

République Algérienne Démocratique et populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université A. MIRA - Bejaia
Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés

Les plans d'expériences
***Initiation à la construction et l'analyse des
plans factoriels complets à deux niveaux
et du plan composite centré***

Préparé par :
Dr. YAHIAOUI Idris

Les plans d'expériences, un outil indispensable à l'expérimentateur

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles. Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries à partir du moment où l'on cherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt « y » et des variables « x_i ». L'utilisation des plans d'expériences permet d'obtenir un maximum de renseignements avec un minimum d'expériences. Pour cela, il faut suivre des règles mathématiques et adopter une démarche rigoureuse.

Il existe de nombreux plans d'expériences adaptés à tous les cas rencontrés par un expérimentateur. Nous aborderons dans ce cours, la modélisation d'une réponse par la méthode de planification des expériences dans le cas des plans factoriels complets à deux niveaux et le plan composite centré.

Contenu de la Matière

Notions de calcul matriciel et Notions de statistique appliquées aux plans d'expériences

1. Introduction	01
2. Notions de calcul matriciel	02
3. Notions de statistique appliquées au plans d'expériences	07

Principe de la Méthodologie des plans d'expérience et Terminologie

4.1. Aperçu historique	22
4.2. Présentation des plans d'expériences	23
4.3. Contexte et objectifs des plans d'expériences	24
4.4. Principe	26
5. Terminologie	26
5.1. Variables réelles (naturelles)	26
5.2. Variables codées	26
5.3. Domaine d'étude	26
5.4. Plan d'expérimentation	26
5.5. Matrice d'expériences	26
5.6. Formules de codage	26
5.7. Effet d'un facteur	28
5.8. Notion d'interaction	28
6. Modélisation par les plans d'expériences	30
6.1. Matrice d'expériences	31
6.2. Matrice des effets	32
6.3. Calcul des coefficients du modèle	32
6.3.1 Analyse de régression sous forme matricielle	32
7. Analyse statistique	35
7.1. Vérification de la signification des coefficients	35
7.2. Validation du modèle	36

Plans factoriels complets à deux niveaux (2^k) et Plan Composite Centré

8. Plans factoriels complets à deux niveaux (2^k)	39
8.1 Avantages des plans factoriels complet	39
9. Plans composites centrés	41
9.1 Propriétés des plans composites	41
9.1.1 Modèle mathématique postulé	41
9.1.2 La matrice de calcul	42
9.2. Critères d'optimalité	43
9.2.1. Critère d'isovariance par rotation	43
9.2.2. Critère de presque orthogonalité	43
9.2.3. Critère de précision uniforme	43

Optimisation par les plans d'expériences

10. Optimisation	45
10.1 Notion de surface de réponse	45
10.2. Tracé des isoréponses ou surfaces de réponses	46
Annexe	
Références Bibliographiques	

1. Introduction

La plupart des ingénieurs et techniciens améliorent leurs produits ou leurs processus de production à partir des expériences. Malheureusement, les stratégies couramment utilisées pour mener ces expériences sont souvent coûteuses et peu performantes et elles conduisent à de nombreuses expériences difficiles exploitable. Pour toutes ces raisons, de nombreux ingénieurs et techniciens font appel à la planification des expériences.

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles. Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries à partir du moment où l'on recherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt (y) et des variables (x_i). Elle a donc pour but de déterminer des modèles mathématiques reliant les grandeurs d'intérêt aux variables contrôlables. Les plans d'expériences apportent une aide notable aux expérimentateurs et constituent un outil indispensable à toute élaboration de stratégies expérimentales sans restriction disciplinaire.

Parmi les industries pouvant utiliser cette méthodologie, on peut notamment citer :

- Industries chimique, pétrochimique et pharmaceutique;
- Industries mécanique et automobile;
- Industrie métallurgique.

. Il existe de nombreux plans d'expériences pouvant être adaptés à tous les cas rencontrés par un expérimentateur. Leur utilisation vise les objectifs suivants :

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

Les plans d'expériences s'inscrivent dans une démarche générale d'amélioration de la qualité.

Le succès de la démarche originale des plans d'expériences réside dans la possibilité d'aboutir aux résultats escomptés et d'interpréter ces résultats avec un effort minimal sur le plan expérimental. La minimisation du nombre d'expériences à effectuer pour une étude donnée 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.

2. Notions de calcul matriciel

2.1. Définition d'une matrice :

Une matrice $m \times n$ est un tableau de nombres à m lignes et n colonnes. Les nombres qui composent la matrice sont appelés les éléments de la matrice (ou aussi les coefficients). Une matrice à m lignes et n colonnes est dite matrice d'ordre (m, n) ou de dimension $m \times n$. L'ensemble des matrices à m lignes et n colonnes à coefficients réels se note $M_{m,n}(\mathbb{R})$.

$$A = \begin{pmatrix} 3 & 2 & 6 & 2 \\ 7 & 8 & 9 & 1 \\ 3 & 2 & 6 & 0 \end{pmatrix}$$

A est une matrice de 3 lignes et 4 colonnes.

$A \in M_{3,4}(\mathbb{R})$, et on a : $a_{13} = 6$ et $a_{31} = 3$

Cas particuliers :

Une matrice A dont tous les éléments sont nuls est appelée matrice nulle :

$$A = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

- Une matrice ne contenant qu'une ligne (matrice $1 \times n$) est appelée matrice-ligne, ou encore vecteur ligne.
- Une matrice ne contenant qu'une colonne (matrice $m \times 1$) est appelée matrice-colonne, ou encore vecteur-colonne.

2.2. Matrice carrée

Une matrice ayant le même nombre de lignes et de colonnes (matrice $m \times m$) est appelée matrice carrée. L'ensemble des matrices carrées d'ordre m à coefficients réels se note $M_{m,m}(\mathbb{R})$ ou plus simplement $M_m(\mathbb{R})$. Dans une matrice carrée, la diagonale est constituée des éléments situés sur la diagonale de la matrice.

La diagonale d'une matrice

$$A = \begin{pmatrix} 3 & 2 & 6 \\ 7 & 8 & 9 \\ 3 & 2 & 6 \end{pmatrix},$$

La diagonale de A est la suite des éléments dans la direction des flèches (3, 8, 6)

1.3. Matrice diagonale

Une matrice carrée dont tous les éléments en dehors de la diagonale sont nuls (certains éléments de la diagonale peuvent aussi être nuls) est appelée **matrice diagonale**

$$A = \begin{pmatrix} 3 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 6 \end{pmatrix}$$

A est une matrice diagonale

1.4. Matrice identité

On appelle matrice identité d'ordre n , la matrice carrée dont les éléments de la diagonale sont égaux à 1 et tous les autres sont égaux à 0. on la note I_n .

$$I_3 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

I_3 est une matrice identité d'ordre 3

1.5. Transposée d'une matrice

Soit M une matrice $m \times n$. La transposée de la matrice M est la matrice $n \times m$ notée M^T dont les lignes sont les colonnes de M et les colonnes sont les lignes de M .

$$A = \begin{pmatrix} 3 & 2 & 6 \\ 7 & 8 & 9 \\ 3 & 2 & 6 \end{pmatrix}$$

et

$$A^T = \begin{pmatrix} 3 & 7 & 3 \\ 2 & 8 & 2 \\ 6 & 9 & 6 \end{pmatrix}$$

A^T est la transposée de la matrice A

2.6. Matrices inverses

Soit A une matrice carrée d'ordre n. On dit que la matrice A est inversible s'il existe une matrice carrée B d'ordre n telle que : $A \times B = I_n$

Remarque: Si on admet sous les hypothèses précédentes que $A \times B = B \times A = I_n$.

Propriété: Soit A une matrice carrée d'ordre n. S'il existe une matrice carrée B d'ordre n telle que $A \times B = I_n$, alors B est unique. B est appelée **l'inverse de la matrice A** et se note A^{-1} .

Soit les matrices 2×2 E et F:

$$E = \begin{pmatrix} 1 & 3 \\ 1 & 4 \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad F = \begin{pmatrix} 4 & -3 \\ -1 & 1 \end{pmatrix}$$

Le calcul du produit matriciel $E \times F$ qui est une matrice de dimension 2×2 conduit à :

$$E \times F = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix} = I_2$$

Alors F l'inverse de la matrice E. On peut donc écrire :

$$E^{-1} = F = \begin{pmatrix} 4 & -3 \\ -1 & 1 \end{pmatrix}$$

2.7. Produit de matrices

Le système d'équations suivant peut être réécrit sous la forme matricielle: $\mathbf{X} \cdot \mathbf{B} = \mathbf{Y}$

$$3b_1 + 2b_2 - 6b_3 = 15$$

$$7b_1 + 8b_2 - 9b_3 = 5$$

$$3b_1 + 2b_2 - 6b_3 = 22$$

$$\left| \begin{array}{ccc} 3 & 2 & -6 \\ 7 & 8 & -9 \\ 3 & 2 & -6 \end{array} \right| \left| \begin{array}{c} b_1 \\ b_2 \\ b_3 \end{array} \right\rangle = \left[\begin{array}{c} 15 \\ 5 \\ 22 \end{array} \right]$$

Matrice X

Vecteur B

Vecteur Y

Avec :

Vecteur Y: Matrice formée d'une seule colonne

Vecteur B: Matrice formée d'une seule colonne

Matrice X: $[x_{ij}]$ où x_{ij} est l'élément courant avec i: indice de la ligne et j indice de la colonne

3. Notions de statistiques appliquées aux plans d'expériences

3.1. Erreur expérimentale

Les 4 points au centre ont des valeurs différentes (Tableau 1). Au lieu de donner la liste des quatre valeurs, on peut essayer de la résumer en indiquant la valeur centrale et la dispersion autour de cette valeur centrale. En général, on prend la moyenne arithmétique comme valeur centrale et l'écart-type comme mesure de la dispersion.

Tableau 1

N° essais	Point au centre (y_i)
1	11.10
2	12.60
3	10.40
4	11.90

- **Moyenne**

Par définition, la moyenne arithmétique d'un ensemble de valeurs est la somme de toutes les valeurs divisées par le nombre de valeurs. Pour les valeurs y_i données dans le tableau 1 la moyenne arithmétique est égale à:

$$\bar{y} = \frac{1}{4} (11.10 + 12.60 + 10.40 + 11.90) = 11.50$$

- **Ecart-type**

La définition de l'écart-type est un peu moins simple que celle de la moyenne. Nous allons décrire son calcul pas à pas:

1. On commence par calculer les écarts à la moyenne, c'est -à-dire la différence entre chaque valeur et la moyenne arithmétique des valeurs

$$11.10 - 11.50 = -0.40$$

$$12.60 - 11.50 = +1.10$$

$$10.40 - 11.50 = -1.10$$

$$11.90 - 11.50 = +0.40$$

2. Notez que la somme de ces écarts à la moyenne est égale zéro. On démontre d'ailleurs que c'est toujours le cas:

$$\sum_{i=1}^{i=n} (y_i - \bar{y}) = \sum_{i=1}^{i=n} y_i - \sum_{i=1}^{i=n} \bar{y} = \frac{n}{n} \sum_{i=1}^{i=n} y_i - n\bar{y} = n\bar{y} - n\bar{y} = 0$$

On ne peut donc pas prendre la somme des écarts comme mesure de la dispersion. C'est pourquoi on fait disparaître le signe négatif en prenant les écarts.

3. Ces écarts à la moyenne sont donc élevés au carré et additionnés. On obtient ainsi la somme des carrés des écarts à la moyenne:

$$(-0.4)^2 + (1.1)^2 + (-1.1)^2 + (0.40)^2 = 2.74$$

4. Cette somme est divisée par le nombre valeurs (essais) moins 1 ($4-1=3$)

$$\frac{2.74}{4-1} = 0.9133$$

Cette quantité porte le nom de **Variance**. C'est une grandeur fondamentale de la science statistique. On la retrouve partout et il en sera fait un grand usage.

5. Et enfin l'écart-type est obtenu en prenant la racine carré de la variance

$$\text{Ecart-type} = \sqrt{0.9133} = 0.9577 \cong 0.96$$

Pourquoi prend-on la racine carré de la variance?

Simplement pour exprimer la dispersion dans la même unité que les données d'origine et que la moyenne.

3.2 Degrés de liberté

Soit n réponses mesurées indépendamment les unes des autres. Il n'existe pas de relation mathématique entre elles. Les n écarts à la moyenne correspondants ne sont pas indépendants. En effet, il existe une relation mathématique entre ces écarts. Quand on en connaît $n-1$, on peut calculer le dernier avec la relation mathématique. Par exemple, reprenons les quatre écarts à la moyenne de l'exemple (voir l'écart-type). Les trois premiers écarts sont: -0.4, +1.1, -1.1 et le quatrième écart s'obtient facilement puisque la somme des écarts est toujours égale à 0.

Il n'y a donc que $n-1$ écarts indépendants. On dit que la série des n écarts à la moyenne possède $n-1$ degrés de liberté. Le nombre de degrés de liberté est important car il intervient dans de nombreuses formules de statistiques.

3.3 Loi normale (ou gaussienne)

Les synonymes pour cette loi sont loi gaussienne et loi de Gauss. C'est une loi très importante pour plusieurs raisons :

- Elle apparaît dans de nombreux problèmes courants (pour les modéliser),
- Bien souvent, on peut approcher une loi par une loi normale,
- De plus, on dispose de la table de ses valeurs à laquelle on se réfère pour des calculs approchés.

On dit qu'une variable aléatoire X , à valeur réelles, est de loi normal (gaussienne) de paramètres $\mu \in R$ et $\sigma^2 > 0$, si sa densité de probabilité f est donnée par:

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-(x-\mu)^2/2\sigma^2}, x \in R$$

L'espérance et la variance de X sont

$$E(X) = \mu \text{ et } V(X) = \sigma^2$$

3.4 Lois dérivées de la loi normale

Parfois d'autres lois que la loi normale sont utiles dans les approximations (les calculs d'intervalle de confiance, de test). Ce sont les lois de Student et du khi-deux (χ^2). Ces lois dépendent d'un paramètre ν entier, appelé degré de liberté (d.d.l.). De même que pour la loi normale, on disposera de tables pour ces lois.

Les mêmes règles de calcul que pour la loi normale s'appliqueront pour ré-exprimer les probabilités qu'on cherchera en des probabilités disponibles dans ces tables.

3.4.1 Loi du khi-deux (χ^2)

Soient X_1, \dots, X_n des variables aléatoires indépendantes de même loi $N(0, 1)$.

Posons : $\chi^2 = \sum_{i=1}^n X_i^2$

Par définition, la variable aléatoire χ^2 suit une loi du khi-deux à ν degrés de liberté.

On note cette loi $\chi^2(\nu)$

Propriétés :

- $\chi^2 \geq 0$, cette loi n'est donc pas symétrique (Figure 1),
- La loi du khi-deux (χ^2) dépend du nombre de degré de liberté ν
- χ^2 admet une densité (difficile à retenir),
- $E(\chi^2) = \nu$ et $Var(\chi^2) = 2\nu$,

- Pour $\nu \geq 30$, $\sqrt{2\chi^2} - \sqrt{2\nu - 1}$ suit approximativement une loi N(0,1).

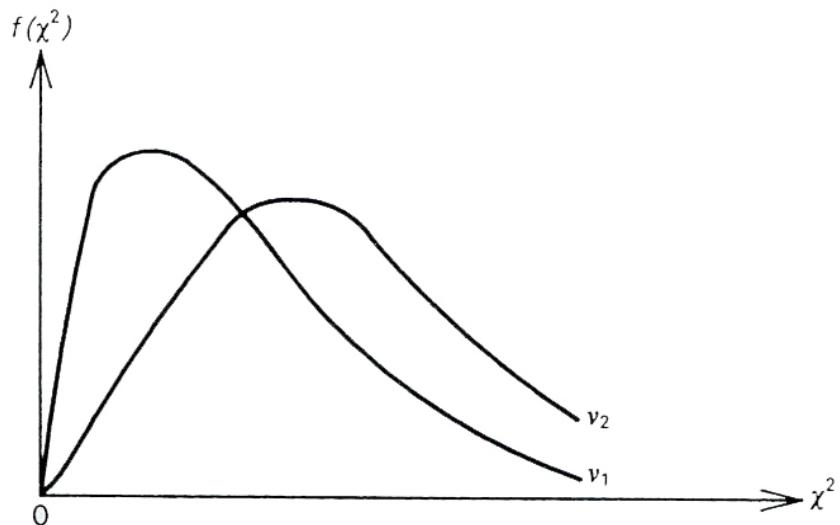


Figure 1. Représentation de Loi du khi-deux (χ^2)

La table (Tableau 1) donne, en fonction de ν les valeur de χ^2_p telles que : $Pr(\chi^2 < \chi^2_p) = F(\chi^2_p) = P$ (Figure 2). Elle est utilisée en particulier pour comparer la variance σ^2 d'une population normale (ou écart-type) à une valeur donnée σ_0^2

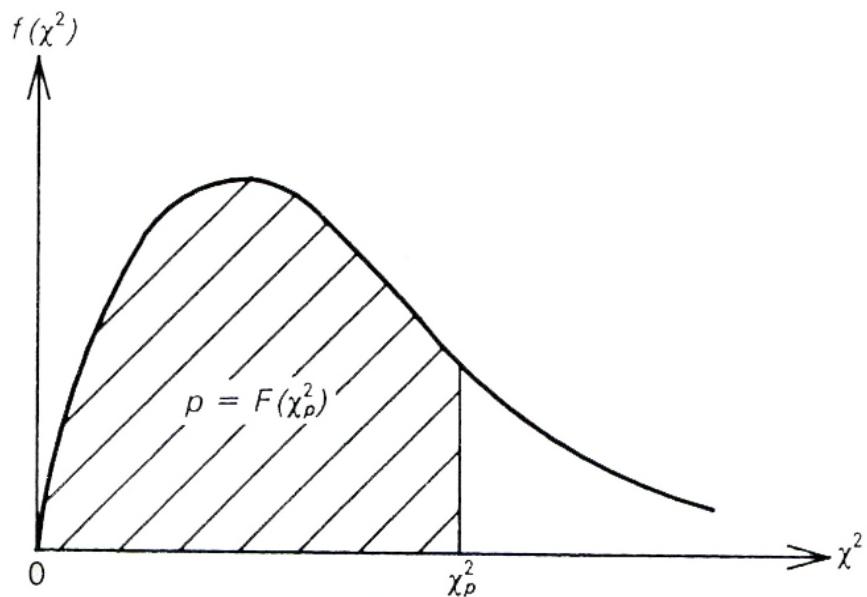


Figure 2. Représentation de la fonction de répartition $F(\chi^2_p)$

Au niveau de confiance $1-\alpha$, la table permet de déterminer :

- Un intervalle de confiance bilatéral symétrique en probabilité (Figure 3) dont la borne supérieure $\chi^2_{1-\alpha/2}$ et la borne inférieure $\chi^2_{\alpha/2}$.
- Un intervalle de confiance unilatéral « à droite » limité par $\chi^2_{1-\alpha}$ (Figure 4) est utilisé si l'éventualité $\sigma^2 < \sigma_0^2$ est exclue a priori.
- Un intervalle de confiance unilatéral « à gauche » limité par χ^2_α (Figure 5) est utilisé si l'éventualité $\sigma^2 > \sigma_0^2$ est exclue a priori.

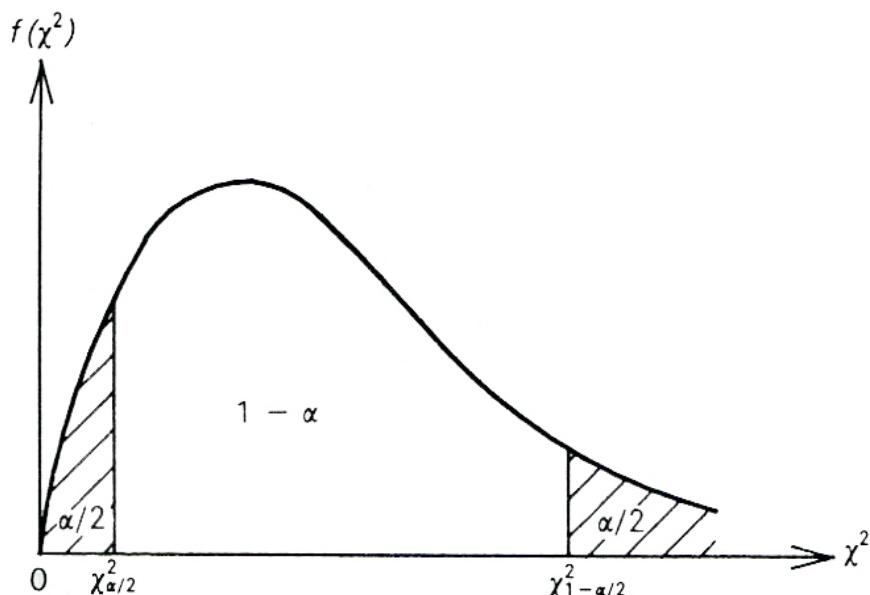


Figure 3. Détermination des bornes de la courbe de Loi du khi-deux (χ^2) pour un intervalle de confiance bilatéral.

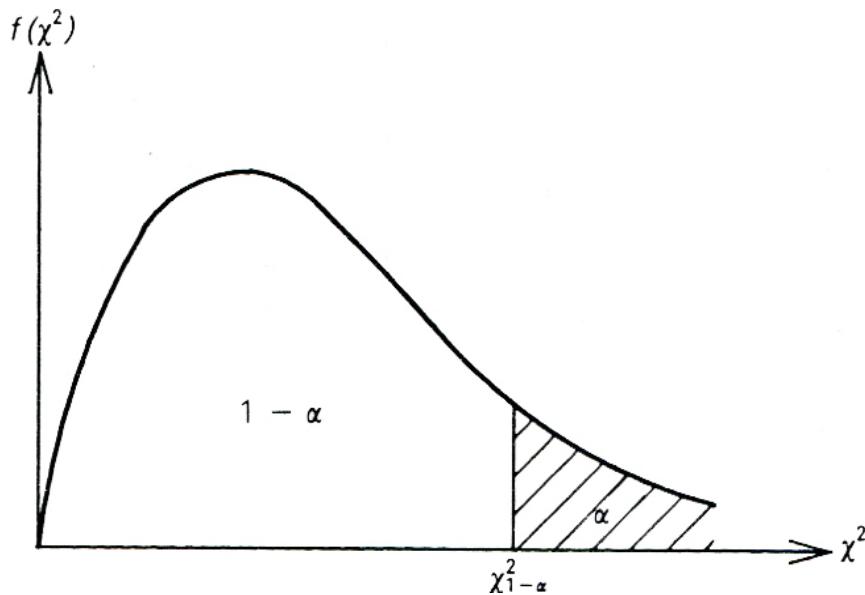


Figure 4. Détermination des bornes de la courbe de Loi du khi-deux (χ^2) pour un intervalle de confiance unilatéral « à droite ».

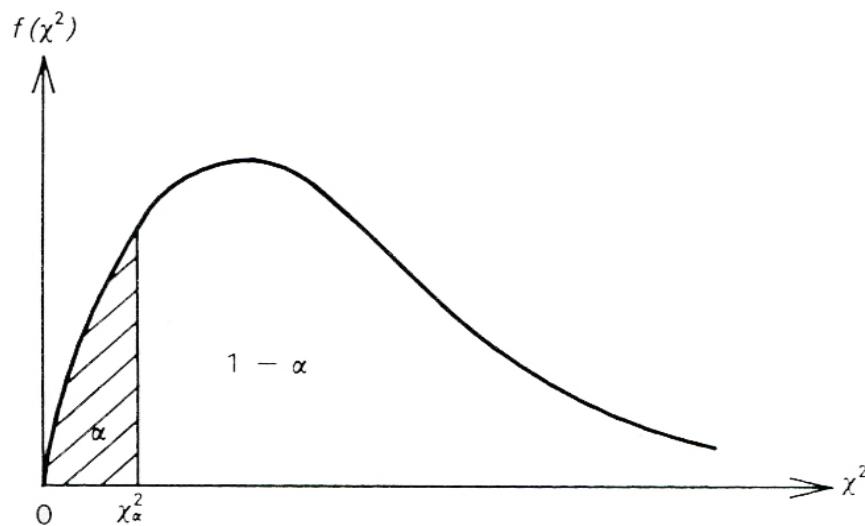


Figure 5. Détermination des bornes de la courbe de Loi du khi-deux (χ^2) pour un intervalle de confiance unilatéral « à gauche ».

Tableau 2. Table de Loi du khi-deux (χ^2)

$v \setminus P$	0,005	0,010	0,025	0,050	0,100	0,250	0,500	0,750	0,900	0,950	0,975	0,990	0,995
1	0,000	0,000	0,001	0,003	0,015	0,10	0,45	1,32	2,71	3,84	5,02	6,63	7,88
2	0,010	0,020	0,050	0,10	0,21	0,57	1,39	2,77	4,61	5,99	7,38	9,21	10,6
3	0,071	0,11	0,21	0,35	0,58	1,21	2,37	4,11	6,25	7,81	9,35	11,3	12,8
4	0,20	0,29	0,48	0,71	1,06	1,92	3,36	5,39	7,78	9,49	11,1	13,3	14,9
5	0,41	0,55	0,83	1,15	1,61	2,67	4,35	6,63	9,24	11,1	12,8	15,1	16,7
6	0,67	0,87	1,24	1,64	2,20	3,45	5,35	7,84	10,6	12,6	14,4	16,8	18,5
7	0,98	1,24	1,69	2,17	2,83	4,25	6,35	9,04	12,0	14,1	16,0	18,5	20,3
8	1,34	1,65	2,18	2,73	3,49	5,07	7,34	10,2	13,4	15,5	17,5	20,1	22,0
9	1,73	2,09	2,70	3,33	4,17	5,90	8,34	11,4	14,7	16,9	19,0	21,7	23,6
10	2,16	2,56	3,25	3,94	4,87	6,74	9,34	12,5	16,0	18,3	20,5	23,2	25,2
11	2,60	3,05	3,82	4,57	5,58	7,58	10,3	13,7	17,3	19,7	21,9	24,7	26,8
12	3,07	3,57	4,40	5,23	6,30	8,44	11,3	14,8	18,5	21,0	23,3	26,2	28,3
13	3,57	4,11	5,01	5,89	7,04	9,30	12,3	16,0	19,8	22,4	24,7	27,7	29,8
14	4,07	4,66	5,63	6,57	7,79	10,2	13,3	17,1	21,1	23,7	26,1	29,1	31,3
15	4,60	5,23	6,26	7,26	8,55	11,0	14,3	18,2	22,3	25,0	27,5	30,6	32,8
16	5,14	5,81	6,91	7,96	9,31	11,9	15,3	19,4	23,5	26,3	28,8	32,0	34,3
17	5,70	6,41	7,56	8,67	10,1	12,8	16,3	20,5	24,8	27,6	30,2	33,4	35,7
18	6,26	7,01	8,23	9,39	10,9	13,7	17,3	21,6	26,0	28,9	31,5	34,8	37,2
19	6,84	7,63	8,91	10,1	11,7	14,6	18,3	22,7	27,2	30,1	32,9	36,2	38,6
20	7,43	8,26	9,59	10,9	12,4	15,5	19,3	23,8	28,4	31,4	34,2	37,6	40,0
21	8,03	8,90	10,3	11,6	13,2	16,3	20,3	24,9	29,6	32,7	35,5	38,9	41,4
22	8,64	9,54	11,0	12,3	14,0	17,2	21,3	26,0	30,8	33,9	36,8	40,3	42,8
23	9,26	10,2	11,7	13,1	14,8	18,1	22,3	27,1	32,0	35,2	38,1	41,6	44,2
24	9,89	10,9	12,4	13,8	15,7	19,0	23,3	28,2	33,2	36,4	39,4	43,0	45,6
25	10,5	11,5	13,1	14,6	16,5	19,9	24,3	29,3	34,4	37,7	40,6	44,3	46,9
26	11,2	12,2	13,8	15,4	17,3	20,8	25,3	30,4	35,6	38,9	41,9	45,6	48,3
28	12,5	13,6	15,3	16,9	18,9	22,7	27,3	32,6	37,9	41,3	44,5	48,3	51,0
29	13,1	14,3	16,0	17,7	19,8	23,6	28,3	33,7	39,1	42,6	45,7	49,6	52,3
30	13,8	15,0	16,8	18,5	20,6	24,5	29,3	34,8	40,3	43,8	47,0	50,9	53,7
40	20,7	22,2	24,4	26,5	29,1	33,7	39,3	45,6	51,8	55,8	59,3	63,7	66,8
50	28,0	29,7	32,4	34,8	37,7	42,9	49,3	56,3	63,2	67,5	71,4	76,2	79,5
60	35,5	37,5	40,5	43,2	46,5	52,3	59,3	67,0	74,4	79,1	83,3	88,4	92,0
70	43,3	45,4	48,8	51,7	55,3	61,7	69,3	77,6	85,5	90,5	95,0	100,4	104,2
80	51,2	53,5	57,2	60,4	64,3	71,1	79,3	88,1	96,6	101,9	106,6	112,4	116,3
90	59,2	61,8	65,6	69,1	73,3	80,6	89,3	98,6	107,6	113,1	118,1	124,1	128,3
100	67,3	70,1	74,2	77,9	82,4	90,1	99,3	109,1	118,5	124,3	129,6	135,8	140,2

3.4.2 Loi de Student

Elle se définit à partir d'une loi Normal et d'une loi khi deux ($\chi^2(\nu)$). Soit X et χ^2 deux variables aléatoires indépendantes telles que $X \cong N(0,1)$ et $Y \cong \chi^2(\nu)$. Posons $t = \frac{X}{\sqrt{\chi^2}} \sqrt{\nu}$. Par définition, la variable aléatoire t suit une loi de student à ν degrés de liberté. On note cette loi $t(n)$.

Propriétés :

- $t(n)$ admet une densité paire, cette loi est donc symétrique (Figure 6),
- $E[t] = 0$ et $Var(t) = \frac{\nu}{\nu-2}$ si $\nu > 2$,
- Quant ν tend vers l'infini, la loi de student tend vers la loi normal réduite ; l'assimilation est acceptable à partir de $\nu = 60$ peut être approchée par $N(0,1)$.

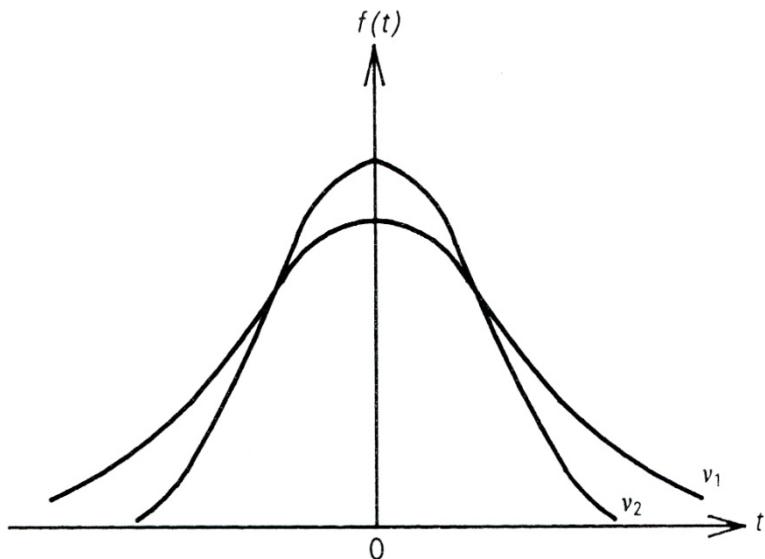


Figure 6. Représentation de Loi de Student

La fonction de répartition est représentée sur la figure 7.

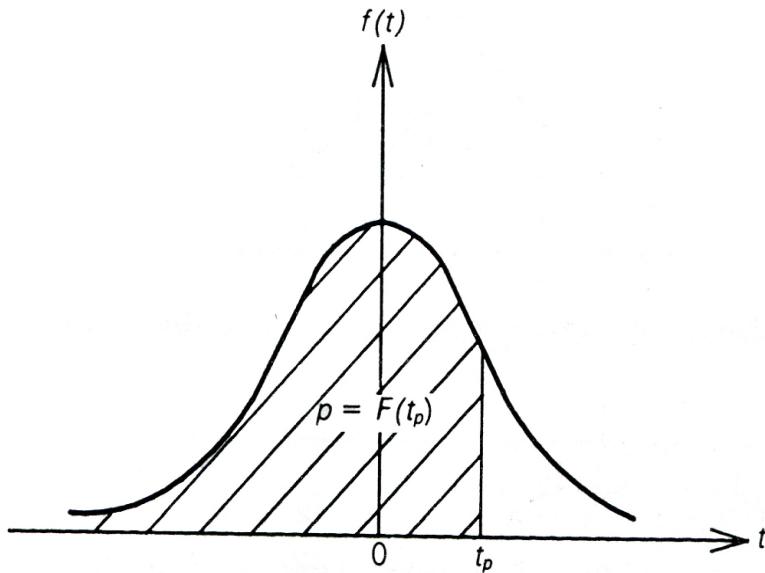


Figure 7. Représentation de la fonction de répartition $F(t_p)$

La table (Tableau 3) donne en fonction de ν les valeurs t_p pour un niveau de confiance attaché à un intervalle bilatéral et unilatéral. Cette table est utilisée pour :

- Donner les bornes de l'intervalle de confiance d'une moyenne au niveau $1-\alpha$ (σ estimé) ;
- Comparer une moyenne à une valeur donnée (σ estimé) ;
- Comparer deux moyennes (σ_1 et σ_2 égaux et estimés par S_1 et S_2).

Soit $1-\alpha$, le niveau de confiance attaché à un intervalle bilatéral symétrique pour t

- Cet intervalle a pour borne supérieure $t_I - \alpha/2$ et borne inférieure $t_{\alpha/2}$ (Figure 8)
- Par raison de symétrie, nous obtenons :

$$t_{\alpha/2} = t_I - \alpha/2$$

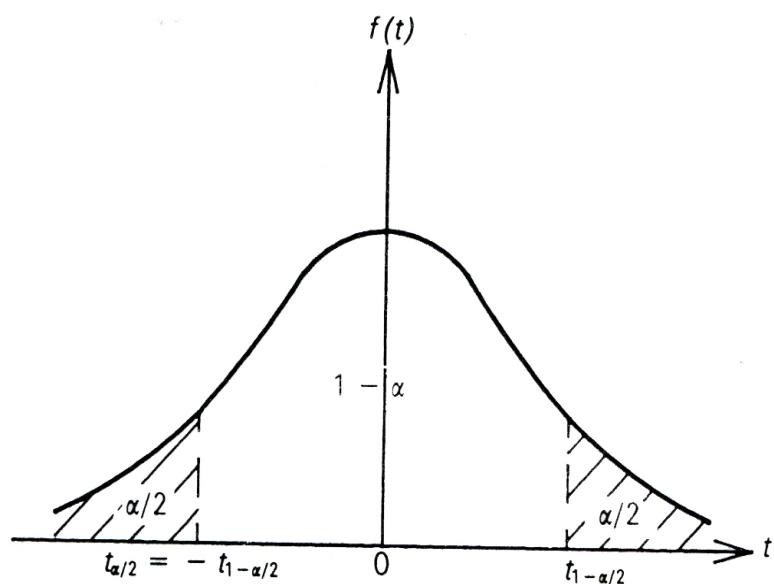


Figure 8. Détermination des bornes de la courbe de Loi de Student

Tableau 2. Table de loi de Student

Unilatéral	0,01	0,05	0,025	0,01	0,005
Bilatéral	0,20	0,10	0,05	0,02	0,01
<i>v</i>					
1	3,08	6,31	12,7	31,8	63,7
2	1,89	2,92	4,30	6,97	9,92
3	1,64	2,35	3,18	4,54	5,84
4	1,53	2,13	2,78	3,75	4,60
5	1,48	2,02	2,57	3,37	4,03
6	1,44	1,94	2,45	3,14	3,71
7	1,42	1,90	2,37	3,00	3,50
8	1,40	1,86	2,31	2,90	3,36
9	1,38	1,83	2,26	2,82	3,25
10	1,37	1,81	2,23	2,76	3,17
11	1,36	1,80	2,20	2,72	3,10
12	1,36	1,78	2,18	2,68	3,06
13	1,35	1,77	2,16	2,65	3,01
14	1,35	1,76	2,15	2,62	2,98
15	1,34	1,75	2,13	2,60	2,95
16	1,34	1,75	2,12	2,58	2,92
17	1,33	1,74	2,11	2,57	2,90
18	1,33	1,73	2,10	2,55	2,88
19	1,33	1,73	2,09	2,54	2,86
20	1,33	1,73	2,09	2,53	2,85
21	1,32	1,72	2,08	2,52	2,83
22	1,32	1,72	2,07	2,51	2,82
23	1,32	1,71	2,07	2,50	2,81
24	1,32	1,71	2,06	2,49	2,80
25	1,32	1,71	2,06	2,49	2,79
26	1,32	1,71	2,06	2,48	2,78
27	1,31	1,70	2,05	2,47	2,77
28	1,31	1,70	2,05	2,47	2,76
29	1,31	1,70	2,05	2,46	2,76
30	1,31	1,70	2,04	2,46	2,75
40	1,30	1,68	2,02	2,42	2,70
∞	1,28	1,65	1,96	2,33	2,58

3.4.3 Loi de Fisher

En théorie des probabilités et en statistiques, la loi de Fisher ou encore loi de Fisher-Snedecor ou encore loi F de Snedecor est une loi de probabilité continue; Elle tire son nom des statisticiens Ronald Aylmer Fisher et George Snedecor.

La loi de fisher permet de comparer les variances inconnues σ_1^2 et σ_2^2 (ou les écarts types) de populations normales :

- σ_1^2 est estimée par S_1^2 avec ν_1 degré de liberté
- σ_2^2 est estimée par S_2^2 avec ν_2 degré de liberté

Si $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$, le rapport $F = \frac{S_1^2}{S_2^2}$ suit la loi de F à ν_1 et ν_2 degré de liberté

La loi de F dépend de ν_1 , nombre de degré de liberté de S_1^2 (numérateur) et ν_2 nombre de degré de liberté de S_2^2 (dénominateur).

Les tables (tableau 4 et 5) donnent, en fonction de ν_1 et ν_2 , les valeurs de F_p telles que :

$$\text{Prob}(F < F_p) = p$$

p peut prendre différentes valeurs : $p = 0.95$ et $p = 0.975$

Au niveau $1-\alpha$, elles permettent d'obtenir :

- Un intervalle de confiance bilatéral symétrique en probabilité pour F (figure 9). La borne supérieure $F_{1-\frac{\alpha}{2}}(\nu_1, \nu_2)$ est lue directement dans la table. La borne inférieure $F_{\frac{\alpha}{2}}(\nu_1, \nu_2)$ est obtenue par la relation :

$$F_{\frac{\alpha}{2}}(\nu_1, \nu_2) = \frac{1}{F_{1-\frac{\alpha}{2}}(\nu_1, \nu_2)}$$

- Un intervalle de confiance unilatéral à droite (figure 10). Si l'éventualité $\sigma_1^2 > \sigma_2^2$ est seul retenue, nous formerons le rapport $F = \frac{S_1^2}{S_2^2}$ que nous comparerons au seuil $F_{1-\alpha}$ donné par la table

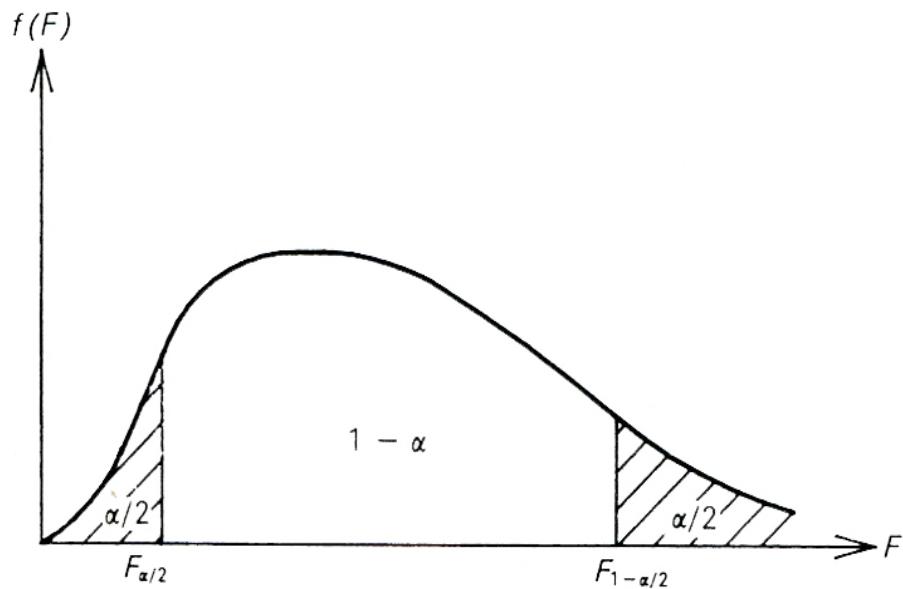


Figure 9. Détermination des bornes de la courbe de Loi de Fisher Snedecor pour un intervalle de confiance bilatéral.

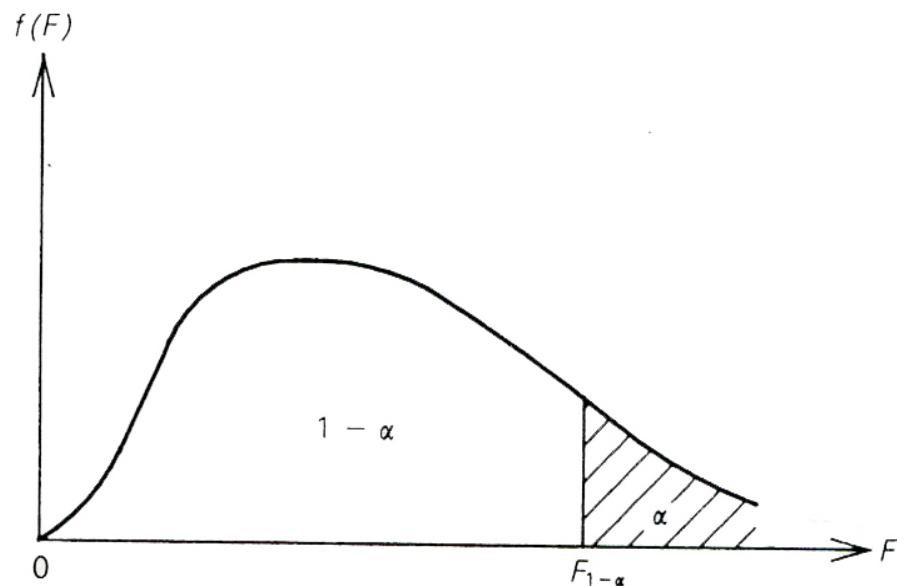


Figure10. Détermination des bornes de la courbe de Loi de Fisher Snedecor pour un intervalle de confiance unilatéral.

Tableau 4. Table de la loi de Fisher Senedecor pour $p = 0.95$

Valeurs des 95 ièmes centiles (niveaux 0,05)

$F_{0,95}$ pour la distribution F

v_1 degrés de liberté au numérateur

v_2 degrés de liberté au dénominateur

$v_1 \rightarrow$ $v_2 \downarrow$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20	24	30	40	60	120	∞
1	161	200	216	225	230	234	237	239	241	242	244	246	248	249	250	251	252	253	254
2	18,5	19,00	19,2	19,20	19,3	19,3	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5
3	10,1	9,55	9,28	9,12	9,01	8,94	8,89	8,85	8,81	8,79	8,74	8,7	8,66	8,64	8,62	8,59	8,57	8,55	8,53
4	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,09	6,04	6,00	5,96	5,91	5,86	5,80	5,77	5,75	5,72	5,69	5,66	5,63
5	6,61	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82	4,77	4,74	4,68	4,62	4,56	4,53	4,50	4,46	4,43	4,40	4,37
6	5,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,21	4,15	4,10	4,06	4,00	3,94	3,87	3,84	3,81	3,77	3,74	3,70	3,67
7	5,59	4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68	3,64	3,57	3,51	3,44	3,41	3,38	3,34	3,3	3,27	3,23
8	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44	3,39	3,35	3,28	3,22	3,15	3,12	3,08	3,04	3,01	2,97	2,93
9	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,18	3,14	3,07	3,01	2,94	2,90	2,86	2,83	2,79	2,75	2,71
10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02	2,98	2,91	2,85	2,77	2,74	2,70	2,66	2,62	2,58	2,54
11	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	3,01	2,95	2,90	2,85	2,79	2,72	2,65	2,61	2,57	2,53	2,49	2,45	2,40
12	4,75	3,89	3,49	3,26	3,11	3,00	2,91	2,85	2,8	2,75	2,69	2,62	2,54	2,51	2,47	2,43	2,38	2,34	2,30
13	4,67	3,81	3,41	3,18	3,03	2,92	2,83	2,77	2,71	2,67	2,60	2,53	2,46	2,42	2,38	2,34	2,30	2,25	2,21
14	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,76	2,7	2,65	2,60	2,53	2,46	2,39	2,35	2,31	2,27	2,22	2,18	2,13
15	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,71	2,64	2,59	2,54	2,48	2,40	2,33	2,29	2,25	2,20	2,16	2,11	2,07
16	4,49	3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,66	2,59	2,54	2,49	2,42	2,35	2,28	2,24	2,19	2,15	2,11	2,06	2,01
17	4,45	3,59	3,20	2,96	2,81	2,70	2,61	2,55	2,49	2,45	2,38	2,31	2,23	2,19	2,15	2,1	2,06	2,01	1,96
18	4,41	3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,58	2,51	2,46	2,41	2,34	2,27	2,19	2,15	2,11	2,06	2,02	1,97	1,92
19	4,38	3,52	3,13	2,90	2,74	2,63	2,54	2,48	2,42	2,38	2,31	2,23	2,16	2,11	2,07	2,03	1,98	1,93	1,88
20	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,51	2,45	2,39	2,35	2,28	2,20	2,12	2,08	2,04	1,99	1,95	1,90	1,84
21	4,32	3,47	3,07	2,84	2,68	2,57	2,49	2,42	2,37	2,32	2,25	2,18	2,10	2,05	2,01	1,96	1,92	1,87	1,81
22	4,30	3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,46	2,40	2,34	2,30	2,23	2,15	2,07	2,03	1,98	1,94	1,89	1,84	1,78
23	4,28	3,42	3,03	2,80	2,64	2,53	2,44	2,37	2,32	2,27	2,20	2,13	2,05	2,01	1,96	1,91	1,86	1,81	1,76
24	4,26	3,40	3,01	2,78	2,62	2,51	2,42	2,36	2,30	2,25	2,18	2,11	2,03	1,98	1,94	1,89	1,84	1,79	1,73
25	4,24	3,39	2,99	2,76	2,60	2,49	2,40	2,34	2,28	2,24	2,16	2,09	2,01	1,96	1,92	1,87	1,82	1,77	1,71
26	4,23	3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,39	2,32	2,27	2,22	2,15	2,07	1,99	1,95	1,9	1,85	1,8	1,75	1,69
27	4,21	3,35	2,96	2,73	2,57	2,46	2,37	2,31	2,25	2,2	2,13	2,06	1,97	1,93	1,88	1,84	1,79	1,73	1,67
28	4,20	3,34	2,95	2,71	2,56	2,45	2,36	2,29	2,24	2,19	2,12	2,04	1,96	1,91	1,87	1,82	1,77	1,71	1,65
29	4,18	3,33	2,93	2,70	2,55	2,43	2,35	2,28	2,22	2,18	2,10	2,03	1,94	1,90	1,85	1,81	1,75	1,70	1,64
30	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,33	2,27	2,21	2,16	2,09	2,01	1,93	1,89	1,84	1,79	1,74	1,68	1,62
40	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,25	2,18	2,12	2,08	2,00	1,92	1,84	1,79	1,74	1,69	1,64	1,58	1,51
60	4,00	3,15	2,76	2,53	2,37	2,25	2,17	2,10	2,04	1,99	1,92	1,84	1,75	1,70	1,65	1,59	1,53	1,47	1,39
120	3,92	3,07	2,68	2,45	2,29	2,18	2,09	2,02	1,96	1,91	1,83	1,75	1,66	1,61	1,55	1,50	1,43	1,35	1,25
∞	3,84	3,00	2,60	2,37	2,21	2,10	2,01	1,94	1,88	1,83	1,75	1,67	1,57	1,52	1,46	1,39	1,32	1,22	1,00

Tableau 5. Table de la loi de Fisher Senedecor pour $p = 0.975$

v_1	1	2	3	4	5	6	7	8	10	12	20	40	60	100	∞
v_2															
1	648	800	864	900	922	937	948	957	969	977	993	1006	1010	1013	1018
2	38,5	39,0	39,2	39,2	39,3	39,3	39,4	39,4	39,4	39,4	39,5	39,5	39,5	39,5	39,5
3	17,4	16,0	15,4	15,1	14,9	14,7	14,6	14,5	14,4	14,3	14,2	14,0	14,0	14,0	13,9
4	12,2	10,6	9,98	9,60	9,36	9,20	9,07	8,98	8,84	8,75	8,56	8,41	8,36	8,32	8,26
5	10,0	8,43	7,76	7,39	7,15	6,98	6,85	6,76	6,62	6,52	6,33	6,18	6,12	6,08	6,02
6	8,81	7,26	6,60	6,23	5,99	5,82	5,70	5,60	5,46	5,37	5,17	5,01	4,96	4,92	4,85
7	8,07	6,54	5,89	5,52	5,29	5,12	4,99	4,90	4,76	4,67	4,47	4,31	4,25	4,21	4,14
8	7,57	6,06	5,42	5,05	4,82	4,65	4,53	4,43	4,30	4,20	4,00	3,84	3,78	3,74	3,67
9	7,21	5,71	5,08	4,72	4,48	4,32	4,20	4,10	3,96	3,87	3,67	3,51	3,45	3,40	3,33
10	6,94	5,46	4,83	4,47	4,24	4,07	3,95	3,85	3,72	3,62	3,42	3,26	3,20	3,15	3,08
11	6,72	5,26	4,63	4,28	4,04	3,88	3,76	3,66	3,53	3,43	3,23	3,06	3,00	2,96	2,88
12	6,55	5,10	4,47	4,12	3,89	3,73	3,61	3,51	3,37	3,28	3,07	2,91	2,85	2,80	2,72
13	6,41	4,97	4,35	4,00	3,77	3,60	3,48	3,39	3,25	3,15	2,95	2,78	2,72	2,67	2,60
14	6,30	4,86	4,24	3,89	3,66	3,50	3,38	3,29	3,15	3,05	2,84	2,67	2,61	2,56	2,49
15	6,20	4,76	4,15	3,80	3,58	3,41	3,29	3,20	3,06	2,96	2,76	2,58	2,52	2,47	2,40
16	6,12	4,69	4,08	3,73	3,50	3,34	3,22	3,12	2,99	2,89	2,68	2,51	2,45	2,40	2,32
17	6,04	4,62	4,01	3,66	3,44	3,28	3,16	3,06	2,92	2,82	2,62	2,44	2,38	2,33	2,25
18	5,98	4,56	3,95	3,61	3,38	3,22	3,10	3,01	2,87	2,77	2,56	2,38	2,32	2,27	2,19
19	5,92	4,51	3,90	3,56	3,33	3,17	3,05	2,96	2,82	2,72	2,51	2,33	2,27	2,22	2,13
20	5,87	4,46	3,86	3,51	3,29	3,13	3,01	2,91	2,77	2,68	2,46	2,29	2,22	2,17	2,09
21	5,83	4,42	3,82	3,48	3,25	3,09	2,97	2,87	2,73	2,64	2,42	2,25	2,18	2,13	2,04
22	5,79	4,38	3,78	3,44	3,22	3,05	2,93	2,84	2,70	2,60	2,39	2,21	2,14	2,09	2,00
23	5,75	4,35	3,75	3,41	3,18	3,02	2,90	2,81	2,67	2,57	2,36	2,18	2,11	2,06	1,97
24	5,72	4,32	3,72	3,38	3,15	2,99	2,87	2,78	2,64	2,54	2,33	2,15	2,08	2,02	1,94
25	5,69	4,29	3,69	3,35	3,13	2,97	2,85	2,75	2,61	2,51	2,30	2,12	2,05	2,00	1,91
26	5,66	4,27	3,67	3,33	3,10	2,94	2,82	2,73	2,59	2,49	2,28	2,09	2,03	1,97	1,88
27	5,63	4,24	3,65	3,31	3,08	2,92	2,80	2,71	2,57	2,47	2,25	2,07	2,00	1,94	1,85
28	5,61	4,22	3,63	3,29	3,06	2,90	2,78	2,69	2,55	2,45	2,23	2,05	1,98	1,92	1,83
29	5,59	4,20	3,61	3,27	3,04	2,88	2,76	2,67	2,53	2,43	2,21	2,03	1,96	1,90	1,81
30	5,57	4,18	3,59	3,25	3,03	2,87	2,75	2,65	2,51	2,41	2,20	2,01	1,94	1,88	1,79
40	5,42	4,05	3,46	3,13	2,90	2,74	2,62	2,53	2,39	2,29	2,07	1,88	1,80	1,74	1,64
60	5,29	3,93	3,34	3,01	2,79	2,63	2,51	2,41	2,27	2,17	1,94	1,74	1,67	1,60	1,48
120	5,15	3,80	3,22	2,89	2,67	2,51	2,39	2,30	2,15	2,05	1,82	1,61	1,52	1,45	1,31
∞	5,02	3,69	3,12	2,79	2,57	2,41	2,29	2,19	2,05	1,94	1,71	1,48	1,39	1,30	1,00

(Source : CERESTA, *Revue de statistique appliquée. Tables statistiques*, n° spécial, Paris, 1973.)

4. Principe de la Méthodologie des plans d'expériences

4.1. Aperçu historique

Les plans d'expériences ne sont pas une découverte récente. La chronologie ci-après (Figure 11) le rappelle en indiquant quelques points de repères généraux. La construction industrielle du Japon a permis aux méthodes statistiques développées entre le 18^e et le 20^e siècle, de jouer un rôle essentiel dans l'étude et l'optimisation de produits ou procédés. Les brillants succès des Japonais ont incité les entreprises européennes et américaines à considérer l'application des statistiques dans leurs activités de production. Ces outils polyvalents permettent des interventions rapides et structurées sur les processus. On peut désormais améliorer produits et procédés sans connaître toutes les lois physiques et chimiques du phénomène étudié.

Depuis quelques années, on s'est aperçu que la qualité d'un produit (notion essentielle dans le monde de l'industrie et dans le monde en général) dépendait principalement de la conception de ce produit ou plus précisément de la connaissance parfaite de cette conception, plutôt que du produit fini lui-même. En effet, connaître sur le bout des doigts l'élaboration d'un produit permet de prévoir son évolution au cours du temps en fonction des paramètres influents, qu'ils soient internes ou externes. Or, ces paramètres sont généralement nombreux et difficilement modélisables par les méthodes classiques de la physique. Le concepteur a donc besoin d'une méthode expérimentale, peu coûteuse en expériences, qui lui permettra de mesurer et de connaître l'influence de tous les paramètres et d'en déduire les plus influents. Un plan d'expériences représente l'outil adéquat qui permettra de répondre à l'ensemble de ces questions.

Le présent chapitre est consacré à la planification des expériences. Des généralités sur les plans factoriels complets sont d'abord exposées suivies de la méthode des plans composites centrés utilisés pour la modélisation et l'optimisation du procédé envisagé.

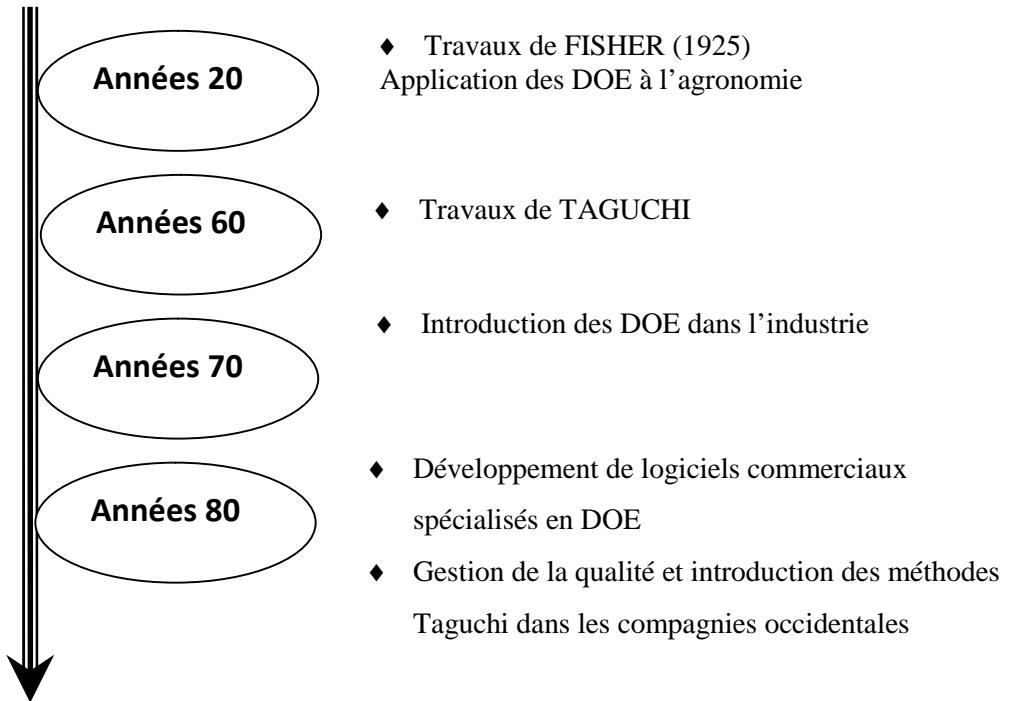


Figure 1: Aperçu historique

Figure 11: Aperçu historique

4.2. Présentation des plans d'expériences

Les plans d'expériences sont issus de méthodes mathématiques et statistiques appliquées à l'expérimentation. Les premiers scientifiques à s'être posé le problème de l'organisation des essais sont des agronomes. Ils avaient en effet beaucoup de paramètres à étudier et n'avaient pas la possibilité de multiplier le nombre d'expériences. De plus, la durée des expériences constituait une contrainte supplémentaire forte. C'est Fisher, qui, pour la première fois en 1925, proposa une méthode avec laquelle on étudiait plusieurs facteurs à la fois. Cette méthode fut reprise puis développée par des statisticiens et des mathématiciens qui définirent des tables d'expériences permettant de réduire considérablement le nombre d'expériences à effectuer sans diminuer la pertinence de la campagne d'essais. Les grandes entreprises se sont ensuite intéressées à cette méthodologie dans le cadre de l'approche qualité à la suite des travaux du docteur Taguchi. Il a fortement contribué à l'expansion de l'utilisation des plans d'expériences en milieux industriels au japon dans les années 1960. Au cours de ces dernières

années, cette méthodologie, du fait de la pertinence des informations apportées, s'est développée dans la plupart des secteurs d'activités.

4.3. Contexte et objectifs des plans d'expériences

Le contexte de l'utilisation des plans d'expériences recouvre des phénomènes de type « boîte noire » (Figure 12), que l'on cherche à éclaircir pour mieux comprendre le fonctionnement et en optimiser les performances. La démarche est expérimentale : l'information sur le phénomène est acquise à partir des essais. Cela impose une connaissance minimale du phénomène étudié avant d'entreprendre les essais.

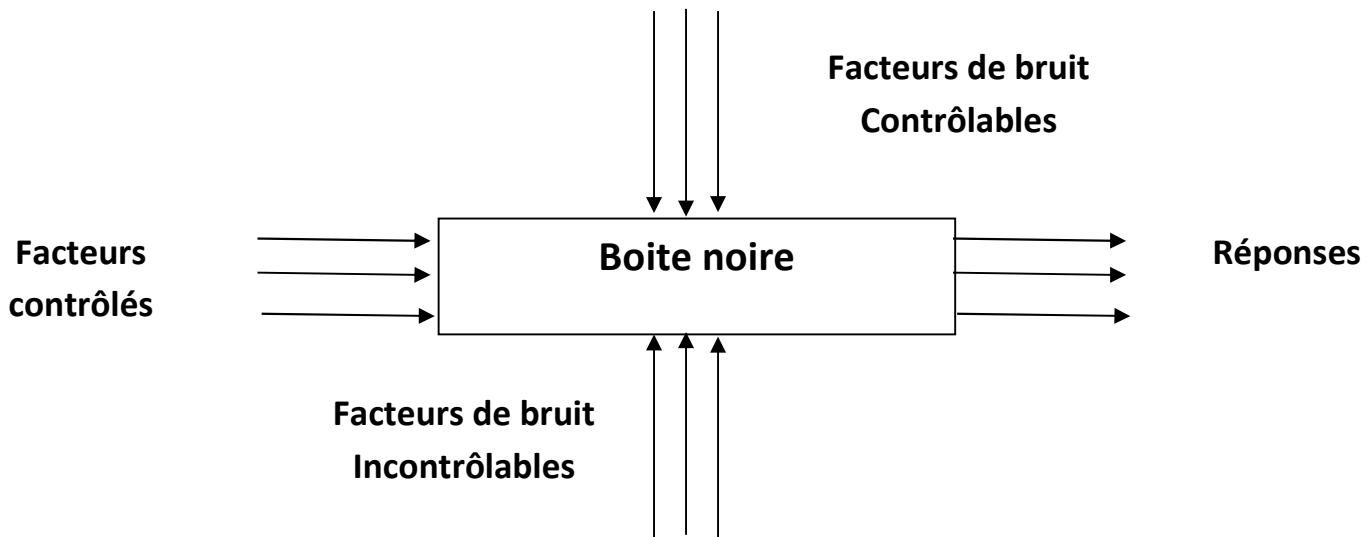


Figure 12: Système de boîte noire

4.4. Principe

La technique des plans d'expériences va permettre de répondre à nos exigences. En effet, son principe consiste à faire varier simultanément les niveaux de un ou plusieurs facteurs (qui sont des variables discrètes ou continues) à chaque essai. Ceci va permettre d'une part, de diminuer fortement le nombre d'expériences à réaliser tout en augmentant le nombre de facteurs étudiés et d'autre part, à détecter les interactions entre les facteurs et la détermination du réglage dit optimal de ces facteurs par rapport à une réponse. Le point délicat dans l'utilisation des plans d'expériences sera donc de minimiser le plus possible le nombre d'expériences à mener sans sacrifier la précision sur les résultats. Il existe actuellement un nombre important de plans différents. Chacun, par ses propriétés, permet de résoudre certains

problèmes particuliers. On peut cependant, diviser les plans d'expériences en deux grandes catégories :

- Les plans pour étudier (estimer et comparer) les effets des paramètres ;
- Les plans pour régler les paramètres afin d'atteindre un optimum.

Pour obtenir des informations pertinentes, une démarche méthodologique doit être suivie :

- définition des objectifs et critères;
- définition des facteurs à étudier et du domaine expérimental;
- construction du plan d'expériences;
- expérimentation;
- analyse des résultats;
- conduite éventuelle d'essais supplémentaires;
- validation des résultats;
- conclusion de l'étude.

A l'issue de cette procédure, on pourra conclure sur les résultats obtenus par les plans d'expériences

5. Terminologie

5.1. Variables naturelles (réelles) ou facteurs

Ces facteurs étudiés sont notés Z_j ($j = 1 \text{ à } k$, k le nombre de facteurs). Lorsque la variable naturelle Z_j prend deux niveaux dans une expérimentation, on convient de désigner par Z_j (min) son niveau inférieur et par Z_j (max) son niveau supérieur ;

5.2. Variables codées

Le traitement des données, issues des plans d'expériences, exige l'utilisation de variables centrées, réduites et sans dimension, désignées par « variables codées », à la place des « variables réelles ». Pour cela, on associe à chaque variable réelle Z_j une variable codée x_j , qui prend le niveau (-1) pour le niveau Z_j (min) et le niveau (+1) pour le niveau Z_j (max). comme indiqué sur la Figure 13.

5.3. Domaine d'étude

On l'appelle aussi domaine expérimental. Il est délimité par les niveaux inférieurs et supérieurs des facteurs étudiés.

5.4. Plan d'expérimentation

Matrice déclinant l'ensemble des conditions expérimentales, imposées aux variables réelles pour la réalisation des différents essais, dans le cadre du plan d'expériences choisi ;

5.5. Matrice d'expériences

C'est la matrice qui rassemble les niveaux pris par les variables codées pour les différentes expériences à réaliser dans le cadre du plan choisi.

5.6. Formules de codage

L'établissement du modèle exprimant la réponse en fonction des paramètres opératoires, nécessite la transformation de ces derniers en variables codées ou variables centrées réduites. La formule permettant le passage des variables réelles aux variables codées est :

$$x_j = \frac{Z_j - Z_j^0}{\Delta Z_j}, \quad j=1, 2, \dots, k$$

$$Z_j^0 = \frac{Z_{j \text{ max}} + Z_{j \text{ min}}}{2} \quad \text{et} \quad \Delta Z_j = \frac{Z_{j \text{ max}} - Z_{j \text{ min}}}{2}$$

Avec :

x_1, x_2, \dots, x_k : Variables centrées réduites ou variables codées ;

Z_1, Z_2, \dots, Z_k : Facteurs contrôlables (variables réelles) ;

$Z_1^0, Z_2^0, \dots, Z_k^0$: Variables réelles correspondantes au centre du plan ou parfois niveau fondamental ;

ΔZ_j : Unité ou intervalle de variation suivant l'axe des Z_j ;

Z_{\min} : Valeur minimale de la variable réelle ;

Z_{\max} : Valeur maximale de la variable réelle.

Il importe de bien préciser ce que nous entendons par « variables centrées réduites » car nous donnons ici, à cette expression, un sens différent de celui qui est habituellement retenu en statistiques, où une « variable centrée réduite » est une variable de moyenne nulle et de variance unité. La théorie des plans d'expériences utilise une définition différente pour les « variables centrées réduites ». Pour éviter toute confusion, précisons en le sens : Soit Z une variable qui au cours de l'expérimentation prend les valeurs extrêmes Z_{\min} et Z_{\max} , on fera correspondre à ces deux valeurs d'origine les variables centrées réduites -1 et $+1$ respectivement (Figure 13).

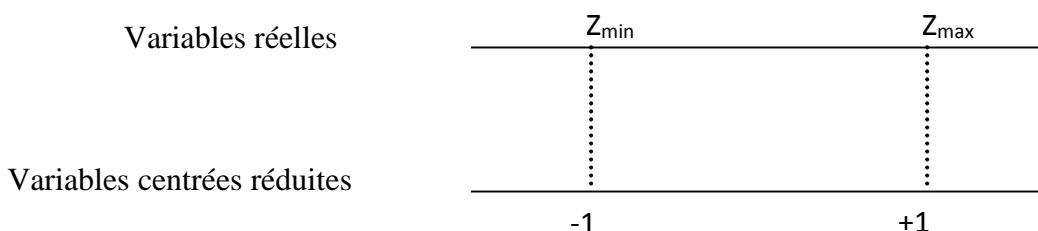


Figure 13 : Variables centrées réduites.

5.7. Effet d'un facteur

L'effet d'un facteur « A » sur la réponse « y » s'obtient en comparant les valeurs prises par « y » quand A passe du niveau (-1) au niveau (+1). Soient y_1 et y_2 ces valeurs (Figure 14). Nous distinguons :

- ◆ L'effet global par $(y_2 - y_1)$
- ◆ L'effet moyen par $(y_2 - y_1)/2$

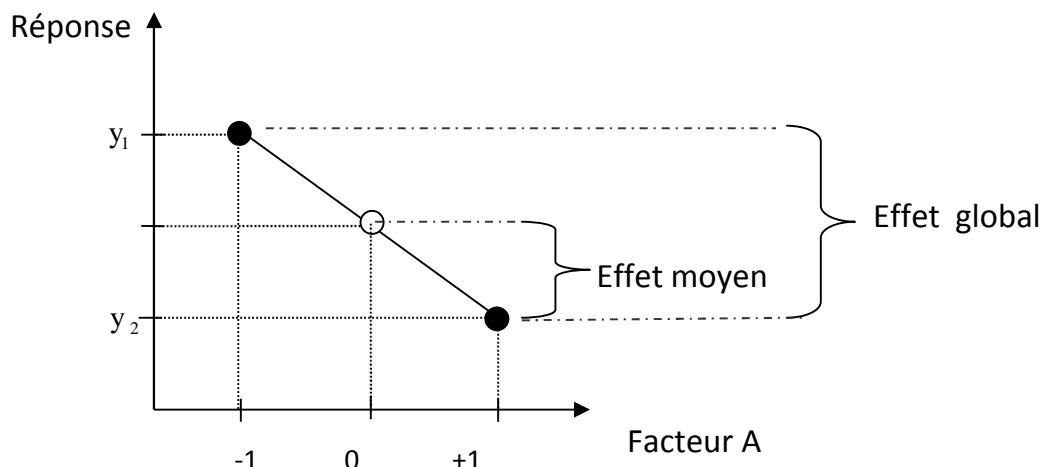
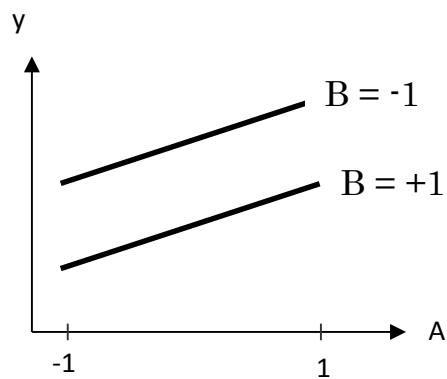


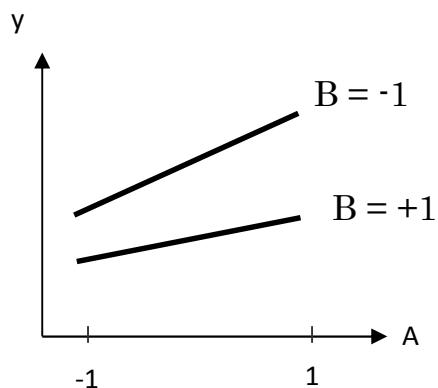
Figure 14: Illustration de l'effet global et de l'effet moyen

5.8. Notion d'interaction

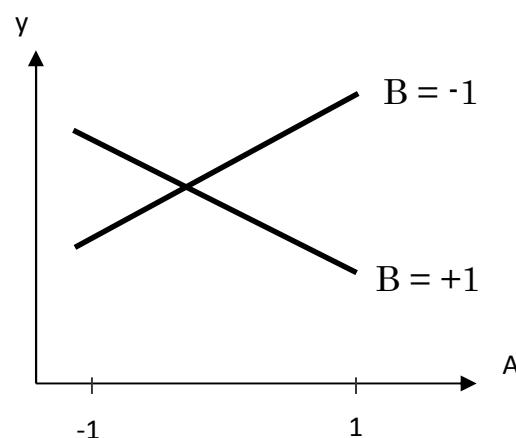
Il y a interaction entre deux facteurs A et B si l'effet de A sur la réponse dépend du niveau de B ou inversement (Figure 15)



Pas d'interaction entre A et B



Faible interaction entre A et B



Forte interaction entre A et B

Figure 15 : Courbes d'interactions

6. Modélisation par les plans d'expériences

La modélisation est l'objet même des plans d'expériences. Elle permet une fois que les facteurs influents sont identifiés, de trouver l'équation ou la fonction qui décrit au mieux les variations du phénomène étudié en fonction de ces facteurs.

Toute réponse expérimentale peut être écrite sous la forme suivante :

$$y = f(Z_1, Z_2, \dots, Z_k) + \varepsilon$$

Réponse expérimentale	Facteurs contrôlés	Erreur expérimentale
--------------------------	-----------------------	-------------------------

Où f est une fonction inconnue (modèle théorique) des facteurs influents contrôlés (Z_1, Z_2, \dots, Z_k).

Cette fonction, inaccessible par l'expérience, ne peut être qu'estimée par lissage à l'aide de polynômes. L'idée de base présidant à ce choix étant qu'au voisinage d'un point, toute fonction peut être développée en série de Taylor et donc remplacée par un polynôme. L'équation de régression obtenue sur la base de l'expérience, s'écrit sous la forme suivante:

$$\hat{y} = b_0 + \sum_{j=1}^k b_j x_j + \sum_{\substack{u, j=1 \\ u \neq j}}^k b_{uj} x_u x_j + \sum_{j=1}^k b_{jj} x_j^2.$$

Où x_j sont les coordonnées des facteurs Z_j exprimées en variables centrées réduites, ($j = 1, \dots, k$). \hat{y} est l'estimée (valeur prédictive par le modèle) de y (valeur expérimentale). Chaque valeur expérimentale y_i est sujette aux erreurs aléatoires ε_i à distribution normale telle que:

$$y_i = \hat{y}_i + \varepsilon_i$$

Avec :

b_0 : terme constant de l'équation de régression ;

b_j : effets linéaires ;

b_{uj} : effets d'interactions ;

b_{jj} : effets quadratiques.

Les coefficients de l'équation sont déterminés par la méthode des moindres carrés à partir de la condition :

$$\varphi = \sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2 = \min$$

Où N est l'étendue de l'échantillon pris sur l'ensemble des valeurs des paramètres à analyser. Une condition nécessaire pour que $\varphi (b_0, b_1, b_2\dots)$ soit minimale est que les égalités suivantes soient vérifiées :

$$\frac{\partial \varphi}{\partial b_0} = 0, \quad \frac{\partial \varphi}{\partial b_1} = 0, \quad \frac{\partial \varphi}{\partial b_2} = 0, \dots$$

$$\sum_{i=1}^N 2[y_i - f(x_i, b_0, b_1, b_2, \dots)] \frac{\partial f(x_i)}{\partial b_0} = 0$$

donc :
$$\sum_{i=1}^N 2[y_i - f(x_i, b_0, b_1, b_2, \dots)] \frac{\partial f(x_i)}{\partial b_1} = 0$$

.....

6.1. Matrice d'expériences

Il est maintenant possible d'introduire la matrice des expériences qui traduit les niveaux à assigner à chaque facteur pour chacun des essais. Le tableau 6 suivant présente une matrice d'expériences pour trois facteurs à deux niveaux.

Tableau 6 : Matrice d'expériences

N° Essais	Facteur A x₁	Facteur B x₂	Facteur C x₃	Réponses y
1	-1	-1	-1	y ₁
2	1	-1	-1	y ₂
3	-1	1	-1	y ₃
4	1	1	-1	y ₄
5	-1	-1	1	y ₅
6	1	-1	1	y ₆
7	-1	1	1	y ₇
8	1	1	1	y ₈

A, B, C, sont les facteurs qui correspondent respectivement aux variables centrées réduites x_1 , x_2 , x_3 .

y est la réponse étudiée

6.2. Matrice des effets

La matrice $[X]$ des effets (tableau 7) servant au calcul des coefficients du modèle, s'obtient en ajoutant à gauche de la matrice d'expériences, une colonne ne contenant que des 1, correspondant à la variable fictive x_0 . Les autres colonnes qui correspondent aux interactions des différents facteurs s'obtiennent en effectuant le produit ligne à ligne des colonnes des facteurs correspondants.

Tableau 7 : Matrice des effets

N° Essais	x_0	Facteur	Facteur	Facteur	Interactions			Réponses				
		A	B	C	Entre A, B et C			x_1x_2	x_1x_3	x_2x_3	$x_1x_2x_3$	y
1	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	1	-1	y_1
2	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	y_2
3	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1	y_3
4	1	1	1	-1	1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	y_4
5	1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	1	1	1	y_5
6	1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	-1	-1	-1	y_6
7	1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	y_7
8	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	y_8

6.3. Calcul des coefficients du modèle

6.3.1 Analyse de régression sous forme matricielle

L'analyse de régression sous forme matricielle est d'un emploi commode pour la résolution des problèmes sur ordinateur. Il s'agit de trouver par la méthode des moindres carrés les coefficients de l'équation de régression suivante :

$$\hat{y} = b_0 x_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + \dots + b_k x_k$$

Où x_0 est une variable fictive égale à 1

Présentons sous forme matricielle le matériel statistique de départ :

$$[X] = \begin{bmatrix} x_{01} & x_{11} & x_{21} & \dots & x_{k1} \\ x_{02} & x_{12} & x_{22} & \dots & x_{k2} \\ \cdot & \cdot & \cdot & \dots & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \dots & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \dots & \cdot \\ x_{0N} & x_{1N} & x_{2N} & \dots & x_{kN} \end{bmatrix}$$

Cette matrice est appelée matrice des variables indépendantes.

Soit Y le vecteur des observations :

$$Y = \begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ \cdot \\ \cdot \\ \cdot \\ y_N \end{bmatrix}$$

Introduisons la matrice colonne des coefficients B.

$$B = \begin{bmatrix} b_0 \\ b_1 \\ \cdot \\ \cdot \\ \cdot \\ b_k \end{bmatrix}$$

La matrice transposée de [X] est la suivante :

$$[X]^T = \begin{bmatrix} x_{01} & x_{02} & \dots & x_{0N} \\ x_{11} & x_{12} & \dots & x_{1N} \\ \cdot & \cdot & \dots & \cdot \\ \cdot & \cdot & \dots & \cdot \\ \cdot & \cdot & \dots & \cdot \\ x_{k1} & x_{k2} & \dots & x_{kN} \end{bmatrix}$$

Le système d'équations normales destiné à déterminer $b_0, b_1, b_2, \dots, b_K$ est le suivant :

$$b_0 \sum_{i=1}^N x_{0i}^2 + b_1 \sum_{i=1}^N x_{0i} x_{1i} + \dots + b_k \sum_{i=1}^N x_{0i} x_{ki} = \sum_{i=1}^N x_{0i} y_i$$

$$b_0 \sum_{i=1}^N x_{1i} x_{0i} + b_1 \sum_{i=1}^N x_{1i}^2 + \dots + b_k \sum_{i=1}^N x_{1i} x_{ki} = \sum_{i=1}^N x_{1i} y_i$$

.....

$$b_0 \sum_{i=1}^N x_{ki} x_{0i} + b_1 \sum_{i=1}^N x_{ki} x_{1i} + \dots + b_k \sum_{i=1}^N x_{ki}^2 = \sum_{i=1}^N x_{ki} y_i$$

On peut aussi l'écrire sous forme matricielle comme suit:

$$[X^T X] B = [X]^T Y$$

Avec :

$$[X^T \cdot X] = \begin{bmatrix} \sum x_{0i}^2 & \sum x_{0i} x_{1i} & \dots & \sum x_{0i} x_{ki} \\ \sum x_{1i} x_{0i} & \sum x_{1i}^2 & \dots & \sum x_{1i} x_{ki} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \sum x_{ki} x_{0i} & \sum x_{ki} x_{1i} & \dots & \sum x_{ki}^2 \end{bmatrix}$$

$$[X]^T Y = \begin{bmatrix} \sum x_{0i} y_i \\ \sum x_{1i} y_i \\ \dots \\ \dots \\ \sum x_{ki} y_i \end{bmatrix}$$

Le vecteur solution des coefficients B, s'obtient à partir du produit suivant :

$$B = [X^T \cdot X]^{-1} \cdot [X]^T \cdot Y$$

Où $[X^T \cdot X]^{-1}$ est la matrice inverse de la matrice $[X^T \cdot X]$

7. Analyse statistique

7.1. Vérification de la signification des coefficients

- Cas où chaque essai est répété m fois

On détermine la moyenne des résultats des essais parallèles:

$$\bar{y}_i = \frac{\sum_{u=1}^m y_{iu}}{m} \quad i = 1, 2, \dots, N$$

Puis les variances de sondage :

$$S_i^2 = \frac{\sum_{u=1}^m (y_{iu} - \bar{y}_i)^2}{m-1} \quad i = 1, 2, \dots, N$$

Avec :

m : le nombre de répétitions pour chaque essai.

N : le nombre d'expériences.

Si les variances de sondage sont homogènes, on calcule alors la variance de reproductibilité:

$$S_{\text{repr}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^N S_i^2}{N}$$

- Cas où l'essai au centre est répété n_0 fois

Dans ce cas, la variance des mesures (ou de reproductibilité) est estimée par celle calculée au centre du domaine expérimental :

$$S_{\text{rep}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n_0} (y_i - \bar{y}_0)^2}{n_0 - 1}$$

Avec :

$f = (n_0 - 1)$ degrés de liberté

\bar{y}_0 la moyenne sur les mesures au centre :

$$\bar{y}_0 = \frac{\sum_{i=1}^{n_0} y_i}{n_0}$$

Dans les deux cas, la variance de reproductibilité est indispensable pour estimer la signification des coefficients de l'équation de régression par le test de Student. Un coefficient

est dit significatif, s'il est, pour un risque donné, significativement différent de zéro. On testera donc l'hypothèse :

$$H_0 = \text{« } b_j = 0 \text{ »}.$$

contre l'hypothèse $H_1 = \text{« } b_j \neq 0 \text{ »}.$

Pour ce faire, on calcule le rapport :

$$t_j = \frac{|b_j|}{S_{bj}}$$

Où :

t_j suit une loi de student;

b_j le $j^{\text{ème}}$ coefficient de l'équation de régression ;

S_{bj} est l'écart quadratique moyen qui est défini dans le cas d'un modèle du premier degré par :

$$S_{bj} = \frac{S_{\text{rep}}}{\sqrt{N}}$$

Pour un niveau de signification α et un nombre de degrés de liberté $f (n_0 - 1)$, la table de Student relative à un test bilatéral permet d'accéder à la valeur de $t_\alpha (f = n_0 - 1)$.

Si :

- $t_j > t_\alpha (f)$, on rejette H_0 au risque accepté.
- $t_j < t_\alpha (f)$, on accepte H_0 au risque accepté.

Si l'hypothèse H_0 est acceptée, cela veut dire que le coefficient en question n'est pas significativement différent de zéro au risque α et donc que la variable qui lui est associée n'a pas d'influence sur la réponse.

7.2. Validation du modèle

Avant d'accepter le modèle postulé, nous devons vérifier l'absence de biais : Le modèle doit décrire correctement les variations de la réponse en fonction des facteurs.

a- Recherche de biais du modèle

Le test de Fisher Snedecor consiste à comparer la variance résiduelle $S_{\text{rés}}^2$

$$S_{\text{rés}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2}{N - \ell}$$

Avec :

$(N - \ell)$ le nombre de degrés de liberté (ℓ étant le nombre de coefficients significatifs)

à la variance de reproductibilité S_{rep}^2

$$S_{\text{rep}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n_0} (y_i - \bar{y}_0)^2}{n_0 - 1}$$

Si : $F = \frac{S_{\text{rés}}^2 / (\ell - 1)}{S_{\text{rep}}^2 / (n_0 - 1)} < F(0,95, N - \ell, n_0 - 1)$, alors la variance résiduelle peut être considérée comme

non significativement différente de la variance aléatoire au centre du domaine et nous concluons à l'absence de biais. Ce résultat signifie que la part des variations de y non expliquée par le modèle est aléatoire.

b- Test de signification de la régression

Lorsque le modèle est sans biais, nous pouvons effectuer le test de signification de la régression. La part des variations de y expliquée par la régression est-elle significativement plus grande que la part due aux variations aléatoires.

Pour répondre à cette question, il suffit de calculer le rapport suivant :

$$F = \frac{\sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2 / \ell - 1}{\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2 / N - \ell}$$

Avec :

$$\bar{y} = \frac{\sum_{i=1}^N y_i}{N}$$

Si F est supérieur à la valeur tabulée du test de Fisher $F_\alpha (f_1, f_2)$ pour le niveau de signification α et les nombres de degrés de liberté $f_1 = \ell - 1$ et $f_2 = N - \ell$, dans ce cas, les variables retenues pour la modélisation ont, dans leur ensemble, un effet significatif sur y et l'équation est adéquate.

c- Coefficient de détermination

Appelé aussi coefficient de corrélation, il est défini par :

$$R^2 = \frac{\text{variation due à la régression}}{\text{variation totale}}$$

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2}{\sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2}$$

Lorsque l'échantillon est d'étendue assez faible, il est nécessaire d'apporter une correction pour l'erreur systématique. L'estimation de la force de la liaison par le coefficient de corrélation multiple est d'autant plus exagérée que le nombre de degrés de liberté de l'échantillon $f = N - \ell$. La formule de correction est :

$$\bar{R}^2 = R^2 - (1 - R^2) \frac{\ell - 1}{N - \ell}$$

Où \bar{R}^2 est la valeur corrigée du coefficient de régression multiple. Plus le coefficient de détermination est proche de 1, plus le modèle est représentatif c'est-à-dire, meilleur.

d- Analyse des résidus

Un résidu est la différence entre la réponse mesurée et la réponse calculée. L'analyse des résidus consiste à porter ces derniers en fonction des réponses prédictes ou en fonction d'autres grandeurs. On peut ainsi détecter s'il existe une relation entre les résidus et la grandeur portée en abscisse. On doit arriver à des diagrammes ne laissant apparaître aucune relation ou tendance entre les grandeurs étudiées.

8. Plans factoriels complets à deux niveaux (2^k)

Ce sont les plus utilisés car les plus simples et les plus rapides à mettre en œuvre. Ils sont notés 2^k où le 2 correspond aux niveaux maximal et minimal qui délimitent le domaine d'étude d'un facteur et k est le nombre de facteurs étudiés. Pour un plan factoriel complet à k facteurs, il va donc falloir mener 2^k expériences. Le principe consiste alors à répartir, de façon optimale, les essais dans le domaine expérimental. Soit par exemple un plan factoriel complet à 3 facteurs noté 2^3 . Les points expérimentaux seront aux sommets d'un cube (figure 16) et la matrice des expériences sera un tableau traduisant l'emplacement de ces points en indiquant leurs trois coordonnées en variables centrées réduites.

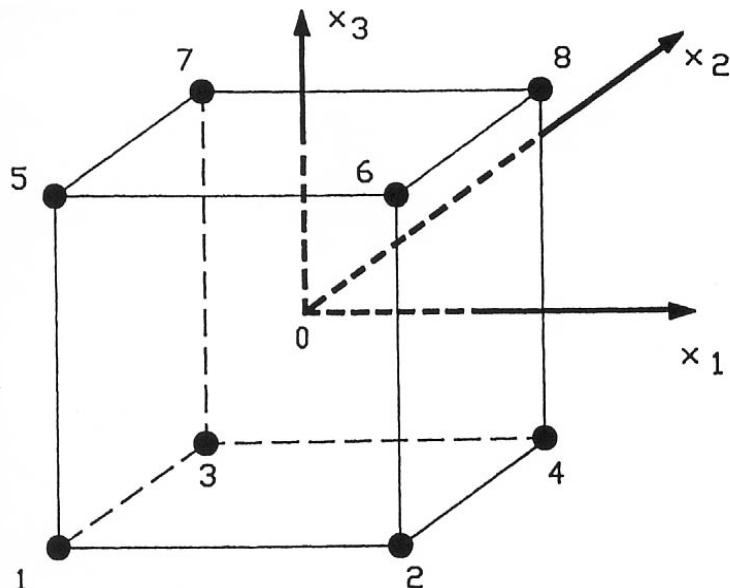


Figure 16 : Disposition des points expérimentaux d'un plan 2^3

8.1 Avantages des plans factoriels complets:

Les avantages des plans factoriels complets sont nombreux et nous n'en citerons que les principaux:

- Les plans factoriels sont faciles à construire;

- Comme chaque facteur ne prend que deux niveaux les essais sont faciles à contrôler et les risques d'erreurs sont minimisés;
- Le calcul des effets et des interactions est très simple et ne demande pas d'outils informatiques évolués;
- En les employant l'expérimentateur est sûr d'avoir la procédure expérimentale optimale puisque ces plans sont basés sur de matrices d'Hadamard et qu'il a été démontré que l'on ne pouvait pas faire mieux;
- L'interprétation des résultats est à la portée de tout expérimentateur et ne demande pas de connaissances approfondies en statistiques;
- La modélisation mathématique est immédiate;
- Les résultats obtenus avec un premier plan peuvent être utilisés en partie ou en totalité soit, pour explorer une autre zone du domaine expérimental soit, pour établir un modèle mathématique de degré plus élevé.

Le seul inconvénient de ces plans est qu'ils obligent rapidement à faire beaucoup d'essais. Par exemple, pour étudier simplement six facteurs il faut réaliser 64 expériences. Ce qui est prohibitif. Cela est d'autant plus regrettable que l'on s'aperçoit souvent, au moment de l'interprétation, que beaucoup d'essais ont été réalisés pour rien. En effet, de nombreuses interactions sont nulles et certains facteurs sont sans influence. C'est pour palier cet inconvénient que les plans factoriels fractionnaires ont été développés.

9. Les plans composites centrés

Le plan composite centré consiste à réaliser les essais d'un plan factoriel, complété par des expériences au centre du domaine d'étude et des essais en étoile. La figure 17 représente un plan composite pour deux facteurs. Les points A, B, C et D sont les points expérimentaux du plan factoriel $2^{k=2}$. Le point E est le point central. Ce point peut être répété une ou plusieurs fois. Les points axiaux F, G, H et I forment ce que l'on appelle le plan en étoile.

Le nombre total d'essais (N) à réaliser est la somme de :

- n_f essais d'un plan factoriel complet ;
- $2k$ essais en étoile sur les axes à une distance ϖ du centre du domaine ;
- n_0 essais au centre du domaine.

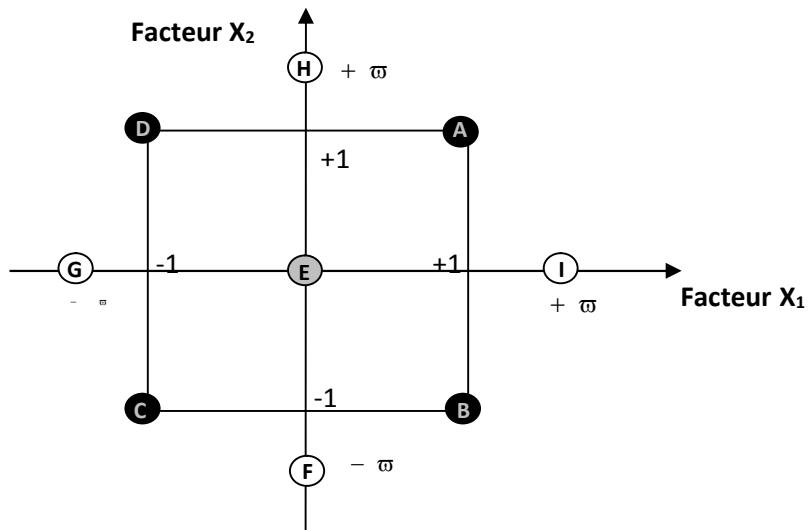


Figure 17: Plan composite à deux facteurs ($k = 2$).

9.1 Propriétés des plans composites

9.1.1 Modèle mathématique postulé

Le modèle mathématique construit à l'aide des plans composites est un polynôme du second degré avec interactions. On ne conserve, en général, que les interactions d'ordre deux. Ainsi pour deux facteurs ($k = 2$), l'équation de régression s'écrit :

$$y = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_{12} x_1 x_2 + b_{11} x_1^2 + b_{22} x_2^2 + \varepsilon$$

9.1.2 . La matrice de calcul

Pour un plan composite à deux facteurs, 12 expériences sont donc nécessaires pour déterminer les valeurs des 6 coefficients de l'équation du modèle. Ainsi, la matrice des essais [X] est la suivante:

$$X = \begin{bmatrix} 1 & - & - & + & + & + \\ 1 & + & - & - & + & + \\ 1 & - & + & - & + & + \\ 1 & + & + & + & + & + \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & - \varpi & 0 & 0 & + \varpi^2 & 0 \\ 1 & + \varpi & 0 & 0 & + \varpi^2 & 0 \\ 1 & 0 & - \varpi & 0 & 0 & + \varpi^2 \\ 1 & 0 & + \varpi & 0 & 0 & + \varpi^2 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

Matrice des essais

Comme la matrice [X] n'est pas orthogonale, la matrice de dispersion $[X^T.X]^{-1}$ n'est plus diagonale. Les variances des coefficients du modèle sont obtenues en multipliant les éléments C_{jj} de la diagonale de cette matrice de dispersion par la variance de reproductibilité:

$$S_{bj}^2 = C_{jj} \cdot S_{rep}^2$$

Le vecteur solution se calcule de la même manière que pour le plan factoriel à l'aide de l'équation suivante :

$$\mathbf{B} = \left[X^T \cdot X \right]^{-1} \cdot [X]^T \cdot Y$$

Les valeurs du paramètre ϖ et du nombre n_0 de points au centre sont fonction du nombre de facteurs « k », du plan factoriel de base et du critère d'optimalité rempli par le plan.

9.2. Critères d'optimalité

Pour un type de modèle donné, on cherchera le placement « optimal » des points d'expériences pour lequel l'erreur sur les réponses prédictes est la plus faible possible.

9.2.1 Critère d'isovariance par rotation

Si l'on veut que le plan composite satisfasse ce critère, il faut placer les points en étoile à une distance « ϖ » égale à la racine quatrième du nombre de points du plan factoriel. Dans la littérature anglo-saxonne, on parle de critère de rotatabilité « ϖ » est calculé en utilisant la relation suivante :

$$\varpi = n_f^{1/4}$$

9.2.2 Critère de presque orthogonalité

Rappelons que le critère d'orthogonalité est respecté si la matrice $[X^T \cdot X]^{-1}$ est diagonale. Dans le cas des plans composites centrés, la sous matrice obtenue en éliminant la première ligne et la première colonne correspondants aux termes constants et aux termes carrés de la matrice $[X^T \cdot X]^{-1}$ est diagonale si ϖ choisi satisfait la condition suivante :

$$\varpi = \left(\frac{n_f (\sqrt{N} - \sqrt{n_f})^2}{4} \right)^{1/4}$$

La matrice de dispersion correspondante $[X^T \cdot X]^{-1}$ est presque orthogonale et donc le critère de presque orthogonalité est assuré.

9.2.3 Critère de précision uniforme

Elle est obtenue quand la variance de la réponse prédictée est constante à l'intérieur du domaine. Son intérêt est d'assurer une même précision de réponse prédictée sur tout le domaine. Le tableau 8 regroupe les valeurs de ϖ et de n_0 en fonction des différents critères d'optimalité.

Tableau 8 : Valeurs de ϖ et de n_0 selon les propriétés recherchées pour le plan composite

k	2	3	4	5	$2^{(5-1)}$	6	$2^{(6-1)}$
N_f	2^k (ou 2^{k-p})	4	8	16	32	16	64
N_e		4	6	8	10	10	12
	isovariant par rotation	≥ 1	≥ 1	≥ 1	≥ 1	≥ 1	≥ 1
n_0	précision uniforme	5	6	7	10	6	15
	orthogonalité	8	12	12	17	10	24
ϖ		1.41	1.68	2	2.38	2.00	2.83
							2.38

N_f : Nombre d'essais du plan factoriel

N_e : Nombre d'essais en étoiles

N_0 : Nombre d'essais au centre du domaine

k: Nombre de facteurs

10. Optimisation

L'optimisation consiste à atteindre les spécifications imposées et ce, de façon optimale, en suivant les variables qui correspondent aux paramètres opératoires du système étudié. Quand un modèle mathématique est construit pour décrire un phénomène, il peut être utilisé pour prédire les réponses dans le domaine d'étude ou pour trouver les conditions expérimentales qui conduisent à la réponse optimale. Ce n'est qu'après une analyse minutieuse des phénomènes, des enjeux, des objectifs et des contraintes de l'étude, que l'on peut définir la ou les bonnes réponses.

10.1 Notion de surface de réponse

Les niveaux x_i représentent les coordonnées d'un point expérimental et y est la valeur de la réponse en ce point. On définit un axe orthogonal à l'espace expérimental et on l'attribue à la réponse. La représentation géométrique du plan d'expériences et de la réponse nécessite un espace ayant une dimension de plus que l'espace expérimental. Un plan à deux facteurs utilise un espace à trois dimensions pour être représenté : une dimension pour la réponse, deux dimensions pour les facteurs. A chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. A l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspondent un ensemble de réponses qui se localisent sur une surface appelée la surface de réponses (Figure 18). Le nombre et l'emplacement des points d'expériences est le problème fondamental des plans d'expériences. On cherche à obtenir la meilleure précision possible sur la surface de réponse tout en limitant le nombre d'expériences.

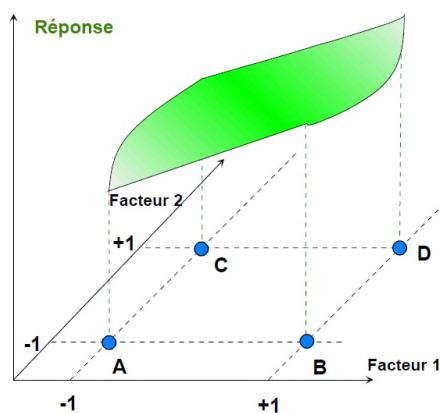


Figure 18 : Les réponses associées aux points du domaine d'étude forment la surface de réponse. Les quelques réponses mesurées aux points du plan d'expériences permettent de calculer l'équation de la surface de réponses.

10.2. Tracé des isoréponses ou surfaces de réponses

Les isoréponses représentent l'ensemble des points tels que $\hat{y}=f(x_1, x_2, \dots, x_k) = \text{constante}$. Ce sont des courbes de niveaux de la surface de réponse qui n'est qu'une représentation géométrique en trois dimensions du modèle trouvé.

Pour $k=2$, les isoréponses dans le plan x_1, x_2 , sont des droites parallèles si le modèle est du premier degré et des ellipses ou des hyperboles si le modèle est du second degré.

La connaissance des isoréponses, permet de trouver les conditions optimales dans le domaine d'étude. Elles sont particulièrement utiles pour déterminer la région du domaine expérimental où la réponse satisfait une certaine spécification.

Nous avons vu dans ce chapitre comment on modélise une réponse par la méthode de planification des expériences en construisant des modèles polynomiaux traduisant d'une manière fiable la relation entre les grandeurs d'entrée et de sortie du système considéré avec un minimum d'essais.

Etude d'un plan factoriel complet à deux niveaux et 4 paramètres

Application au procédé de cémentation de l'argent sur le fer

On s'intéresse à la modélisation et l'optimisation du procédé de cémentation de l'argent sur le fer. Plusieurs facteurs entrent en jeu alors ; les paramètres suivants sont maintenus constants tout le long des essais : la durée de l'expérience est de 30 min, le volume de la solution électrolytique est de 5 L et la température de la solution électrolytique est de 35 °C.

Les paramètres opératoires étudiés, leurs domaines de variation ainsi que la matrice d'expériences sont présentés dans les tableaux 1, 2 et 3 :

Tableau 1 : Les valeurs des paramètres opératoires à différents niveaux.

Variables réelles	Variables centrées réduites	Point central	Niveaux hauts	
		-1	0	1
Z ₁ : [Ag ⁺] ₀ (mg/L)	x ₁	32,500	55,000	77,500
Z ₂ : Qv (L/min)	x ₂	2,382	3,405	4,427
Z ₃ : pH	x ₃	2	3	4
Z ₄ : Masse initiale du Fe (g)	x ₄	20	30	40

La procédure consiste à :

- 1) Elaborer le modèle de premier degré à l'aide d'Excel (voir l'annexe) ?
- 2) Evaluer la qualité de ce modèle par le calcul :

- Du coefficient de détermination (R^2 et R^2 corrigé) ;
- De la moyenne des résidus ainsi que le diagramme des résidus.

Plans d'expériences

Table 2: Matrice du plan factoriel 2^4

N° Essais	Variable réelles												Variable codées												Réponse y
	Z ₁	Z ₂	Z ₃	Z ₄	x ₀	x ₁	x ₂	x ₃	x ₄	x ₁ x ₂	x ₁ x ₃	x ₁ x ₄	x ₂ x ₃	x ₂ x ₄	x ₃ x ₄	x ₁ x ₂ x ₃	x ₁ x ₂ x ₄	x ₁ x ₃ x ₄	x ₂ x ₃ x ₄	x ₁ x ₂ x ₃ x ₄					
1	32.5	2.382	2	20	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	74.28		
2	32.5	2.382	2	40	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	1	-1	-1	-1	1	1	1	1	-1	1	88.55		
3	32.5	2.382	4	20	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	72.10		
4	32.5	2.382	4	40	1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1	1	89.47		
5	32.5	4.427	2	20	1	-1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	1	-1	1	-1	1	80.78		
6	32.5	4.427	2	40	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	93.46		
7	32.5	4.427	4	20	1	-1	1	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	1	81.63		
8	32.5	4.427	4	40	1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	1	97.01		
9	77.5	2.382	2	20	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	1	-1	-1	1	82.87		
10	77.5	2.382	2	40	1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	1	96.06		
11	77.5	2.382	4	20	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	1	82.62		
12	77.5	2.382	4	40	1	1	-1	1	1	-1	1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	1	-1	-1	92.78		
13	77.5	4.427	2	20	1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	1	1	1	95.00		
14	77.5	4.427	2	40	1	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	-1	-1	98.37		
15	77.5	4.427	4	20	1	1	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	94.90		
16	77.5	4.427	4	40	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	98.76		

Table 3: Matrice des essais au centre du domaine

N° Essais	Variables réelles				Variables codées				y(%)	
	Z ₁	Z ₂	Z ₃	Z ₄	x ₀	x ₁	x ₂	x ₃		
1	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	91.22
2	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	88.59
3	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	90.78
4	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	89.93
5	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	87.63
6	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	92.02
7	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	92.46
8	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	92.828
9	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	90.90
10	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	91.55
11	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	91.14
12	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	92.53

Le rendement moyen : $\bar{y}_0 = 90.965 \%$

Solution:

Elaboration du modèle de premier degré

Le modèle mathématique postulé s'écrit dans ce cas sous la forme suivante :

$$\hat{y} = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_4x_4 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{14}x_1x_4 + b_{23}x_2x_3 + b_{24}x_2x_4 + b_{34}x_3x_4 + b_{123}x_1x_2x_3 + b_{124}x_1x_2x_4 + b_{134}x_1x_3x_4 + b_{234}x_2x_3x_4 + b_{1234}x_1x_2x_3x_4$$

Avec :

\hat{y} : La réponse estimée par ce modèle ;

x_1, \dots, x_4 : Variables centrées réduites ;

Les 16 coefficients sont:

b_0 : La valeur moyenne de la réponse ;

b_1, \dots, b_4 : Les effets linéaires ;

$b_{12}, b_{13}, b_{14}, b_{23}, b_{24}, b_{34}$: Les effets d'interaction double ;

$b_{123}, b_{124}, b_{134}, b_{234}$: Les effets d'interaction triple ;

b_{1234} : L'effet d'interaction quadruple.

Calcul des coefficients du modèle

Les coefficients du modèle sont donnés par le produit matriciel :

$$B = [X^T X]^{-1} X^T Y$$

Avec:

B: Vecteur des coefficients

X: Matrice des essais

X^T: Transposée de la matrice X

Y: Vecteur des observations

Les valeurs des coefficients de l'équation de régression sont données ci-après

Terme constant		Effets linéaires								
b₀	b₁	b₂	b₃	b₄						
88.665	4.005	3.824	-0.006	5.642						
<hr/>										
Effets d'interactions										
b₁₂	b₁₃	b₁₄	b₂₃	b₂₄	b₃₄	b₁₂₃	b₁₂₄	b₁₃₄	b₂₃₄	b₁₂₃₄
0.264	-0.399	-1.820	0.592	-1.231	0.204	-0.115	-0.784	-0.521	0.195	0.245
<hr/>										

Analyse statistique de l'équation de régression

- Vérification de la signification des coefficients**

La signification des coefficients est vérifiée par le test de student. Pour ce faire, on calcule les valeurs de t_j à partir de la relation :

$$t_j = \frac{|b_j|}{S_{bj}}$$

Avec :

S_{bj} : Écart quadratique moyen.

$$S_{bj} = \frac{S_{rep}}{\sqrt{N}}$$

- La variance de reproductibilité est estimée par celle calculée au centre du domaine expérimental. Elle est donnée par :

$$S_{\text{rep}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n_0} (y_i - \bar{y}_0)^2}{n_0 - 1}$$

y_i : Valeur du rendement de cémentation de l'essai i.

\bar{y}_0 : Moyenne des 12 essais au centre ; $\bar{y}_0 = 90,965 \%$.

On obtient :

- ✓ une variance de reproductibilité :

$$S_{\text{rep}}^2 = 2.507$$

- ✓ un écart quadratique de :

$$S_{\text{bj}} = \frac{S_{\text{rep}}}{\sqrt{N}} = 0.396$$

Les valeurs des t_j sont rassemblées dans le tableau 4

Tableau 4

Terme constant		Effets linéaires											
t_0	t_1	t_2	t_3	t_4	Effets d'interactions								
223.987	10.117	9.660	0.016	14.254									
<hr/>													
t_{12}	t_{13}	t_{14}	t_{23}	t_{24}	t_{34}	t_{123}	t_{124}	t_{134}	t_{234}	t_{1234}			
0.666	1.007	4.598	1.497	3.111	0.515	0.291	1.980	1.317	0.493	0.619			

En utilisant la table de Student relative à un test bilatéral (Tableau 3), on lit la valeur de $t_\alpha(f)$ pour le niveau de signification $\alpha = 0,05$ et le nombre de degrés de liberté $f = n_0 - 1 = 11$, soit $t_{0,05}(11) = 2,201$. Comme les valeurs de t_3 , t_{12} , t_{13} , t_{23} , t_{34} , t_{123} , t_{124} , t_{134} , t_{234} et t_{1234} sont inférieures à la valeur tabulée du test de student, alors les coefficients correspondants ne sont pas significatifs.

- **Recherche de biais**

La recherche du biais peut se faire à l'aide du test de Fisher Snedecor, en comparant la variance résiduelle à la variance de reproductibilité.

$$F = \frac{S_{\text{rés}}^2}{S_{\text{rep}}^2}$$

Où la variance de reproductibilité est donnée par :

$$S_{\text{rep}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n_0} (y_i - \bar{y}_0)^2}{n_0 - 1} = 2.507$$

et la variance résiduelle pour $(N - \ell)$ degrés de liberté est donnée par :

$$S_{\text{rés}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2}{N - \ell} = 2.589$$

\hat{y} : Valeur du rendement de cémentation calculée à partir du modèle pour $N = 16$, $\ell = 6$ (ℓ est le nombre de coefficients significatifs).

La valeur calculée de F est:

$$F = \frac{2,589}{2,507} = 1.033$$

La valeur tabulée du test de Fisher $F_{0,95}(N - \ell, n_0 - 1) = F_{0.95}(10, 11)$ est égale à 2.85.

Comme la valeur calculée est inférieure à celle tabulée, le modèle est alors sans biais.

- **Test de signification de la régression**

Le modèle étant sans biais, nous pouvons donc vérifier la signification de la régression à l'aide du test de Fisher:

$$F = \frac{\sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2 / \ell - 1}{\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2 / N - \ell} = 83.202$$

$$\text{Avec : } \bar{y} = \frac{\sum_{i=1}^N y_i}{N}$$

D'après la table de Fisher, $F_{0.95}(\ell-1, N-\ell) = F_{0.95}(5, 10)$ est égale à 3,33. Cette dernière valeur étant inférieure à celle calculée, l'équation de régression peut être considérée comme adéquate et le modèle est valide à 95%. L'équation du modèle s'écrit alors :

$$\hat{y} = 88.665 + 4.005x_1 + 3.824x_2 + 5.642x_4 - 1.820x_{14} - 1.231x_{24}$$

- **Calcul des coefficients de détermination**

La valeur du coefficient de détermination est égale à :

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2}{\sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2} = 0.976$$

et celle du coefficient est :

$$\bar{R}^2 = R^2 - (1 - R^2) \frac{\ell - 1}{N - \ell} = 0.965$$

Ces valeurs nous permettent d'affirmer que le modèle choisi est adéquat.

- **Validation du modèle par le point au centre**

On compare la valeur du rendement de cémentation calculé à partir du modèle au centre du domaine d'étude $\hat{y} (0, 0, 0, 0) = 88.665 \%$ à la moyenne des 12 expériences au centre, soit $\bar{y}_0 = 90.965 \%$. L'écart absolu entre ces deux valeurs étant de l'ordre de 2.3 % donc inférieur à 5 %, ceci confirme parallèlement aux tests statistiques de validation précédent, que le modèle linéaire du 1^{er} degré, simule bien le procédé de cémentation pour le niveau de signification choisi.

- **Analyse des résidus**

- Calcul de la moyenne des résidus**

$$\text{Moy r\'esidus} = \frac{\sum e_i}{N} = 6.25 10^{-5} \%$$

La valeur moyenne des résidus est de l'ordre $6,25 \cdot 10^{-5} \%$

Avec :

$e_i = (y_i - \hat{y}_i)$: résidus

N : nombre d'essais

D'après la valeur moyenne des résidus et le diagramme des résidus (Figure 1), nous constatons que toutes les informations sur la réponse étudiée sont expliquées par le modèle.

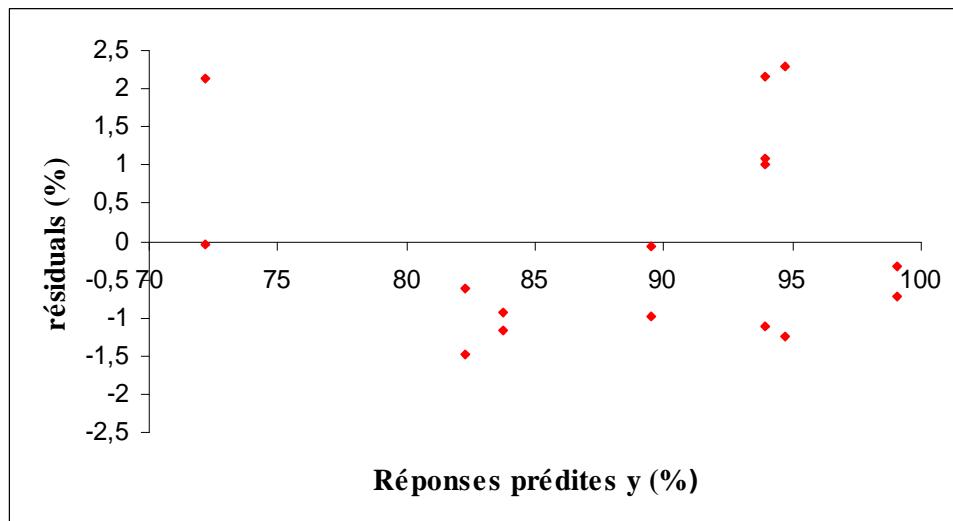


Figure 1 : Diagramme des résidus

- **Analyse du Modèle**

L'analyse du modèle établi précédemment nous indique que les paramètres les plus influents sur la réaction de cémentation sont :

- ✓ La masse initiale du métal sacrificiel avec un effet de +5,642 ;
- ✓ la masse initiale en ions Ag^+ avec un effet de + 4,005 ;
- ✓ Le débit d'écoulement de la solution électrolytique avec un effet de + 3,824
- ✓ Le pH a un effet non significatif comparé aux autres paramètres.

L'analyse des interactions d'après les figures 2 et 3, nous a permis de conclure que les deux interactions, à savoir : la concentration initiale en ions $\text{Ag}^+(x_1)$ -masse initiale en métal sacrificiel(x_4) et celle entre débit d'écoulement (x_2)-masse initiale en métal sacrificiel(x_4) sont faibles.

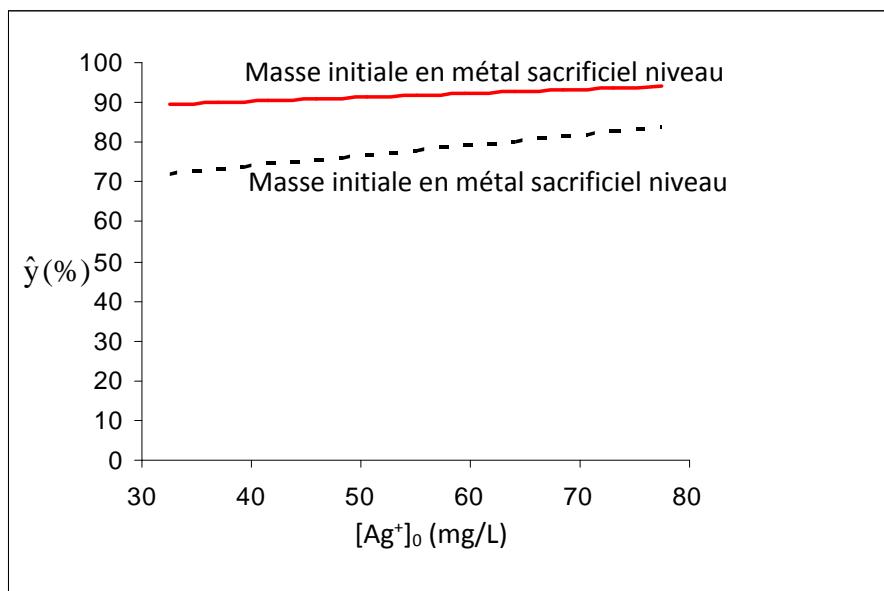


Figure 2 : Interaction entre $[\text{Ag}^+]_0$ et la masse initiale en métal sacrificiel

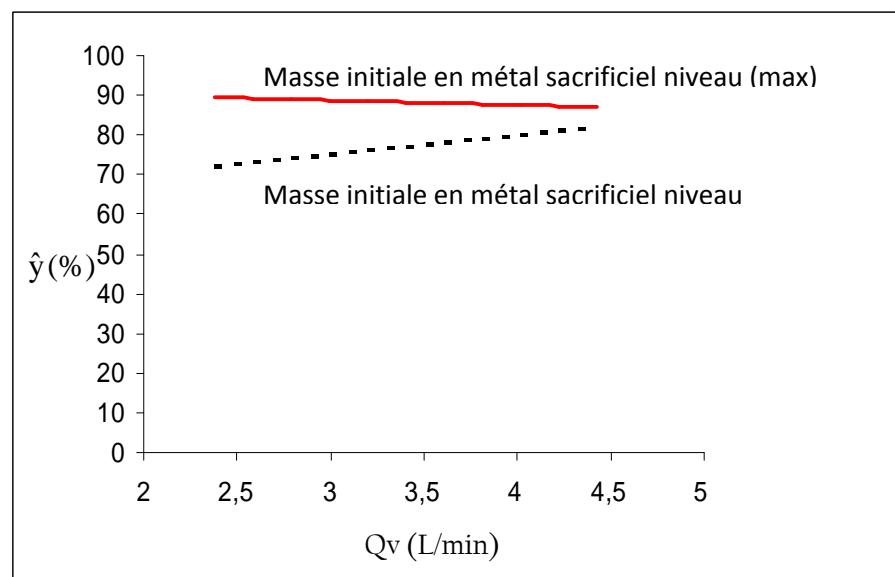


Figure 3 : Interaction entre le débit (Q_v) et la masse initiale en métal sacrificiel.

Etude d'un plan composite centré à 4 paramètres

Application au procédé de cémentation de l'argent sur le fer

Le plan composite centré nécessite pour sa construction la réalisation des essais du plan factoriel complet à deux niveaux, les essais au centre du domaine d'étude, et enfin les essais en étoiles. Le domaine de variation des paramètres opératoires dans le cas de ce plan est :

Tableau 1 : Domaine de variation des paramètres opératoires

Variables réelles	Variables centrées réduites	Niveaux bas		Point central	Niveaux hauts	
		-2	-1	0	1	2
Z ₁ :[Ag ⁺] ₀ (mg/L)	x ₁	10	32,500	55,000	77,500	100
Z ₂ : Qv (L/min)	x ₂	1,360	2,382	3,405	4,427	5,450
Z ₃ : pH	x ₃	1	2	3	4	5
Z ₄ : Masse initiale du Fe (g)	x ₄	10	20	30	40	50

Pour élaborer le modèle de second degré, on conserve les résultats des seize essais du plan factoriel complet avec interactions (tableau 2) ainsi que les douze essais effectués au centre du domaine d'étude (tableau 3) et on réalise les huit expériences complémentaires du plan en étoiles (tableau 4) à l'aide d'Excel (voir l'annexe)

Plans d'expériences

Table 2: Matrice du plan factoriel 2⁴

N° Essais	Variable réelles												Variable codées								Réponse y
	Z ₁	Z ₂	Z ₃	Z ₄	x ₀	x ₁	x ₂	x ₃	x ₄	x ₁ x ₂	x ₁ x ₃	x ₁ x ₄	x ₂ x ₃	x ₂ x ₄	x ₃ x ₄	x ₁ ²	x ₂ ²	x ₃ ²	x ₄ ²		
1	32.5	2.382	2	20	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	74.28	
2	32.5	2.382	2	40	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	1	-1	-1	1	1	1	1	88.55	
3	32.5	2.382	4	20	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	72.10	
4	32.5	2.382	4	40	1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	89.47	
5	32.5	4.427	2	20	1	-1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	1	1	80.78	
6	32.5	4.427	2	40	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	1	1	93.46	
7	32.5	4.427	4	20	1	-1	1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	1	81.63	
8	32.5	4.427	4	40	1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	1	97.01	
9	77.5	2.382	2	20	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	1	82.87	
10	77.5	2.382	2	40	1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	1	1	96.06	
11	77.5	2.382	4	20	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	1	1	82.62	
12	77.5	2.382	4	40	1	1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	1	1	92.78	
13	77.5	4.427	2	20	1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	95.00	
14	77.5	4.427	2	40	1	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	98.37	
15	77.5	4.427	4	20	1	1	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	1	1	1	94.90	
16	77.5	4.427	4	40	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	98.76	

Plans d'expériences

Table 3: Matrice des essais au centre du domaine

N° Essais	Variable réelles												Variable codées						Réponse	
	Z ₁	Z ₂	Z ₃	Z ₄	x ₀	x ₁	x ₂	x ₃	x ₄	x ₁ x ₂	x ₁ x ₃	x ₁ x ₄	x ₂ x ₃	x ₂ x ₄	x ₃ x ₄	x ₁ ²	x ₂ ²	x ₃ ²	x ₄ ²	y
1	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	91.22
2	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	88.59
3	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	90.78
4	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	89.93
5	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	87.63
6	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	92.02
7	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	92.46
8	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	92.828
9	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	90.90
10	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	91.55
11	55	3.405	3	30	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	91.14
12	77.5	3.405	3	30	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	92.53

Plans d'expériences

Table 4: Matrice des essais en étoiles

N° Essais	Variable réelles								Variable codées								Réponse			
	Z ₁	Z ₂	Z ₃	Z ₄	X ₀	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₁ X ₂	X ₁ X ₃	X ₁ X ₄	X ₂ X ₃	X ₂ X ₄	X ₃ X ₄	X ₁ ²	X ₂ ²	X ₃ ²	X ₄ ²	y
1	10	3.405	3	30	1	-2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	4	0	0	0	83.59
2	100	3.405	3	30	1	+2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	4	0	0	0	96.00
3	55	1.36	3	30	1	0	-2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	4	0	0	76.10
4	55	5.45	3	30	1	0	+2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	4	0	0	95.81
5	55	3.405	1	30	1	0	0	-2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	4	0	81.93
6	55	3.405	5	30	1	0	0	+2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	4	0	91.32
7	55	3.405	3	10	1	0	0	0	-2	0	0	0	0	0	0	0	0	4	0	67.40
8	55	3.405	3	50	1	0	0	0	+2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	4	96.07

L'équation du modèle de second degré avec interactions pour quatre paramètres opératoires s'écrit :

$$\hat{y} = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_4x_4 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{14}x_1x_4 + b_{23}x_2x_3 + b_{24}x_2x_4 + b_{34}x_3x_4 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{33}x_3^2 + b_{44}x_4^2$$

Calcul des coefficients du modèle

L'estimation des coefficients de l'équation de régression se fait par le calcul du produit matriciel ci-dessous et les résultats de ce calcul sont rassemblés dans le tableau 6.

$$B = [X^T \cdot X]^{-1} \cdot [X]^T \cdot Y$$

Tableau 5 : matrice de dispersion $[X^T \cdot X]^{-1}$

0.083	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0.02	-0.02	-0.02	-0.02
0	0.042	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0.042	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0.042	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0.042	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0.063	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0.063	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0.063	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0.063	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.063	0	0	0	0	0
-0.02	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.031	0	0	0	0
-0.02	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.031	0	0	0
-0.02	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.031	0	0
-0.02	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.031

Tableau 6 : Valeurs des coefficients du modèle

Terme constant		Effets linéaires				
b_0	b_1	b_2	b_3	b_4		
90.965	3.704	4.192	0.778	6.151		
Effets d'interactions et quadratiques						
b_{12}	b_{13}	b_{14}	b_{23}	b_{24}	b_{34}	b_{11}
0.264	-0.399	-1.820	0.592	-1.231	0.204	0.147
						b_{22}
						b_{33}
						b_{44}
						-0.645
						-1.868

Analyse statistique de l'équation de régression Vérification de la signification des coefficients

La valeur de la variance de reproductibilité S_{ref}^2 est la même que celle calculée pour le plan factoriel complet à deux niveaux ($S_{rep}^2 = 2,50$). Pour déterminer la variance des coefficients du modèle, il suffit de multiplier les éléments C_{jj} de la diagonale de la matrice de dispersion $[X^T \cdot X]^{-1}$ (tableau 5) par cette variance : $S_{bj}^2 = C_{jj} \cdot S_{rep}^2$

Les valeurs de t_j du test de Student sont rassemblées dans le tableau (7) suivant :

Pour le niveau de signification $\alpha = 0,05$ et le nombre de degrés de liberté $f = (n_0 - 1) = 11$, la valeur tabulée du test de Student $t_\alpha(f)$ est égale à 2,201. Comme les valeurs de t_{12} , t_{13} , t_{23} , t_{34} et t_{11} sont inférieures à $t_\alpha(f)$, les coefficients b_{12} , b_{13} , b_{23} , b_{34} et b_{11} sont donc non significatifs et par conséquent éliminés de l'équation de régression.

La valeur de la variance de reproductibilité S_{ref}^2 est la même que celle calculée pour le plan factoriel complet à deux niveaux ($S_{rep}^2 = 2,50$). Pour déterminer la variance des coefficients du modèle, il suffit de multiplier les éléments C_{jj} de la diagonale de la matrice de dispersion $[X^T \cdot X]^{-1}$ (tableau 5) par cette variance : $S_{bj}^2 = C_{jj} \cdot S_{rep}^2$

Les valeurs de t_j du test de Student sont rassemblées dans le tableau (7) suivant :

Tableau 7 : Valeurs de t_j correspondants aux différents coefficients du modèle

Terme constant		Effets linéaires				
t_0	t_1	t_2	t_3	t_4		
199.011	11.460	12.970	2.407	19.031		
Effets d'interactions						
t_{12}	t_{13}	t_{14}	t_{23}	t_{24}	t_{34}	t_{11}
0.667	1.008	4.598	1.495	3.110	0.515	0.525
						2.904
						2.304
						6.674

Pour le niveau de signification $\alpha = 0,05$ et le nombre de degrés de liberté $f = (n_0 - 1) = 11$, la valeur tabulée du test de Student $t_a(f)$ est égale à 2,201. Comme les valeurs de t_{12} , t_{13} , t_{23} , t_{34} et t_{11} sont inférieures à $t_a(f)$, les coefficients b_{12} , b_{13} , b_{23} , b_{34} et b_{11} sont donc non significatifs et par conséquent éliminés de l'équation de régression.

a) Test de validation de l'équation de régression

➤ Recherche de biais

La valeur de la variance résiduelle calculée pour $N = 36$ et $\ell = 10$ est :

$$S_{\text{rés}}^2 = 5.554$$

Ce qui conduit à une valeur de F de :

$$F = \frac{5,554}{2,507} = 2.215$$

La valeur tabulée du test de Fisher Snedecor pour le niveau de signification $\alpha = 0.05$ et les nombres de degrés de liberté $(N - \ell) = 26$ et $(n_0 - 1) = 11$ varie entre 2.57 et 2,61. Cet intervalle étant supérieur à la valeur calculée, le modèle est alors considéré sans biais.

➤ Test de signification de la régression

Pour le niveau de signification $\alpha = 0.05$ et les nombres de degrés de liberté $(\ell - 1) = 9$ et $(N - \ell) = 26$, les valeurs du test de Fisher calculée et tabulée sont respectivement 98.45 et 2.27.

La valeur de F calculée étant supérieure à celle tabulée, l'équation de régression est adéquate et le modèle est valide à 95%. L'équation retenue pour le modèle s'écrit donc:

$$\hat{y} = 90.965 + 3.704 x_1 + 4.192 x_2 + 0.778 x_3 + 6.151 x_4 - 1.820 x_{14} - 1.231 x_{24} - 0.813 x_2^2 - 0.645 x_3^2 - 1.868 x_4^2$$

➤ **Validation du modèle par le point au centre**

La valeur du rendement de cémentation donnée par le modèle au centre du domaine d'étude est $\hat{y} = 90.965 \%$ et celle des résultats des 12 essais au centre est $\bar{y}_0 = 90.965\%$, ce résultat indique que le modèle obtenu est adéquat et simule parfaitement l'expérience.

b) Calcul du coefficient de détermination

La valeur du coefficient de détermination est égale à :

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2}{\sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2} = 0.929$$

et celle du coefficient corrigé à :

Ces valeurs nous permettent d'affirmer que le modèle choisi est adéquat.

c) Analyse des résidus

L'évaluation de la qualité du modèle du second degré peut être faite par une analyse des résidus (voir Tableau 8 ci-dessous et figure 1).

Tableau 8 : Calcul des résidus

N° essai	y(%)	\hat{y} (%)	Résidu e_i
1	74.280	69.763	4.517
2	88.550	88.167	0.383
3	72.100	71.319	0.781
4	89.470	89.723	-0.253
5	80.780	80.,609	0.171
6	93.460	94.089	1.365
7	81.630	82.165	4.125
8	97.010	95.645	3.343
9	82.870	80.811	0.590
10	96.060	91.935	1.687
11	82.620	82.367	-0.653
12	92.780	93.491	0.255
13	95.000	91.657	-2.375
14	98.370	97.857	-0.185
15	94.900	93.213	-1.035
16	98.760	99.413	-3.335
17	91.220	90.965	1.055
18	88.590	90.965	1.495
19	90.780	90.965	1.863
20	89.930	90.965	-0.065
21	87.630	90.965	0.585
22	92.020	90.965	0.175
23	92.460	90.965	1.565
24	92.828	90.965	0.033
25	90.900	90.965	-2.373
26	91.550	90.965	-3.229
27	91.140	90.965	-0.287
28	92.530	90.965	-4.899
29	83.590	83.557	1.791
30	96.000	98.373	-3.791
31	76.100	79.329	0.275
32	95.810	96.097	-0.629
33	81.930	86.829	-0.535
34	91.320	89.941	2.059
35	67.400	71.191	0.253
36	96.070	95.795	-0.711

➤ **Calcul de la moyenne des résidus**

$$\text{Moy résidus} = \frac{\sum e_i}{N} = 0.11\%$$

La valeur moyenne des résidus est de l'ordre 0.11 % elle est proche de 0

Avec :

e_i : résidus

N : nombre d'essais

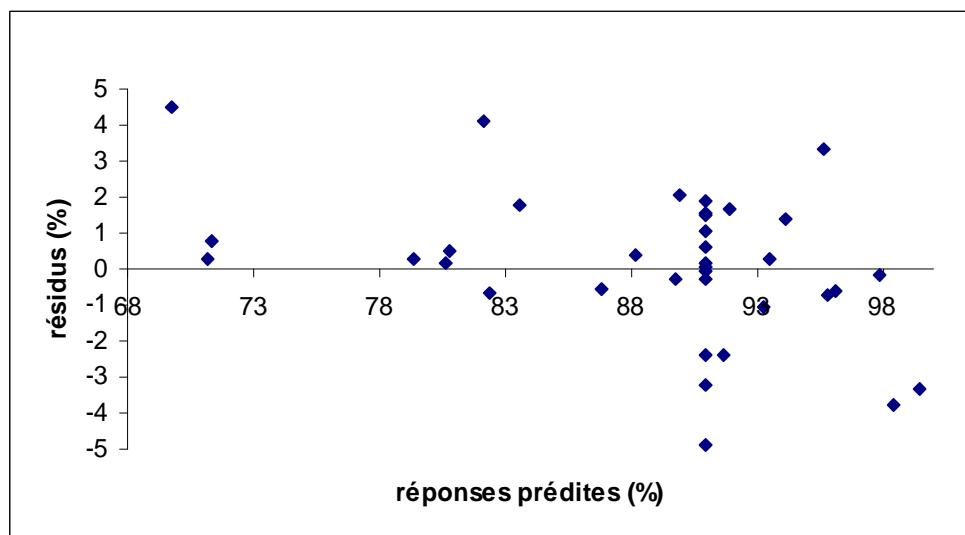


Figure 1: Diagramme des résidus

Le diagramme ci-dessus ne laisse apparaître aucune relation entre les valeurs prédictes et les résidus, car les points semblent disposés aléatoirement. Ce résultat traduit l'absence d'informations dans les résidus donc toute l'information est expliquée par le modèle de régression choisi.

En conclusion, le modèle de second degré obtenu simule parfaitement le procédé de cémentation il sera donc exploité pour l'optimisation du rendement de ce procédé.

Optimisation du procédé de cémentation de l'Argent sur le Fer

Cette partie a pour but de déterminer analytiquement les valeurs optimales des paramètres opératoires ayant une influence sur le procédé de cémentation. A cet effet, le modèle de second degré obtenu dans l'étude d'un plan composite centré à 4 paramètres - Application au procédé de cémentation de l'argent sur le fer sera utilisé.

A partir du modèle précédemment établi (plan de 2^{ème} degré), la recherche du point optimum peut se faire soit :

- par la résolution de l'équation du modèle
- par le tracé des courbes iso-reponses et surfaces de réponses.

• Résolution de l'équation du modèle

A partir de l'équation ci-dessous :

$$\hat{y} = 90,965 + 3,704 x_1 + 4,192 x_2 + 0,778 x_3 + 6,151 x_4 - 1,820 x_{14} - 1,231 x_{24} \\ - 0,813 x_2^2 - 0,645 x_3^2 - 1,868 x_4^2$$

Nous pouvons calculer les valeurs optimales des paramètres opératoires conduisant au rendement maximal de la réaction de cémentation. Il suffit pour cela, de résoudre le système d'équations obtenues en dérivant la variable prédictive par rapport à chacun des paramètres x_1 , x_2 , x_3 et x_4 :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial \hat{y}}{\partial x_1} = 3.704 - 1.82 x_4 = 0 \\ \frac{\partial \hat{y}}{\partial x_2} = 4.192 - 1.231 x_4 - 1.626 x_2 = 0 \\ \frac{\partial \hat{y}}{\partial x_3} = 0.778 - 1.29 x_3 = 0 \\ \frac{\partial \hat{y}}{\partial x_4} = 6.151 - 1.82 x_1 - 1.231 x_2 - 3.736 = 0 \end{array} \right.$$

La résolution de ce système d'équations conduit à :

$$\begin{cases} x_1 = -1.500 \\ x_2 = 1 \\ x_3 = 0.600 \\ x_4 = 2 \end{cases}$$

Ces variables codées X_1 , X_2 , X_3 , X_4 correspondent respectivement aux variable réelles $[Ag^+]_0 = 21,25 \text{ mg/L}$, $Qv = 4,43 \text{ L/min}$, $pH=3,6$ et une masse initiale en métal sacrificiel $Fe = 50 \text{ g}$. Le rendement théorique obtenu en ce point en remplaçant les variables par ces valeurs dans le modèle postulé est de 96,851 %.

• Surfaces de réponses

Sur les figures 1, 2 et 3 sont présentées les surfaces de réponses, tracées à l'aide du logiciel STATISTICA. Leurs formes indiquent qu'il existe un rendement maximal unique donné par le sommet de ces surfaces.

- La figure 1 montre la surface de réponse obtenue en traçant le rendement de la réaction dans le plans x_2 et x_4 (débit d'écoulement- masse initiale en métal sacrificiel) et en fixant les variables $x_1 = -1,5$ et $x_3 = 0,6$.
- La figure 2 est obtenue en traçant le rendement dans le plan x_3 et x_4 (pH - masse initiale en métal sacrificiel) et en fixant x_1 à $-1,5$ et x_2 à 1 .
- La figure 3 quant à elle est obtenue en traçant le rendement dans le plan x_2 et x_3 (débit d'écoulement- pH) et en fixant x_1 et x_4 respectivement aux valeurs $1,5$ et 2

• Courbes isoreponses

Les courbes iso-reponses présentent un double avantage. Généralement simples à tracer, elles ne nécessitent pas de moyens de calcul sophistiqués même pour des modèles relativement complexes. Elles permettent, en plus du repérage visuel de la région du domaine expérimental où la réponse est maximale, de connaître les différentes combinaisons des facteurs opératoires permettant de conduire à une réponse désirée.

Nous avons donc utilisé le tracé des courbes iso-réponses pour visualiser l'optimum. Les courbes établies pour le rendement de la réaction de cémentation de l'argent dans un réacteur

à lit fixe sont représentées sur les figures 4, 5 et 6. Elles permettent de confirmer que le rendement maximal de 96,851 % est identique à celui obtenu par le calcul d'optimisation.

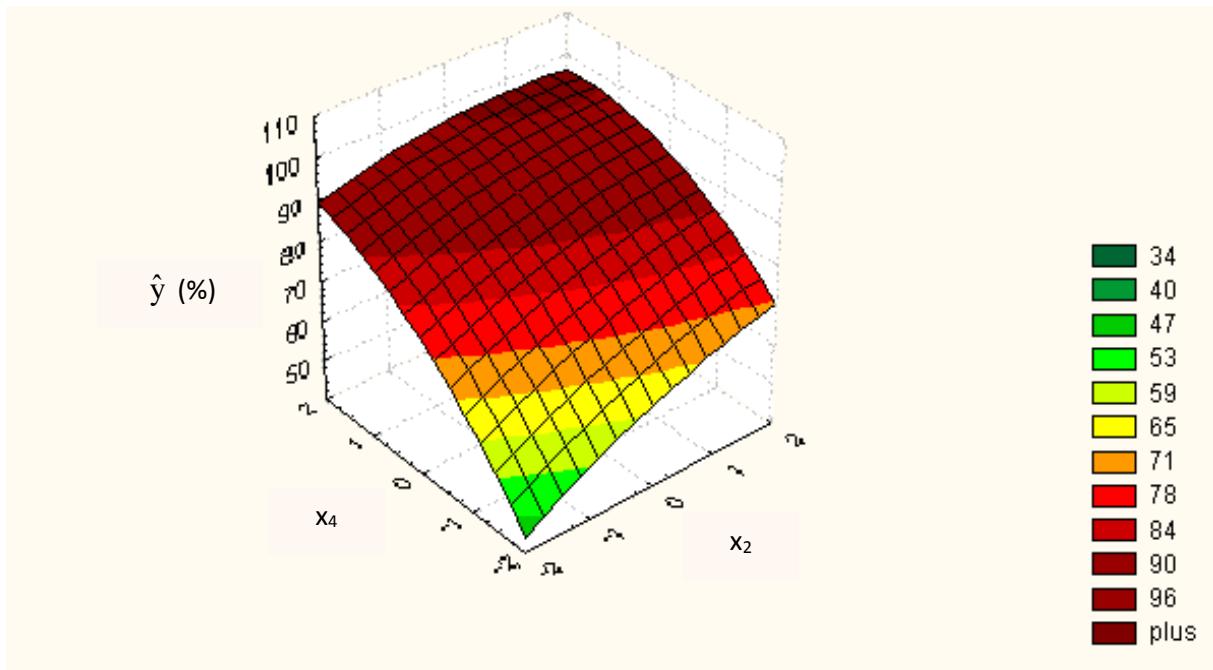


Figure 1: Surface de réponse dans le plan débit – masse initiale en métal sacrificiel (Fe)
pour $[Ag^+]_0 = 21.25 \text{ mg/L}$ et $pH = 3.6$

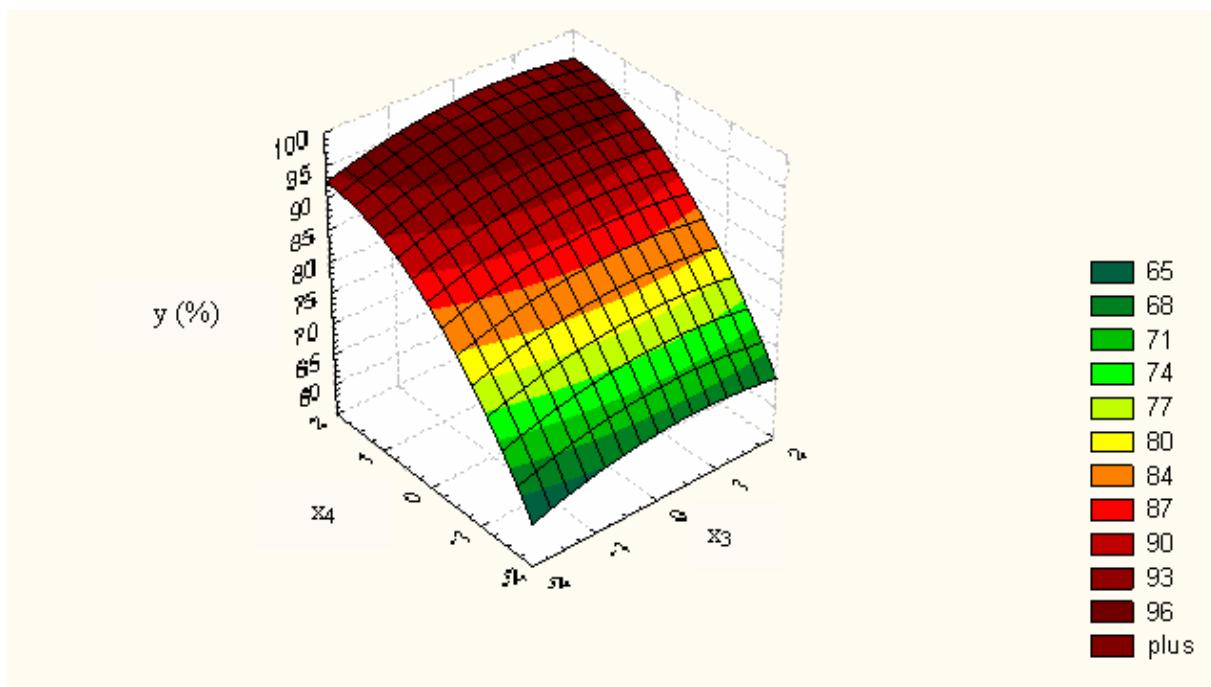


Figure 2 : Surface de réponse dans le plan masse initiale en métal sacrificiel (Fe) – pH
pour $[Ag^+] = 21.25 \text{ mg/L}$ et $Q_v = 4.43 \text{ L/min}$

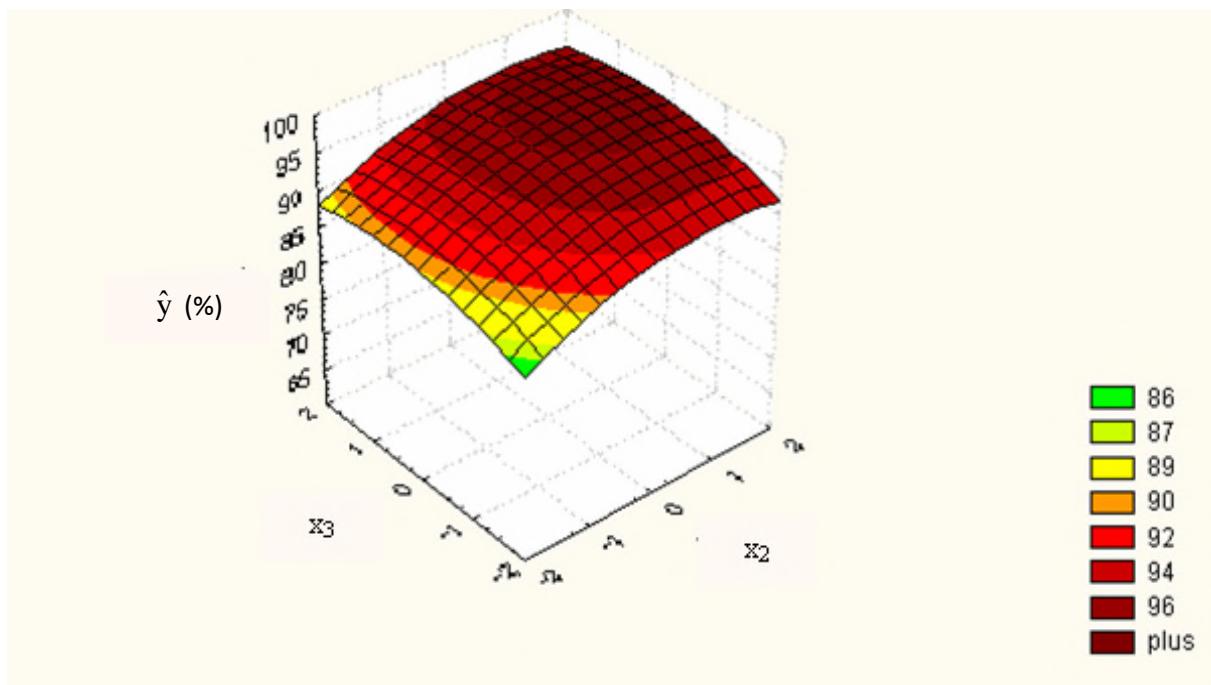


Figure 3: Surface de réponse dans le plan pH- débit d'écoulement (Q_v) pour :
 $[Ag^+]_0 = 21.25 \text{ mg/L}$ et masse de Fe = 50 g

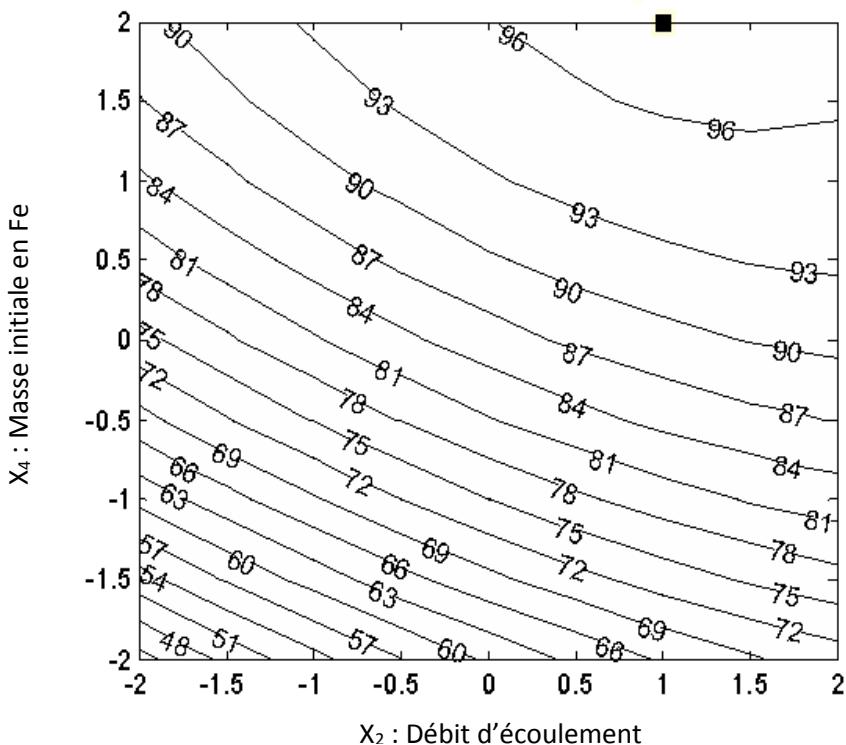


Figure 4: Courbes isoréponses dans le plan débit – masse initiale en métal sacrificiel (Fe)
pour $[Ag^+]_0 = 21.25 \text{ mg/L}$ et $pH = 3.6$

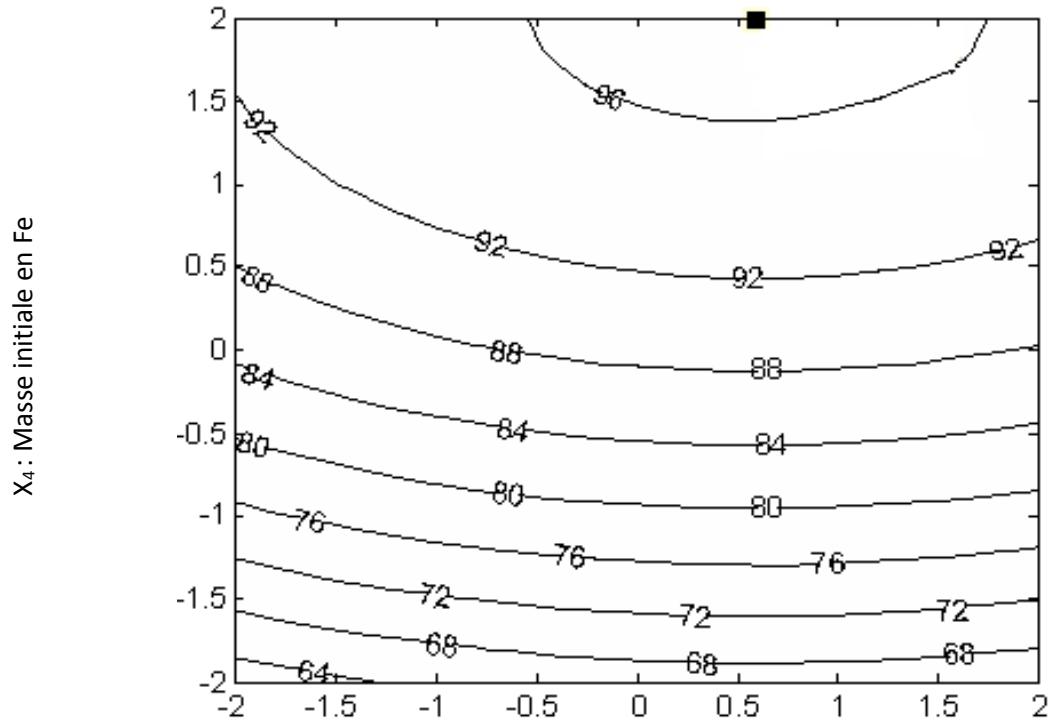


Figure 5 : Courbes isoréponses dans le plan masse initiale en métal sacrificiel (Fe) – pH
pour $[Ag^+]_0 = 21.25 \text{ mg/L}$ et $Q_v = 4.43 \text{ L/min}$

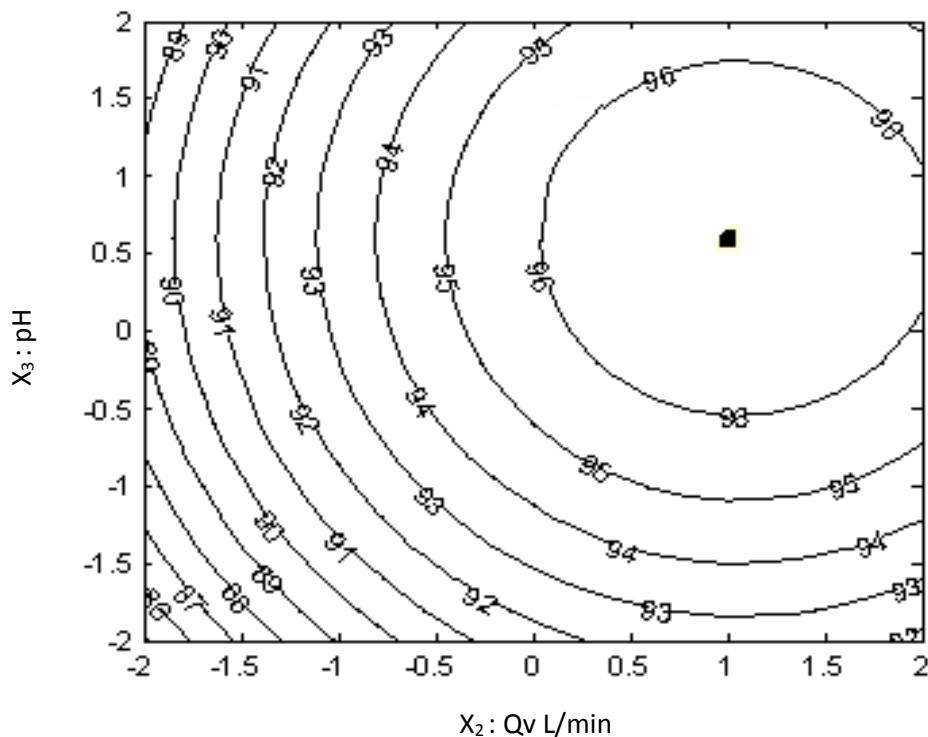


Figure 6 : Courbes isoréponse dans le plan pH- débit d'écoulement (Qv) pour :

$$[\text{Ag}^+]_0 = 21.25 \text{ mg/L} \text{ et masse de Fe} = 50 \text{ g}$$

Références bibliographiques

- J. Goupy. Introduction aux plans d'expériences . 2^{ème} Ed. Dunod, Paris, 2001.
- G. Sado, M. C. Sado. Les plans d'expériences de l'expérimentation à l'assurance qualité. Ed. Afnor Technique, 1991.
- E.P.G. Box, G.W. Hunter, J.S. Hunter. Statistics for Experimenters. 2^{ème} Ed. John Wiley and Sons. New-York, 2005.
- J. Goupy. Modélisation par les plans d'expériences » Technique de l'ingénieur R275.
- J. Goupy, 1996. Unconventional experimental designs Theory and application Chemometrics and intelligent laboratory systems, 33, 3-16.
- J. Goupy, 1996. Outliers and experimental designs. Chemometrics and intelligent laboratory systems, 35, 145-156.
- J. Goupy, 1990. Revue de statistique appliquée, tome 38, n°4, Ed. Numdam, 5-44 .
- V. Kafarov. Méthodes cybernétiques et technologie chimique. Ed. MIR Moscou, 1974.
- I. Yahiaoui, F. Aissani-Benissad, H. Ait-Amar, 2010. Optimization of silver cementation yield in fixed bed reactor using factorial design and central composite design. Can. J. Chem. Eng., 88, 1099-1106.
- S. Adjabi. Méthodes statistiques de la prévision. Ed. LAMOS université Bejaia.
- J. Goupy. Plans d'expériences pour surfaces de réponse, Ed. Dunod, Paris, 1999.
- J. Goupy. Pratiquer les plans d'expériences, Ed. Dunod, Paris, 1999.

Annexe

Annexe

Étapes d'élaboration de modèle de 1^{er} degré par le plan factoriel complet à deux niveaux par Logiciel Excel

Étape N° 01 : Déclaration de la matrice des expériences

Étape N° 02: Calcul des coefficients du modèle

Les coefficients du modèle sont donnés par le produit matriciel :

$$\mathbf{B} = [\mathbf{x}^T \mathbf{x}]^{-1} \mathbf{x}^T \mathbf{Y}$$

- Calcul de la matrice transposée de X

Determination des coefficients du modèle

Matrice transposée de X (X^T)

1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1
-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1
-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1
-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1
1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1
1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1
1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1
1	1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1
1	1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1
1	-1	1	-1	-1	1	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1
1	-1	1	-1	-1	1	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1
1	1	1	-1	-1	1	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1
1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1
-1	-1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1
-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1
-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1
1	-1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1
1	-1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1

- La matrice $(X^T X)^{-1}$

- Le calcul du produit $X^T y$

The screenshot shows a Microsoft Excel spreadsheet titled "Classeur1poly copié - Microsoft Excel". The ribbon menu is visible at the top with tabs like Accueil, Insertion, Mise en page, Formules, Données, Révision, and Affichage. The formula bar shows the formula $\text{Renvoyer à la ligne automatiquement}$. The top toolbar includes various formatting options like Calibri, font size 11, bold, italic, underline, and alignment tools. The main worksheet area has columns A through P and rows 4 through 26. Cell A28 contains the text "Calcul du produit $X^T y$ ". Below it, the first column contains row labels from 8 to 26. The second column contains numerical values: 1418.64, 64.08, 61.18, -0.1, 90.28, 4.22, -6.38, -29.12, 9.48, -19.7, 3.26, -1.84, -12.54, -8.34, 3.12, and 3.92. The bottom of the screen shows the taskbar with icons for Start, Internet Explorer, File Explorer, and others, along with the system tray showing the date and time.

- **Calcule des coefficients du modèle B_J ($B_j = [X^T X]^{-1} X^T Y$)**

Étape N° 03: Analyse statistique de l'équation de régression

- Vérification de la signification des coefficients**

La signification des coefficients est vérifiée par le test de student. Pour ce faire, on calcule les valeurs de t_j à partir de la relation :

$$t_j = \frac{|b_j|}{S_{bj}}$$

Avec :

S_{bj} : Écart quadratique moyen.

$$S_{bj} = \frac{S_{rep}}{\sqrt{N}}$$

The screenshot shows a Microsoft Excel spreadsheet titled "Classeur1polycopié.xlsx". The data is organized into several sections:

- Section 1 (Rows 5-7):** "Analyse statistique" and "Test de student".
- Section 2 (Row 8):** "Matrice des essais au centre du domaine".
- Data Input (Rows 10-23):** A table with columns "N° essais" and "y". The data points are: (1, 91,22), (2, 88,59), (3, 90,78), (4, 89,93), (5, 87,63), (6, 92,02), (7, 92,46), (8, 92,82), (9, 90,9), (10, 91,55), (11, 91,14), (12, 92,53). The mean value $y(moyen)$ is listed as 90,96.
- Calculated Values (Rows 10-23):**
 - $S_{rep}^2 = 2,5071$
 - $S_{bj} = 0,3958$
 - $b_0 = 88,665$, $t_0 = 223,99$
 - $b_1 = 4,005$, $t_1 = 10,118$
 - $b_2 = 3,8238$, $t_2 = 9,6598$
 - $b_3 = -0,006$, $t_3 = 0,0159$
 - $b_4 = 5,6425$, $t_4 = 14,254$
 - $b_{12} = 0,2637$, $t_{12} = 0,6662$
 - $b_{13} = -0,399$, $t_{13} = 1,0072$
 - $b_{14} = -1,82$, $t_{14} = 4,5977$
 - $b_{23} = 0,5925$, $t_{23} = 1,4968$
 - $b_{24} = -1,231$, $t_{24} = 3,1105$
 - $b_{34} = 0,2038$, $t_{34} = 0,5148$
 - $b_{123} = -0,115$, $t_{123} = 0,2905$
 - $b_{124} = -0,784$, $t_{124} = 1,9801$
 - $b_{134} = -0,521$, $t_{134} = 1,3169$
 - $b_{234} = 0,195$, $t_{234} = 0,4926$
 - $b_{1234} = 0,245$, $t_{1234} = 0,6189$
- Footnote (Row 24):** "Prêt" (Loan).
- Bottom Status Bar:** Shows icons for Windows, Microsoft Office, and various application tabs like Classeur..., Test TP..., ADATA..., Annexe..., final..., and FR.

En utilisant la table de Student relative à un test bilatéral (Tableau 3), on lit la valeur de $t_\alpha(f)$ pour le niveau de signification $\alpha = 0,05$ et le nombre de degrés de liberté $f = n_0 - 1 = 11$, soit $t_{0,05}(11) = 2,201$. Comme les valeurs de t_3 , t_{12} , t_{13} , t_{23} , t_{34} , t_{123} , t_{124} , t_{134} , t_{234} et t_{1234} sont inférieures à la valeur tabulée du test de student, alors les coefficients correspondants ne sont pas significatifs.

- **Recherche de biais**

La recherche du biais peut se faire à l'aide du test de Fisher Snedecor, en comparant la variance résiduelle à la variance de reproductibilité.

$$F = \frac{S_{\text{rés}}^2}{S_{\text{rep}}^2}$$

La valeur tabulée du test de Fisher $F_{0,95}(N - \ell, n_0 - 1) = F_{0,95}(10, 11)$ est égale à 2.85. Comme la valeur calculée est inférieure à celle tabulée, le modèle est alors sans biais.

- Test de signification de la régression

Classeur1polycopié.xlsx - Microsoft Excel

The screenshot shows a Microsoft Excel spreadsheet titled "Classeur1polycopié.xlsx". The table has columns labeled y, bj, b, ŷ, (y_i-ŷ)², y_i-ŷ, ŷ-y_{avg}, and y_i-y_{avg}. The last row contains the value 88,665. A green box highlights the formula for the F-statistic:

$$F_2 = \frac{\sum_{l=1}^N (\hat{y}_l - \bar{y})^2 / \ell - 1}{\sum_{l=1}^N (y_l - \hat{y}_l)^2 / N - \ell} = 83,202$$

The status bar at the bottom shows "démarrer" and "20:13".

D'après la table de Fisher, $F_{0,95}(\ell - 1, N - \ell) = F_{0,95}(5, 10)$ est égale à 3,33. Cette dernière valeur étant inférieure à celle calculée (83.202), l'équation de régression peut être considérée comme adéquate et le modèle est valide à 95%. L'équation du modèle s'écrit alors :

$$\hat{y} = 88.665 + 4.005x_1 + 3.824x_2 + 5.642x_3 - 1.820x_4 - 1.231x_5$$