plans complémentaires possibles)
* p = 3huitième de plan complet (7 plans complémentaires possibles)

**4-*b/ Générateurs d'aliases***

Dans un plan 2k-p on compte p générateurs d'aliases indépendants ainsi que les générateurs d'aliases dépendants obtenus par la multiplication 2 à 2, 3 à 3 ,… des générateurs indépendants entre eux. Au total on obtient 2p-1 générateurs d'aliases.

Par exemple, on obtient :

Plan 24-1 : 1 générateur indépendant unique

Plan 25-2 : 2 générateur indépendants, 3 au total donc 1 générateur dépendant

Plan 27-4 : 4 générateur indépendants, 15 au total donc 11 générateurs dépendants

**47**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

**4-*c/ Effet de blocs et aléarisation***

On parle d'**effet de blocs** quand les essais sont divisés en deux parties ; cela peut intervenir notamment dans le cas d'un plan complémentaire. Pour une interprétation correcte des résultats obtenus en rassemblant l'ensemble des essais, il faut s'assurer dans ce cas qu'un facteur supplémentaire ne soit pas intervenu à cause de la réalisation éloignée dans le temps des deux séries d'essais.

Ce facteur peut ne pas être contrôlé comme la variation de l'hygrométrie de l'air ou le changement de lot de réactif (à ce sujet il faut prévoir un approvisionnement suffisant en un composé chimique même si celui-ci ne fait pas partie des facteurs étudiés).

Une méthode rapide pour tester si un effet de bloc est présent consiste à calculer l'expression suivante :

Moyenneplan1 − Moyenneplan2

2

Si cette valeur n'est pas significative par rapport aux contrastes, on en déduit qu'il n' y a pas d'effet de blocs et que l'analyse des résultats n'a pas à être modifiée.

Dans l'application du 3/, les deux moyennes étant égales à 26,05 et 24,85, le calcul de l'expression ci-dessus montre clairement qu'il n'y a pas d'effet de bloc car la valeur de 0,6 ne peut être considérée comme significative par rapport aux autres contrastes.

L'exploitation des plans factoriels avec la technique du **blocking** permet de contourner la difficulté si besoin est.

Les résultats d'un plan peuvent aussi être influencés par la présence d'un facteur non contrôlé évoluant dans le temps comme l'usure d'une machine. Dans ce cas on utilise des plans factoriels **anti-dérive** pour corriger l'effet de la dérive.

Les logiciels de plans d'expérience proposent l'option d' **aléarisation** (randomisation) des essais. Elle consiste à effectuer les essais dans un ordre aléatoire et non dans celui donné par la matrice d'expériences.

L'intérêt de la technique est de transformer les petites erreurs systématiques dues aux variations de facteurs incontrôlés en une erreur aléatoire.

On conseille néanmoins d'utiliser d'abord les techniques de blocking et d'anti-dérive avant d'aléariser les essais.

**48**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

**49**