

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Type : **L8(7 fact * 2 niv)**

Nb essais (NE) : 8

Nb facteurs (NFc) 7

Nb interactions (Nint)

Essai N°	1	2	3	4	5	6	7
	Facteurs contrôlés						
	A	B	C	D	E	F	G
1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2	2
3	1	2	2	1	1	2	2
4	1	2	2	2	2	1	1
5	2	1	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1	2	1
7	2	2	1	1	2	2	1
8	2	2	1	2	1	1	2

*Cours Plans
d'expériences sur les
plans de mélange*

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Les caractéristiques d'un plan de mélange

Les propriétés d'un mélange dépendent généralement de sa composition.
La somme des concentrations des composants = 1 → facteurs dépendants.

Objectif

Traduire fidèlement les variations d'une propriété Y
par une relation $Y = f(x_k)$
en fonction des x_k (proportions des k constituants).

Différents types de plans

Type 1 : $0 \leq x_i \leq 1$ → pas de contrainte particulière

Type 2 : $Li_i \leq x_i \leq 1$ → existence d'1 limite inférieure Li_i

Type 3 : $Li_i \leq x_i \leq Ls_i$ → existence de 2 limites Li_i et Ls_i

Type 4 : $\sum (2 \leq i \leq k) x_i \ll x_1$ → cas où x_1 est 1 solvant

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Représentation des mélanges

La somme des composants = 1
et peut donc être représentée par 1 point.

Si $k > 4$: hyperpolyèdre régulier dans un espace à $k-1$ dimensions

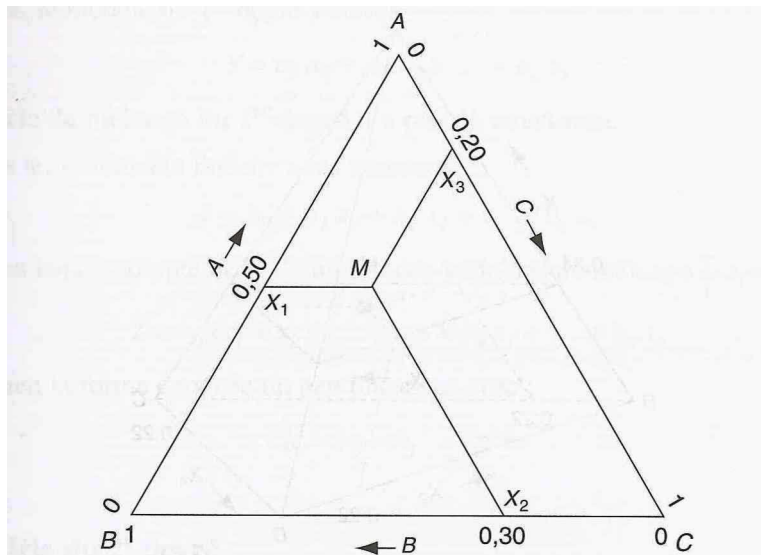


Tout point M du segment AB est représentatif d'un mélange binaire :

- en A , le constituant A est seul dans le mélange,
- en B , le constituant B est seul dans le mélange,
- en M , la proportion de A , et x_2 , la proportion de B , sont telles que :

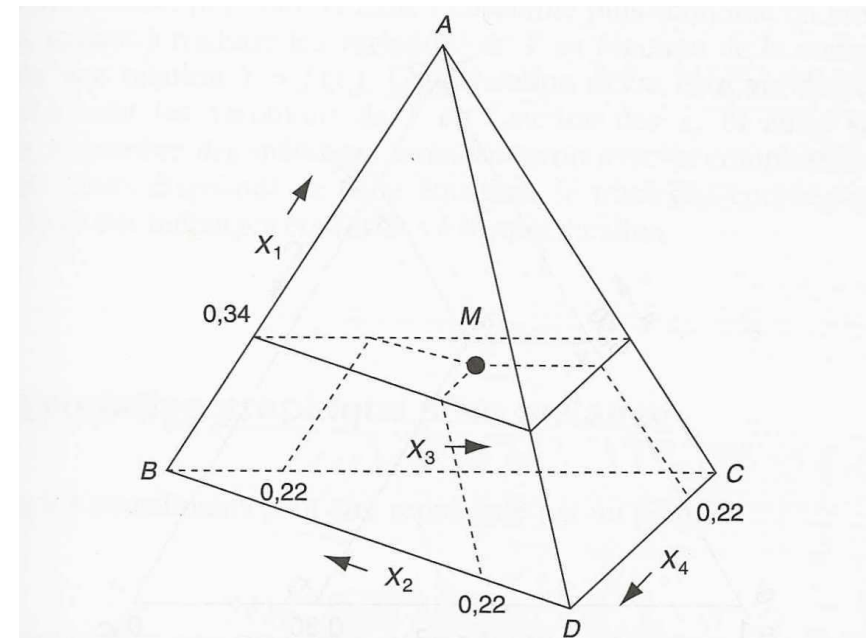
$$x_1 = \frac{MB}{AB} \quad \text{et} \quad x_2 = \frac{MA}{AB}$$

Représentation graphique d'un mélange binaire.



Tout point du triangle ABC est représentatif d'un mélange ternaire.
Le constituant pur A sera représenté au sommet A , de même pour les autres constituants.
Sur le côté BC seront représentés les mélanges ne contenant pas de constituant A .
Le mélange comportant
 $x_1 = 0,5$ de A , $x_2 = 0,3$ de B et $x_3 = 0,2$ de C
est représenté au point M .

Représentation graphique d'un mélange ternaire.



Les sommets, A, B, C, D correspondent aux constituants purs.
La composition du mélange M est $x_1 = 0,34$, $x_2 = x_3 = x_4 = 0,22$.

Représentation graphique d'un mélange quaternaire.

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Modèles mathématiques

Modèle du 1er degré :

$$Y = a_1 x_1 + a_2 x_2 + \dots + a_k x_k$$

→ Au minimum k essais

Si la validité n'est pas acceptée faire l'hypothèse du modèle de 2ème degré

Modèle du 2ème degré :

$$Y = a_1 x_1 + a_2 x_2 + \dots + a_k x_k + \sum_{(i > j)} a_{ij} x_i x_j$$

→ Au minimum $(k \times (k-1) / 2)$ essais

Si la validité n'est pas acceptée faire l'hypothèse du modèle de 3ème degré

Modèle du 3ème degré :

$$Y = \sum_{(i)} a_i x_i + \sum_{(i > j)} a_{ij} x_i x_j + \sum_{(i > j > k)} a_{ijk} x_i x_j x_k$$

→ Au minimum $(k \times (k-1) \times (k-2) / 6)$ essais

Nombre de coefficients
à déterminer =
nombre d'essais - 1

k	1 ^{er} degré	2 ^{ème} degré	3 ^{ème} degré
2	2	3	--
3	3	6	7
4	4	10	14
5	5	15	20
6	6	21	41
7	7	28	63
8	8	36	92

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 1

Exemple d'application de calcul des coefficients pour un mélange ternaire :

- Le réseau Scheffé {3;1} comporte 3 points pour un polynôme de degré 1,
- **Faire les essais** pour les points 1, 2 et 3 ce qui permet d'écrire 3 équations à 3 inconnues
→ $Y = 42 x_1 + 12 x_2 + 18 x_3$ (tableau ci-dessous),
- Calculer **la prévision** pour le centre du domaine
→ $Y_{\text{calc}} = 42 \cdot 1/3 + 12 \cdot 1/3 + 18 \cdot 1/3 = 22$ et **faire l'essai de validation**,
- Le modèle du 1^{er} degré est rejeté $25,9 > 22$ (à incertitude mesure près).

Point	A	B	C	Y
1	1	0	0	$42 = a_1 \cdot 1 + a_2 \cdot 0 + a_3 \cdot 0 \rightarrow a_1 = 42$
2	0	1	0	$12 = a_1 \cdot 0 + a_2 \cdot 1 + a_3 \cdot 0 \rightarrow a_2 = 12$
3	0	0	1	$18 = a_1 \cdot 0 + a_2 \cdot 0 + a_3 \cdot 1 \rightarrow a_3 = 18$
Valid	1/3	1/3	1/3	$25,9$ (valeur réellement mesurée)

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 1

Faire l'hypothèse d'un modèle quadratique (2^{ème} degré) :

- Le réseau Scheffé {3;2} comporte 6 points pour un polynôme de degré 2,
- **Faire les essais** pour les points supplémentaires 5, 6 et 7 permettent d'écrire 6 équations à 6 inconnues (on réutilisera les valeurs a_1, a_2, a_3 précédentes)
→ $Y = 42 x_1 + 12 x_2 + 18 x_3 + 4 x_1 x_2 + 60 x_2 x_3 - 48 x_1 x_3$ (voir tableau),
- Calculer les **prévisions** pour les centres des domaines 4, 8, 9 et 10.

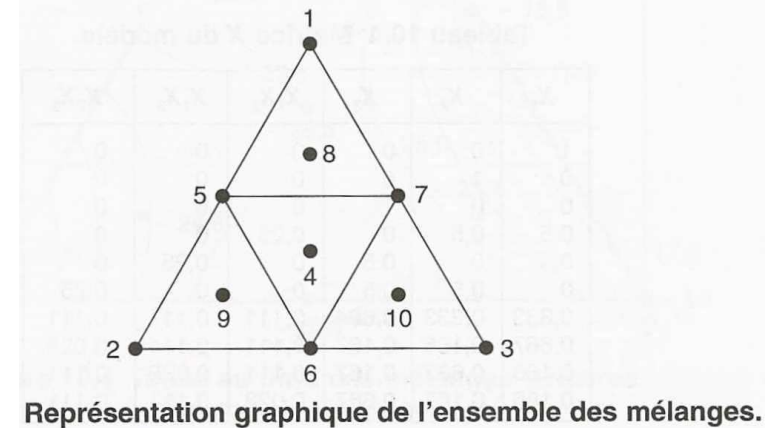
Point	A	B	C	Y
5	0,5	0,5	0	$28 = a_1 \cdot 0,5 + a_2 \cdot 0,5 + a_3 \cdot 0 + a_{12} \cdot 0,5 \cdot 0,5 + a_{13} \cdot 0,5 \cdot 0 + a_{23} \cdot 0,5 \cdot 0 \rightarrow a_{12} = (28 \cdot 4 - 42 \cdot 2 - 12 \cdot 2) = 4$
6	0	0,5	0,5	$30 = a_1 \cdot 0 + a_2 \cdot 0,5 + a_3 \cdot 0,5 + a_{12} \cdot 0 \cdot 0,5 + a_{13} \cdot 0 \cdot 0,5 + a_{23} \cdot 0,5 \cdot 0,5 \rightarrow a_{23} = (30 \cdot 4 - 12 \cdot 2 - 18 \cdot 2) = 60$
7	0,5	0	0,5	$18 = a_1 \cdot 0,5 + a_2 \cdot 0 + a_3 \cdot 0,5 + a_{12} \cdot 0 \cdot 0 + a_{13} \cdot 0,5 \cdot 0,5 + a_{23} \cdot 0 \cdot 0,5 \rightarrow a_{13} = (18 \cdot 4 - 42 \cdot 2 - 18 \cdot 2) = -48$

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 1

Faire les 4 essais :

Bonne concordance entre valeurs observées
et calculées à l'intérieur du domaine
→ modèle quadratique valide.



Point	A	B	C	Y
4	1/3	1/3	1/3	$y_4 = 42/3 + 12/3 + 18/3 + 4/3/3 + 60/3/3 - 48/3/3 =$ 25,8 pour 25,9 mesuré
8	2/3	1/6	1/6	$y_8 = 42.2/3 + 12/6 + 18/6 + 4.2/3/6 + 60/6/6 -$ $48.2/3/6 =$ 29,8 pour 29,9 mesuré
9	1/6	2/3	1/6	$y_9 = 42/6 + 12.2/3 + 18/6 + 4/6.2/3 + 60.2/3/6 -$ $48/6/6 =$ 23,8 pour 23,9 mesuré
10	1/6	1/6	2/3	$y_{10} = 42/6 + 12/6 + 18.2/3 + 4/6/6 + 60/6.2/3 -$ $48.2/3/6$ → 22,4 pour 22,3 mesuré

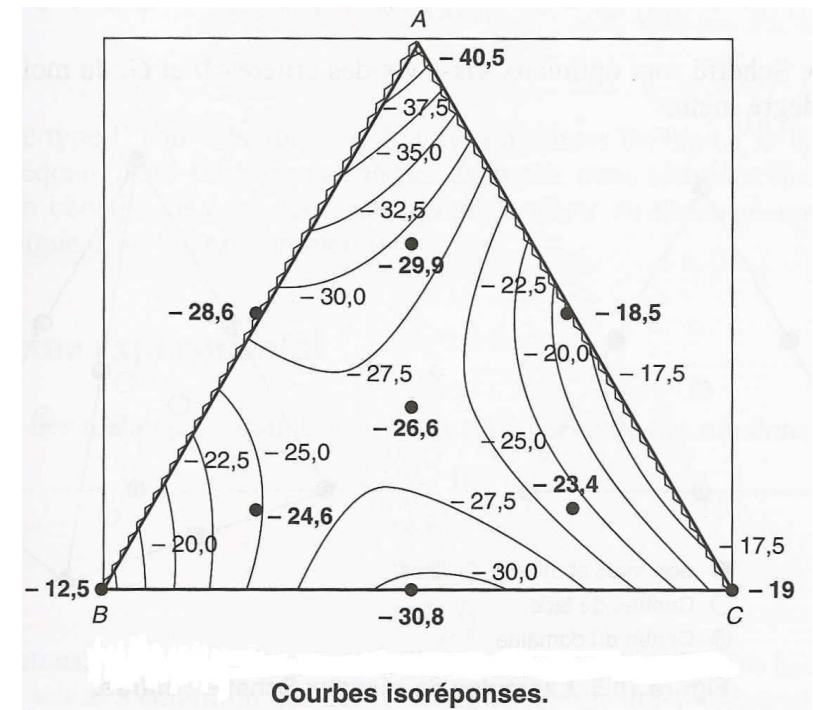
Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 1

Calcul par régression multilinéaire d'après la matrice :

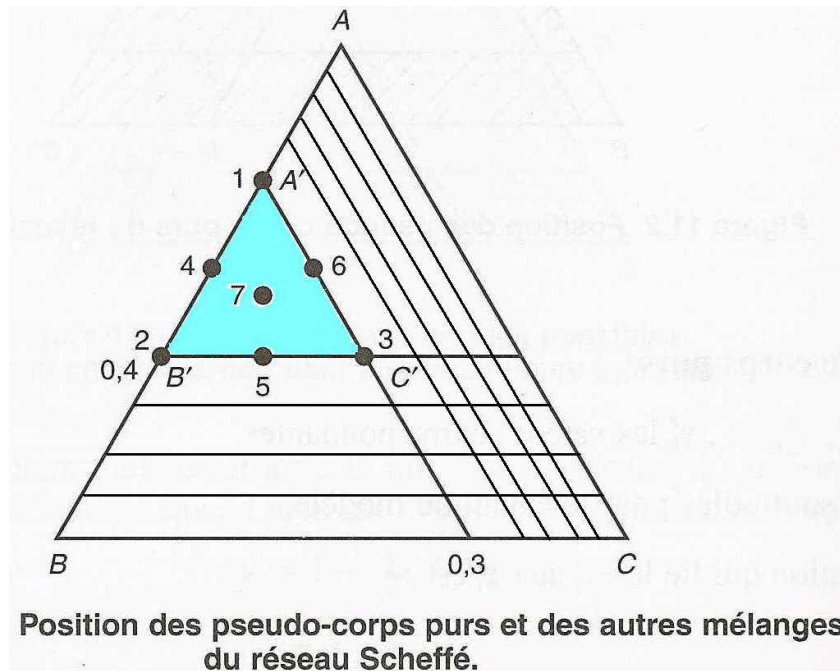
Point	X_1	X_2	X_3	$X_1 X_2$	$X_2 X_3$	$X_1 X_3$
1	1	0	0	0	0	0
2	0	1	0	0	0	0
3	0	0	1	0	0	0
4	1/3	1/3	1/3	1/9	1/9	1/9
5	1/2	1/2	0	1/4	0	0
6	1/2	0	1/2	0	0	1/4
7	0	1/2	1/2	0	1/4	0
8	2/3	1/6	1/6	1/9	1/36	1/9
9	1/6	2/3	1/6	1/9	1/9	1/36
10	1/6	1/6	2/3	1/36	1/9	1/9

... et représentation graphique



Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 2



Présence d'1 limite inférieure →
apparition de limites supérieures.

Calcul du domaine :

- voir tableau ci-dessous
- les mélanges à tester (1, 2, 3, puis 4, 5, 6, 7, ...) feront partie d'un réseau Scheffé construit dans le domaine permis.

	Limite inférieure	Limite supérieure
x_1	$\geq 0,40$	→ $Ls_1 = 1 - (0,3 + 0) = 0,70$
x_2	$\geq 0,30$	→ $Ls_2 = 1 - (0,4 + 0) = 0,60$
x_3	≥ 0	→ $Ls_3 = 1 - (0,3 + 0,4) = 0,30$

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 2

- Définir les mélanges expérimentaux (même démarche que sur les plans de type 1) mais sur le seul domaine permis :
- Polynôme de degré 1 : points 1, 2, 3 + validation en 7
- Polynôme de degré 2 : points 1, 2, 3, 4, 5, 6 + validation en 7

Point	A réduit	B réduit	C réduit	A réel	B réel	C réel
1	1	0	0	0,7	0,3	0
2	0	1	0	0,4	0,6	0
3	0	0	1	0,4	0,3	0,3
4	1/2	1/2	0	0,55	0,45	0
5	0	1/2	1/2	0,4	0,45	0,15
6	1/2	0	1/2	0,55	0,3	0,15
7	1/3	1/3	1/3	0,5	0,4	0,1

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 3

L'introduction de contraintes doubles a pour effet de modifier la forme du domaine expérimental
→ en général les réseaux Scheffé ne sont plus utilisables.

Démarche à suivre :

- Calculer les limites du domaine convexe : sommets, arêtes (entre 2 sommets), faces (entre au moins 3 sommets),
- Constituer un ensemble de points candidats (sommets, milieux d'arêtes, centres de faces, ...) selon le degré n du polynôme de modélisation choisi,
- Sélectionner parmi tous les points candidats q points ($q \geq k$; k constituants) sur le critère du calcul informatisé du déterminant maximum appliqué à la matrice XX' (X matrice de q lignes de Σ coefficients = $f(n)$),
- Valider le modèle choisi.

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 3

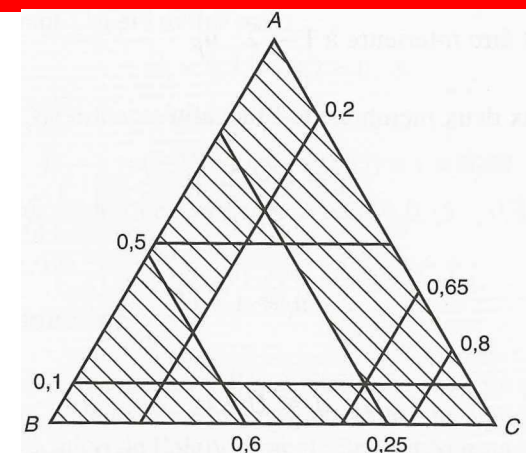
1) Calculer les limites du domaine :

En plus des conditions : $Li_1 \leq x_1 \leq Ls_1$

Il sera nécessaire de vérifier que :

$\sum Li_i = L < 1 \rightarrow d_i \leq 1 - L \rightarrow$ correction Lsi

et $\sum Ls_i = U > 1 \rightarrow d_i \leq U - 1 \rightarrow$ correction Lii



Correction d'une limite supérieure.

Ex 1	Limites	Do	Correction Li	Correction Ls
Ex 2		maine	$U = 1,9$ $U = 1,4$	$L = 0,55$ $L = 0,2$
C 1	$0,1 \leq x_1 \leq 0,5$	0,4	$1,9 - 1 \geq 0,4$	$1 - 0,55 \geq 0,4$
C 1	$0 \leq x_1 \leq 0,25$	0,25	$1,4 - 1 \geq 0,25$	$1 - 0,2 \geq 0,25$
C 2	$0,25 \leq x_2 \leq 0,6$	0,35	$1,4 - 1 \geq 0,55$: Non →	$1 - 0,55 \geq 0,35$
C 2	$0,2 \leq x_2 \leq 0,75$	0,55	$0,55 - (1,4 - 1) = 0,15$: $0,35 \leq x_2$	$1 - 0,2 \geq 0,55$
C 3	$0,2 \leq x_3 \leq 0,8$	0,6	$1,9 - 1 \geq 0,6$	$1 - 0,55 \geq 0,6$: Non → $0,6 -$
C 3	$0 \leq x_3 \leq 0,4$	0,4	$1,4 - 1 \geq 0,4$	$(1 - 0,55) = 0,15$: $x_3 \leq 0,65$

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 3

Constituer un ensemble de points candidats :

2) Détermination des sommets à partir des limites (algorithme de Snee & Marquardt) :

- Corriger si nécessaire les limites inférieures et supérieures,
- Classer les constituants en ordre croissant de domaine (d_i),
- Construire avec les $k-1$ premiers constituants un plan factoriel complet à 2 niveaux (L_i et L_{s_i}) et compléter le dernier constituant pour que $\sum d_i = 1$,
- Ramener si nécessaire la d_i du dernier constituant à sa L_{s_i} et augmenter de la différence la valeur du niveau d'un des autres constituants chaque fois que cela est possible (nouveaux sommets).

Les couleurs des actions sont appliquées aux nombres du tableau de l'exemple ci-après :

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 3

Exemple d'un mélange quaternaire : → au mini $2^{(4-1)}$ essais

N° essai	A init	B init	C init	D init	A fin	B fin	C fin	D fin
Domaine	7%-18%	0%-15%	0%-30%	37%-70%	7%-18%	0%-15%	0%-30%	37%-70%
1	7	0	0	93	7	0	23	70
2	18	0	0	82	18	12	0	70
3	→ Essai supplémentaire				18	0	12	70
4	7	15	0	78	7	15	8	70
5	→ Essai supplémentaire				15	15	0	70
6	18	15	0	67	18	15	0	67
7	7	0	30	63	7	0	30	63
8	18	0	30	52	18	0	30	52
9	7	15	30	48	7	15	30	48
10	18	15	30	37	18	15	30	37

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 3

Constituer un ensemble de points candidats :

3) Détermination des arêtes **et de leur centre** :

- Rechercher les sommets ayant la même frontière p
→ $p = k - r - 1$ ($r = 1$ arête, $r = 2$ face, ...)
→ combinaisons de $p = 2$ caractéristiques communes,
- Ne retenir que les combinaisons de sommets avec les niveaux avec composition = Li_i ou Ls_i ,
- Calculer la composition du centre de l'arête en faisant **la moyenne des compositions des sommets correspondants**.

Exemple de détermination des arêtes
(suite de l'exemple précédent) :

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Sommet	A	B	C	D	Arête	A	B	C	D
1	7	0	23	70	1-3	12,5	0	17,5	70
2	18	12	0	70	1-4	7	7,5	15,5	70
3	18	0	12	70	1-7	7	0	26,5	66,5
4	7	15	8	70	2-3	18	6	6	70
5	15	15	0	70	2-5	16,5	13,5	0	70
6	18	15	0	67	2-6	18	13,5	0	68,5
7	7	0	30	63	3-8	18	0	21	61
8	18	0	30	52	4-5	11	15	4	70
9	7	15	30	48	4-9	7	15	19	59
10	18	15	30	37	5-6	16,5	15	0	68,5
					6-10	18	15	15	52
					7-8	12,5	0	30	57,5
					7-9	7	7,5	30	55,5
					8-10	18	7,5	30	44,5
					9-10	12,5	15	30	42,5

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 3

Constituer un ensemble de points candidats :

4) Détermination des faces et de leur centre :

- Rechercher les faces ayant la même frontière p
 - ➔ $p = k - r - 1$ ($r = 1$ arête, $r = 2$ face, ...)
 - ➔ combinaisons de $p = 1$ caractéristique commune,
- Ne retenir que les combinaisons de sommets avec les niveaux avec composition = Li_i ou Ls_i ,
- Calculer la composition du centre de la face en faisant la moyenne des compositions des sommets correspondants.

Exemple de détermination des faces
(suite de l'exemple précédent) :

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 3

Sommet	A	B	C	D	Face	A	B	C	D
1	7	0	23	70	1-4-7-9	7	7,5	22,75	62,75
2	18	12	0	70	1-3-7-8	12,5	0	23,75	63,75
3	18	0	12	70	1-2-3-4-5	13	8,4	8,6	70
4	7	15	8	70	2-3-6-8-10	18	8,4	14,4	59,2
5	15	15	0	70	2-5-6	17	14	0	69
6	18	15	0	67	4-5-6-9-10	13	15	13,6	58,4
7	7	0	30	63	7-8-9-10	12,5	7,5	30	50
8	18	0	30	52					
9	7	15	30	48					
10	18	15	30	37					

Le barycentre du domaine servira de point de vérification

Exemple (fin) : $A = 13,3$ $B = 8,7$ $C = 16,3$ $D = 61,7$

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 3

Domaine calculé :

Faces :

1-4-7-9

1-3-7-8

1-2-3-4-5

2-3-6-8-10

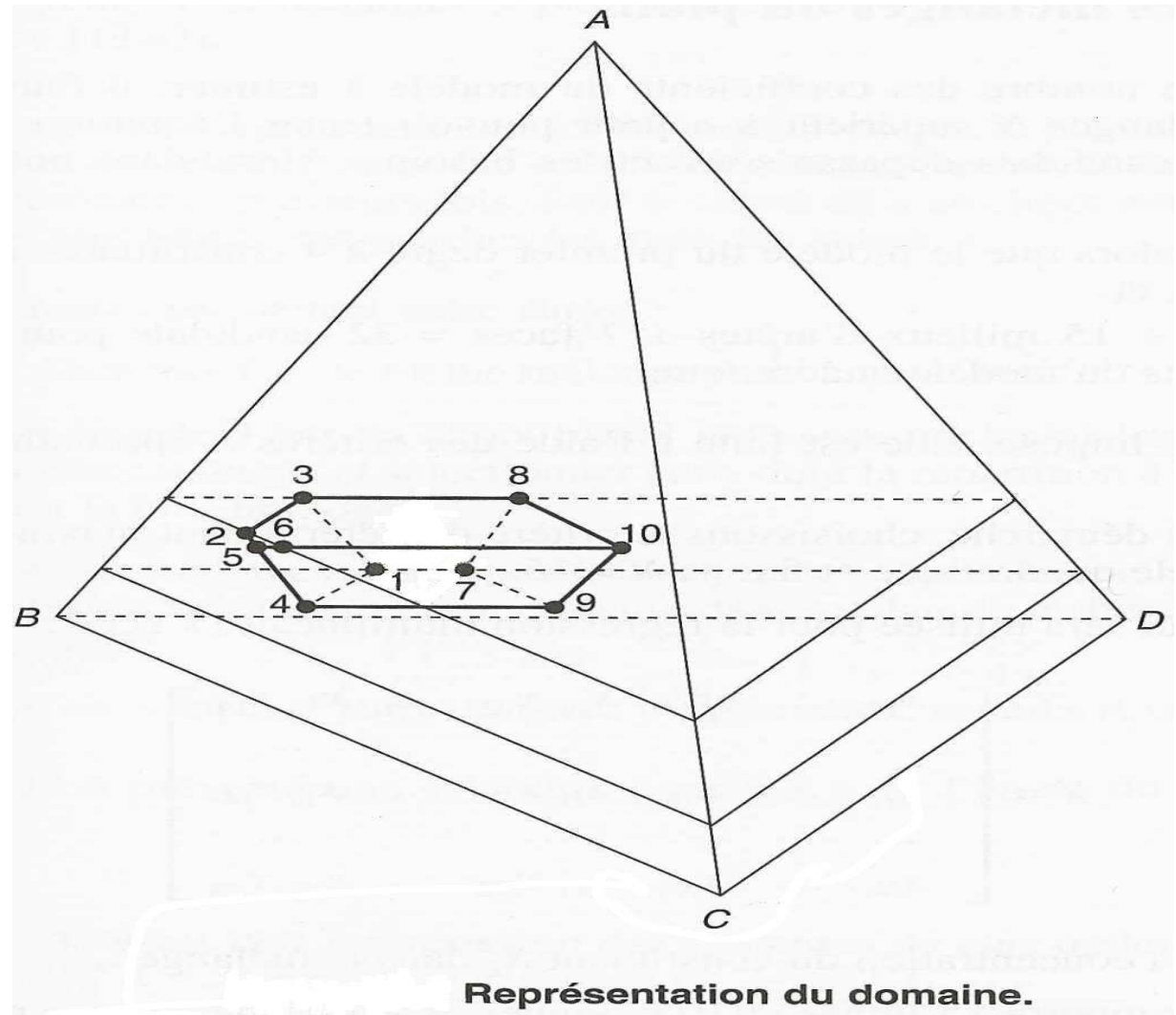
2-5-6

4-5-6-9-10

7-8-9-10

Points éliminables :

5 et 6 + 1 ou 7



Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 3

5) Choix des mélanges candidats :

- Si le modèle présumé est du 1er degré
la liste des candidats = sommets du domaine,
Si le modèle présumé est du 2ème degré
la liste des candidats = sommets du domaine + milieux des arêtes +
centres des faces
- N (mélanges) $>$ q (nombre de coefficients à déterminer)

Dans notre exemple précédent (mélange quaternaire) :

- 10 sommets pour 4 coefficients si modèle du 1er degré
- $32 = 10$ sommets + 15 milieux d'arête + 7 centres de face
pour $4 + 6 = 10$ coefficients si modèle du 2ème degré

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 3

6) Choix des mélanges candidats :

- Rechercher, par le calcul informatisé, le déterminant maxi pour N mélanges de la matrice $X X'$ avec si $N = 12$
 $X = [12 \text{ lignes de } 10 \text{ coefficients}]$
Utilisation de l'algorithme d'échange de Mitchell (choisir n points au hasard (ici 12 parmi 32),
ajouter le mélange qui augmente le + le Déterminant (XX') et retirer celui qui diminue le – le Déterminant (XX')
→ convergence.
- Le Déterminant (XX') est d'autant plus grand que le « volume » délimité par les points expérimentaux est lui-même plus grand.
Dans les cas où la représentation graphique du domaine est possible : la sélection peut se faire manuellement (voir exemple p19).
- Réaliser les essais sur les points candidats retenus.

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 3

- 7) Tester un modèle du 1er degré, par exemple :
Déterminer les 4 coefficients a_i par régression multilinéaire sur les 10 sommets avec leur intervalle de confiance à 95 ou à 99,5% calculé avec l'écart-type résiduel (ANOVA),
- 8) Comparer les prévisions du modèle pour 5 mélanges supplémentaires (sélectionnés pour un modèle du 2ème degré + le barycentre) avec les résultats de ces 5 essais.
Si les écarts sont de l'ordre de grandeur de l'erreur expérimentale → modèle validé,
- 9) Si modèle non validé, tester un modèle du 2ème degré :
Déterminer les 4 coefficients a_i et les 6 a_{im} par régression multilinéaire sur les 10 sommets avec leur intervalle de confiance à 95 ou à 99,5% calculé avec l'écart-type résiduel (ANOVA).
Regarder les variations des coefficients a_i et les intervalles de confiance des coefficients a_{im} → décider si le modèle vaut le coup d'être testé.

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Exemple de plans de type 4

C'est le cas des solutions où :

- le constituant 1 est le solvant
- les constituants 2 à k sont les solutés en faibles concentrations et soumis à des doubles limites

→ En pratique la somme des concentrations maximales des solutés doit être inférieure à 10%.

On considèrera alors le constituant 1 comme fixe (même s'il varie de 92 à 98% par exemple) et l'on pourra donc faire varier les k-1 solutés sur la totalité de leur plage respective de concentration (sans contrainte de concentration cumulé, ici de 2 à 8%).

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Plans de mélange et dispersion

Dans les approches proposées pour les plans de type 1, 2 et 3, les domaines sont explorés à leurs limites et les plans obtenus ne sont donc pas orthogonaux (chaque niveau de chaque facteur est combiné un même nombre de fois avec chaque niveau de chaque facteur), ne permettant pas une analyse de la dispersion.

Il est toujours possible de réduire le domaine étudié en l'inscrivant dans le domaine maximal déterminé comme nous l'avons vu.

Ce domaine réduit conduit à augmenter les limites L_{i_j} et diminuer les limites L_{s_j} des composants de valeurs minimales afin *qu'un plan orthogonal puisse être obtenu* à l'aide des règles :

- $\sum L_{i_j} = L < 1 \rightarrow d_j \leq 1 - L \rightarrow$ correction L_{s_j}
- et $\sum L_{s_j} = U > 1 \rightarrow d_j \leq U - 1 \rightarrow$ correction L_{i_j}

→ La perte de domaine est compensée par la plus grande précision apportée par l'analyse de la dispersion.

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Simplification de la préparation des plans de mélange (1)

Les ingénieurs et techniciens ont déterminé dans un premier temps les valeurs minimales (L_i) et maximales (L_s) souhaitables de concentration pour chaque composant.

- Chaque composant correspond à 1 facteur de la matrice
- Se limiter à 8 composants au maximum

1) Vérifier la compatibilité des limites de plage de concentration de chaque composant (démarche classique), car en plus des conditions initiales :

$$L_i \leq x_i \leq L_s$$

il est nécessaire de vérifier que :

$$\sum L_i = L < 1 \rightarrow d_i \leq 1 - L \rightarrow \text{correction } L_s$$

et $\sum L_s = U > 1 \rightarrow d_i \leq U - 1 \rightarrow \text{correction } L_i$

→ Obtention des limites initiales de concentration pour chaque composant.

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Simplification de la préparation des plans de mélange (1)

Reprise de l'exemple précédent

N°	Composant	Limite inférieure initiale	Limite supérieure initiale	Limite inférieure Calculée	Limite supérieure calculée	Domaine de concentration initiale	Domaine de concentration calculée	Ecart par rapport à l'initial	
		Lii	Lsi	Lic	Lsc	Dci	Dcc	Niv -	Niv +
Somme		0,440	1,330						
1	A	0,370	0,700	0,370	0,700	0,330	0,330	0,370	0,700
2	B	0,000	0,300	0,000	0,300	0,300	0,300	0,000	0,300
3	C	0,000	0,150	0,000	0,150	0,150	0,150	0,000	0,150
4	D	0,070	0,180	0,070	0,180	0,110	0,110	0,070	0,180
5	E	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
6	F	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
7	G	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
8	H	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
F1	I		0,000						
F2	J		0,000						
F3	K		0,000						
F4	L		0,000						
F5	M		0,000						
F6	N		0,000						
F7	O		0,000						
F8	P		0,000						
		0,000							

Zone de saisie	Zone de résultats	A trier
----------------	-------------------	---------

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Simplification de la préparation des plans de mélange (2)

Choisir un modèle mathématique de représentation pour chaque propriété :

- Il faut prendre un modèle du 1er degré quand on ne soupçonne aucune interaction de l'effet de la concentration de chaque composant sur chacun des autres composants.
- Il faut prendre un modèle du 2ème degré quand :
 - on soupçonne la présence d'interactions de tout ou partie des composants sur chacun des autres composants
 - la validité d'un modèle du 1er degré n'est pas établie.

L'utilisation de modèles du 3ème degré est illusoire (interaction de niveau 2) car les interactions sont souvent plus faibles que la précision de mesure des caractéristiques du produit.

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Simplification de la préparation des plans de mélange (2)

k = nombre de composants

C = nombre de coefficients (a_j) du modèle mathématique

Modèle du 1er degré :

$$Y = a_1 x_1 + a_2 x_2 + \dots + a_k x_k$$

→ Au minimum k essais

Modèle du 2ème degré :

$$Y = a_1 x_1 + a_2 x_2 + \dots + a_k x_k + \sum_{(i > j)} a_{ij} x_i x_j$$

→ Au minimum $(k + k(k-1) / 2)$ essais

k	Nb de coefficients	
	1 ^{er} degré	2 nd degré
2	2	3
3	3	6
4	4	10
5	5	15
6	6	21
7	7	28
8	8	36

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Simplification de la préparation des plans de mélange (3)

Choisir une matrice ayant un nombre d'essais \geq nombre de coefficients à déterminer :

Nb de composants	Modèle linéaire (1er degré)			Modèle quadratique (2ème degré)		
	Nb coef	Matrice	Niv/fact	Nb coef	Matrice	Niv/fact
3	3	L4 - 4 essais	3 à 2	6	L8 - 8 essais L9 - 9 essais	1 à 4 + 2 à 2 3 à 3
4	4	L4 - 4 essais	4 à 2	10	L16 - 16 essais	4 à 4
5	5	L8 - 8 essais	5 à 2	15	L16 - 16 essais	5 à 4
6	6	L8 - 8 essais	6 à 2	21	L25 - 25 essais	6 à 5
7	7	L8 - 8 essais	7 à 2	28	L32 - 32 essais	7 à 4
8	8	L8 - 8 essais	8 à 2	36	L36 - 36 essais	8 à 3

Les matrices proposées ont été choisies (l'ordre des composants et l'affectation des concentrations et à chacun des niveaux a été optimisé pour minimiser les contraintes sur la concentration résultante du dernier composant).

→ Le nombre d'essais supplémentaires par rapport au strict nécessaire est faible (de 0 à 6)

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Simplification de la préparation des plans de mélange (4)

Construire la matrice à l'aide des facteurs :

- Ranger les composants en ordre décroissant de plage de concentration (composant A, composant B, ...),
- Le composant A ne fera pas partie de la matrice,
- Bâtir le plan avec tous les autres composants (en utilisant les matrices proposées) → les composants varient sur 2 à 5 niveaux selon le choix de la matrice,
- Calculer pour chaque essai la concentration résultante de A.
- Avantages :
- Les essais définis par la matrice :
 - ne sont pas uniquement des sommets, des centres d'arêtes ou de faces c'est-à-dire sur la périphérie du domaine (démarche classique),
 - explorent aussi l'intérieur du domaine.

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Simplification de la préparation des plans de mélange (4)

Si une matrice orthogonale facilite le dépouillement, elle impose en contre partie une combinatoire de niveaux fixes pour chacun des composants.

Les combinaisons imposées pour chacun des essais peuvent faire en sorte que la concentration résultante pour le composant A pour chacun des essais soit :

- inférieure à son niveau mini → correction à réaliser,
- supérieure à son niveau maxi → correction à réaliser,
- comprise entre ses niveaux mini et maxi → pas de correction.

La démarche proposée :

réduire les plages possibles des concentrations des $n-1$ composants pour que la concentration résultante du composant A soit comprise entre ses niveaux mini et maxi pour chaque essai.

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Simplification de la préparation des plans de mélange (4)

50%	1	2	3	4	5		1	2	3	4	0,000	Σ compos. fixes
Essai N°	Facteurs contrôlés			Procédé		Essai N°	Facteurs contrôlés				A	
	B	C	D	P1	P2		B	C	D	P1		
1	1	1	1	1	1	1	0,300	0,150	0,070	0,000	0,480	
2	1	2	2	2	2	2	0,300	0,100	0,107	0,000	0,493	
3	1	3	3	3	3	3	0,300	0,050	0,143	0,000	0,507	
4	1	4	4	4	4	4	0,300	0,000	0,180	0,000	0,520	
5	2	1	2	3	4	4	0,200	0,150	0,107	0,000	0,543	
6	2	2	1	4	3	3	0,200	0,100	0,070	0,000	0,630	
7	2	3	4	1	2	2	0,200	0,050	0,180	0,000	0,570	
8	2	4	3	2	1	1	0,200	0,000	0,143	0,000	0,657	
9	3	1	3	4	2	2	0,100	0,150	0,143	0,000	0,607	
10	3	2	4	3	1	1	0,100	0,100	0,180	0,000	0,620	
11	3	3	1	2	4	4	0,100	0,050	0,070	0,000	0,780	A corriger 0,080
12	3	4	2	1	3	3	0,100	0,000	0,107	0,000	0,793	A corriger 0,093
13	4	1	4	2	3	3	0,000	0,150	0,180	0,000	0,670	
14	4	2	3	1	4	4	0,000	0,100	0,143	0,000	0,757	A corriger 0,057
15	4	3	2	4	1	1	0,000	0,050	0,107	0,000	0,843	A corriger 0,143
16	4	4	1	3	2	2	0,000	0,000	0,070	0,000	0,930	A corriger 0,230

	Niv 1	Niv 2	Niv 3	Niv 4	correction		Vol ###	d max Max	86% 43% 37% 0%				Correction des	
					Inf	Sup			0,300	0,150	0,110	0,000	B	C
A	0,370	0,700						1	0	0	0	0	0	
B	0,300	0,200	0,100	0,000				2	0	0	0	0	0	
C	0,150	0,100	0,050	0,000				3	0	0	0	0	0	
D	0,070	0,107	0,143	0,180				4	0	0	0	0	0	

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Simplification de la préparation des plans de mélange (5)

Réduire des plages de concentration

Principe de rectification des niveaux maxi :

- Prendre la correction < 0 résultante du composant A la plus forte (par exemple : $-0,23$ pour l'essai 16),
- Répartir cette correction sur les composants qui ne sont pas à leur niveau mini (par exemple : sur B, C et D),
- Répartir cette correction proportionnellement à leur valeur de plage de concentration,
- Appliquer les corrections sur le niveau maxi de chaque composant concerné.

Une fois la 1ère correction faite on regarde s'il y a encore des corrections < 0 à faire :

- il sera peut-être nécessaire de réitérer ce processus pour
- respecter le niveau mini de concentration du composant A.

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Simplification de la préparation des plans de mélange (5-1)

50%	1	2	3	4	5
Essai N°	Facteurs contrôlés			Procédé	
	B	C	D	P1	P2
1	1	1	1	1	1
2	1	2	2	2	2
3	1	3	3	3	3
4	1	4	4	4	4
5	2	1	2	3	4
6	2	2	1	4	3
7	2	3	4	1	2
8	2	4	3	2	1
9	3	1	3	4	2
10	3	2	4	3	1
11	3	3	1	2	4
12	3	4	2	1	3
13	4	1	4	2	3
14	4	2	3	1	4
15	4	3	2	4	1
16	4	4	1	3	2

	1	2	3	4	0,000	Σ compos. fixes
Essai N°	Facteurs contrôlés				A	A corriger 0,023
	B	C	D	P1		
1	0,300	0,150	0,125	0,000	0,425	
2	0,300	0,125	0,143	0,000	0,432	
3	0,300	0,100	0,162	0,000	0,438	
4	0,300	0,075	0,180	0,000	0,445	
5	0,226	0,150	0,143	0,000	0,481	
6	0,226	0,125	0,125	0,000	0,524	
7	0,226	0,100	0,180	0,000	0,494	
8	0,226	0,075	0,162	0,000	0,538	
9	0,151	0,150	0,162	0,000	0,537	
10	0,151	0,125	0,180	0,000	0,544	
11	0,151	0,100	0,125	0,000	0,624	
12	0,151	0,075	0,143	0,000	0,631	
13	0,077	0,150	0,180	0,000	0,593	
14	0,077	0,125	0,162	0,000	0,637	
15	0,077	0,100	0,143	0,000	0,680	
16	0,077	0,075	0,125	0,000	0,723	
	74%	50%	50%	#####		

	Niv 1	Niv 2	Niv 3	Niv 4	correction		Vol ###	d max Max	Prob	Correction des	
					Inf	Sup				B	C
A	0,370	0,700						1	0	0	0
B	0,300	0,226	0,151	0,077	0,077			2	0	0	0
C	0,150	0,125	0,100	0,075	0,075			3	0	0	0
D	0,125	0,143	0,162	0,180	0,055			4	0	0	0

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Simplification de la préparation des plans de mélange (5-2)

50%	1	2	3	4	5
Essai N°	Facteurs contrôlés			Procédé	
	B	C	D	P1	P2
1	1	1	1	1	1
2	1	2	2	2	2
3	1	3	3	3	3
4	1	4	4	4	4
5	2	1	2	3	4
6	2	2	1	4	3
7	2	3	4	1	2
8	2	4	3	2	1
9	3	1	3	4	2
10	3	2	4	3	1
11	3	3	1	2	4
12	3	4	2	1	3
13	4	1	4	2	3
14	4	2	3	1	4
15	4	3	2	4	1
16	4	4	1	3	2

	1	2	3	4	0,000	Σ compos. fixes
Essai N°	Facteurs contrôlés				A	
	B	C	D	P1		
1	0,300	0,150	0,125	0,000	0,425	
2	0,300	0,125	0,143	0,000	0,432	
3	0,300	0,100	0,162	0,000	0,438	
4	0,300	0,075	0,180	0,000	0,445	
5	0,233	0,150	0,143	0,000	0,473	
6	0,233	0,125	0,125	0,000	0,517	
7	0,233	0,100	0,180	0,000	0,487	
8	0,233	0,075	0,162	0,000	0,530	
9	0,167	0,150	0,162	0,000	0,522	
10	0,167	0,125	0,180	0,000	0,528	
11	0,167	0,100	0,125	0,000	0,608	
12	0,167	0,075	0,143	0,000	0,615	
13	0,100	0,150	0,180	0,000	0,570	
14	0,100	0,125	0,162	0,000	0,613	
15	0,100	0,100	0,143	0,000	0,657	
16	0,100	0,075	0,125	0,000	0,700	

	Niv 1	Niv 2	Niv 3	Niv 4	correction		Vol 0	d max Max					Correction des		
					Inf	Sup			0,200	0,075	0,055	0,000	B	C	
A	0,370	0,700						1	0	0	0	0	0		
B	0,300	0,233	0,167	0,100	0,100			2	0	0	0	0	0		
C	0,150	0,125	0,100	0,075	0,075			3	0	0	0	0	0		
D	0,125	0,143	0,162	0,180	0,055			4	0	0	0	0	0		

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Simplification de la préparation des plans de mélange (5-3)

58%	1	2	3	4	5
Essai N°	Facteurs contrôlés			Procédé	
	B	C	D	P1	P2
1	1	1	1	1	1
2	1	2	2	2	2
3	1	3	3	3	3
4	1	4	4	4	4
5	2	1	2	3	4
6	2	2	1	4	3
7	2	3	4	1	2
8	2	4	3	2	1
9	3	1	3	4	2
10	3	2	4	3	1
11	3	3	1	2	4
12	3	4	2	1	3
13	4	1	4	2	3
14	4	2	3	1	4
15	4	3	2	4	1
16	4	4	1	3	2

	1	2	3	4	0,000	Σ compos. fixes
Essai N°	Facteurs contrôlés				A	
	B	C	D	P1		
1	0,300	0,150	0,116	0,000	0,434	
2	0,300	0,121	0,137	0,000	0,442	
3	0,300	0,092	0,159	0,000	0,449	
4	0,300	0,063	0,180	0,000	0,457	
5	0,226	0,150	0,137	0,000	0,487	
6	0,226	0,121	0,116	0,000	0,537	
7	0,226	0,092	0,180	0,000	0,502	
8	0,226	0,063	0,159	0,000	0,553	
9	0,151	0,150	0,159	0,000	0,540	
10	0,151	0,121	0,180	0,000	0,548	
11	0,151	0,092	0,116	0,000	0,641	
12	0,151	0,063	0,137	0,000	0,648	
13	0,077	0,150	0,180	0,000	0,593	
14	0,077	0,121	0,159	0,000	0,644	
15	0,077	0,092	0,137	0,000	0,694	
16	0,077	0,063	0,116	0,000	0,744	A corriger 0,044
	74%	58%	58%	#####		

	Niv 1	Niv 2	Niv 3	Niv 4	correction		Vol ###	d max Max	0,223	0,087	0,064	0,000	Prob	Correction des	
					Inf	Sup								B	C
A	0,370	0,700						1	0	0	0	0	0		
B	0,300	0,226	0,151	0,077	0,077			2	0	0	0	0	0		
C	0,150	0,121	0,092	0,063	0,063			3	0	0	0	0	0		
D	0,116	0,137	0,159	0,180	0,046			4	0	0	0	0	0		

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Simplification de la préparation des plans de mélange (5-4)

58%	1	2	3	4	5
Essai N°	Facteurs contrôlés			Procédé	
	B	C	D	P1	P2
1	1	1	1	1	1
2	1	2	2	2	2
3	1	3	3	3	3
4	1	4	4	4	4
5	2	1	2	3	4
6	2	2	1	4	3
7	2	3	4	1	2
8	2	4	3	2	1
9	3	1	3	4	2
10	3	2	4	3	1
11	3	3	1	2	4
12	3	4	2	1	3
13	4	1	4	2	3
14	4	2	3	1	4
15	4	3	2	4	1
16	4	4	1	3	2

	1	2	3	4	0,000	Σ compos. fixes
Essai N°	Facteurs contrôlés				A	
	B	C	D	P1		
1	0,300	0,150	0,116	0,000	0,434	
2	0,300	0,121	0,137	0,000	0,442	
3	0,300	0,092	0,159	0,000	0,449	
4	0,300	0,063	0,180	0,000	0,457	
5	0,240	0,150	0,137	0,000	0,472	
6	0,240	0,121	0,116	0,000	0,522	
7	0,240	0,092	0,180	0,000	0,488	
8	0,240	0,063	0,159	0,000	0,538	
9	0,180	0,150	0,159	0,000	0,511	
10	0,180	0,121	0,180	0,000	0,518	
11	0,180	0,092	0,116	0,000	0,611	
12	0,180	0,063	0,137	0,000	0,619	
13	0,121	0,150	0,180	0,000	0,549	
14	0,121	0,121	0,159	0,000	0,600	
15	0,121	0,092	0,137	0,000	0,650	
16	0,121	0,063	0,116	0,000	0,700	

	Niv 1	Niv 2	Niv 3	Niv 4	correction		Vol 0	d max Max					Correction des		
					Inf	Sup			60%	58%	58%	#####	B	C	
A	0,370	0,700						1	0	0	0	0	0	0	0
B	0,300	0,240	0,180	0,121	0,121			2	0	0	0	0	0	0	0
C	0,150	0,121	0,092	0,063	0,063			3	0	0	0	0	0	0	0
D	0,116	0,137	0,159	0,180	0,046			4	0	0	0	0	0	0	0

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Simplification de la préparation des plans de mélange (6)

Principe de rectification des niveaux mini :

- Prendre la correction > 0 résultante du composant A la plus forte (par exemple : rien dans ce cas),
- Répartir cette correction sur les composants qui ne sont pas à leur niveau maxi (par exemple : sur B, C et D),
- Répartir cette correction proportionnellement à leur valeur de plage de concentration (par exemple : sur B et D uniquement),
- Appliquer les corrections sur le niveau mini de chaque composant concerné.

Une fois la 1ère correction faite on regarde s'il y a encore des corrections > 0 à faire :

- il sera peut-être nécessaire de réitérer ce processus pour
- respecter le niveau maxi de concentration du composant A.

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Bilan de la préparation des plans de mélange

A l'aide d'1 feuille de calcul Excel spécialement conçue la détermination des niveaux mini et maxi pour chaque composant est très rapide.

Le domaine résultant est inscrit dans le domaine initial :

- les plages de concentration de chaque composant sont $<$ aux plages initiales
- les valeurs fixes de chacun des niveaux satisfont au critère d'orthogonalité imposé pour la matrice.

Concentrations initiales

	Niv 1	Niv 2	Niv 3	Niv 4
A	0,370	0,700		
B	0,300	0,200	0,100	0,000
C	0,150	0,100	0,050	0,000
D	0,070	0,107	0,143	0,180

Concentrations finales

	Niv 1	Niv 2	Niv 3	Niv 4
A	0,370	0,700		
B	0,300	0,240	0,180	0,121
C	0,150	0,121	0,092	0,063
D	0,116	0,137	0,159	0,180

Avantage :

Pas de tri des points candidats pour définir les essais avec des algorithmes mathématiques complexes.

Inconvénient :

Réduction de la plage de concentration pour chaque composant.

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Dépouillement des plans de mélange

1^{ère} façon (classique) :

- Résoudre le système de P équations (les P essais du plan) à C inconnues (C coefficients du modèle avec $P \geq C$),
- En déduire le polynôme de modélisation pour la propriété définie à optimiser,
- Calculer (maximum ou valeur cible) et en déduire la combinaison ou le domaine de combinaisons de concentration pour tous les composants.

2^{ème} façon (proposée) :

- Déterminer l'effet de la concentration pour chaque niveau de chaque composant,
- Rechercher la combinaison des niveaux de concentration des composants optimisant conjointement les propriétés du mélange (principe d'additivité des effets des composants).

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Validation des plans de mélange

Réaliser physiquement le mélange avec la combinaison théoriquement optimisée des niveaux des concentrations des composants.

Vérifier les concordances entre les prévisions données par chacun des modèles des propriétés et les valeurs réelles des propriétés mesurées.

Si cette concordance n'existe pas le modèle n'est pas validé

→ Passage d'un modèle du 1^{er} degré à un modèle du 2nd degré.

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Autre intérêt des matrices orthogonales

Influence du processus de réalisation du mélange :

Les matrices proposées ont toujours une ou plusieurs colonnes disponibles par rapport au nombre de composants testés.

Il est intéressant de les utiliser pour tester l'influence des paramètres de processus de réalisation du mélange (par exemple : ordre d'introduction, temps de mélangeage, température, ...) sur les propriétés du mélange, sans augmenter le nombre d'essai.

Exemple :

Matrice L9

Essai N°		1	2	3	4
		B	C	D	E
1		1	1	1	1
2		1	2	2	2
3		1	3	3	3
4		2	1	2	3
5		2	2	3	1
6		2	3	1	2
7		3	1	3	2
8		3	2	1	3
9		3	3	2	1

**2 colonnes pour facteurs
procédé**

		Niv 1	Niv 3
B		Min	Max
C		Min	Max

Voir en annexe toutes les matrices

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Optimisation de la stabilité des propriétés d'un mélange

Tous les procédés industriels sont soumis aux variations non maîtrisables de leur environnement (dont l'irrégularité des caractéristiques des matières approvisionnées).

Pour minimiser leur répercussion sur les propriétés du mélange, il faut :

- Mesurer les propriétés sur une série d'échantillons d'utilisation du mélange (moyenne et écart type),
- Rechercher la combinaison de l'ensemble des paramètres testés (composants et paramètres processus) permettant de minimiser la dispersion des propriétés selon l'approche Taguchi.

Cours plan d'expérience sur les plans de mélange

Conclusion sur les plans de mélange

- On peut simplifier la préparation d'un plan de mélange tout en utilisant une matrice orthogonale.
- Le dépouillement est alors beaucoup plus simple; de plus le dépouillement peut traiter la dispersion des caractéristiques si chaque essai du plan est répété.
- On peut incorporer avec les concentrations 1 ou 2 paramètres process concourant à l'obtention d'une dispersion minimale des caractéristiques.