

# Examen - Plans d'expériences - Vendredi 16 février 2024

Durée : 1 h 45. Les calculatrices sont autorisées. Les résultats doivent être encadrés.  
Le sujet et les annexes doivent être rendus en fin de séance.

## Diminution de l'acidité d'un yaourt (exercice inspiré d'une situation réelle)

Dans un laboratoire industriel un chercheur est chargé d'étudier l'influence de plusieurs facteurs susceptibles de diminuer l'acidité des yaourts. L'acidité est produite par les ferments lactiques qui transforment le lactose en acide lactique. C'est la forte concentration de cet acide qui donne le goût particulier des yaourts bulgares. L'objectif de l'étude est de diminuer le goût acide de ces laits fermentés. À cet effet, on prépare un lait stabilisé à partir d'un stabilisant naturel qui atténue les variations d'acidité du produit final, le yaourt, malgré la présence des ferments lactiques. La première étape du procédé (Figure 1) consiste à diluer le lait brut par de l'eau, opération nécessaire pour pouvoir traiter ensuite le lait brut.

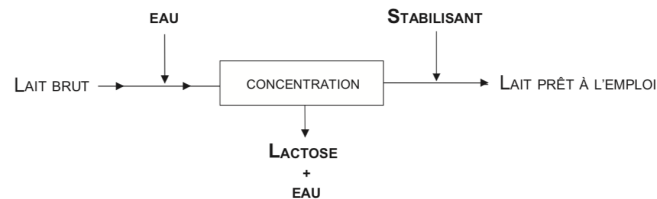


FIGURE 1 – Schéma de préparation du lait servant à fabriquer des yaourts dont l'acidité est réduite.

La seconde étape du procédé est une concentration qui élimine une partie du lactose et de l'eau. Ayant moins de lactose à leur disposition, les ferments produiront moins d'acide lactique. Les deux premières étapes ont modifié le lait qui doit être stabilisé. C'est pourquoi le lait subit un nouveau traitement. On injecte un stabilisant. Cette injection ne modifie pas le volume du lait traité. On obtient, en fin de procédé, un lait stabilisé et prêt à l'emploi.

Les trois facteurs retenus par l'expérimentateur sont :

- Facteur 1 : taux de dilution. C'est le rapport volume d'eau ajoutée/volume de lait brut.
- Facteur 2 : pH lié à l'injection de stabilisant. On ajoute la quantité nécessaire de stabilisant pour obtenir un pH donné en fin d'injection. C'est le pH qui est contrôlé.
- Facteur 3 : taux de concentration du lait. C'est le rapport volume de lait brut/ volume de lait stabilisé. Le volume de lait stabilisé est inférieur au volume de lait brut. Ce rapport est donc plus grand que l'unité.

Les niveaux haut et bas de chaque facteur sont définis par le tableau ci-dessous.

La réponse choisie par l'expérimentateur est l'« appauvrissement acide » qui mesure la perte en acide lactique. L'appauvrissement acide est d'autant meilleur que sa valeur est plus élevée. On cherchera donc des conditions de préparation du lait qui conduisent à une forte valeur de cette réponse. L'objectif est d'obtenir un lait stabilisé ayant un appauvrissement acide au moins égal à 48.

Facteur	Niveau -1	Niveau +1
Dilution	0,5	2
pH	6	5
Concentration	1,5	2,5

### 1. Questions générales

- Qu'est-ce qu'un plan d'expériences ?
- Quel est l'intérêt d'un plan d'expériences ? Donner deux exemples concrets d'applications de plans d'expériences.

### 2. Plan de Plackett & Burman (P-B).

- Convertir les facteurs du plan d'expériences en variables centrées réduites.
- Le plan P-B nécessite 4 essais expérimentaux. La matrice d'expériences est représentée ci-contre. Qu'est-ce qu'une matrice d'expériences ?
- Représenter graphiquement la position des 4 essais expérimentaux dans le domaine expérimental.
- Écrire le modèle associé du 1<sup>er</sup> degré sans interaction pour  $y_{PB}$ .
- 4 essais expérimentaux ont été réalisés. Les résultats sont exprimés ci-contre. Calculer les valeurs des coefficients  $a_i \forall i \in \llbracket 0, 3 \rrbracket$ .

$$X = \begin{pmatrix} + & - & + \\ + & + & - \\ - & + & + \\ - & - & - \end{pmatrix}$$

n° essai	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$y$
1	1	-1	1	30,9
2	1	1	-1	39,6
3	-1	1	1	35,8
4	-1	-1	-1	43,7

- f. En déduire le meilleur réglage et la meilleure réponse.
- g. Classer les effets par ordre d'importance.
- h. Avec un plan P-B, combien aurait-il eu fallu réaliser d'essais avec 7 facteurs? Et avec 12 facteurs?

### 3. Comparaison des effets moyens et des interactions

- a. On réalise un plan factoriel complet (pfc). Écrire le modèle du premier degré avec interactions pour  $y_{pfc}$ .
- b. Combien d'essais expérimentaux devons-nous réaliser au minimum?
- c. Pour planifier les essais expérimentaux, nous utilisons l'ordre de Yates : le 1er facteur suit une série de  $(-, +)$ , le second une série de  $(-, -, +, +)$  et le troisième une série  $(-, -, -, -, +, +, +, +)$ . On donne en Annexe 1 une grille de dépouillement. Remplir la grille.
- d. Classer les effets par ordre d'importance.
- e. Réécrire le modèle en remplaçant les valeurs des coefficients  $a_i$  par leur valeur numérique.
- f. Ce plan est-il saturé?
- g. Comment expliquer les différences de valeurs entre les coefficients du modèle du plan P-B et celles du plan factoriel complet?
- h. Imaginons que nous avons, au départ, 7 facteurs à 2 modalités. Combien d'essais expérimentaux aurions-nous dû réaliser pour un plan factoriel complet?
- i. Combien y aurait-il eu de coefficients d'interactions à 2 facteurs?

### 4. Validation des modèles

On cherche à tester la validité des modèles mis en place. Pour cela, on décide de réaliser 4 mesures au centre du domaine expérimental. On obtient les résultats suivants :

$$y_{c1} = 50,8 \quad y_{c2} = 49,9 \quad y_{c3} = 49,4 \quad y_{c4} = 50,3$$

- a. Calculer la moyenne et l'écart-type estimé des réponses mesurées au centre. En déduire l'intervalle de confiance à 95% autour de la valeur centrale.
- b. Conclure sur la validité des 2 modèles déterminés en partie 2. et 3.

### 5. Modèle du 2<sup>nd</sup> degré

On cherche désormais à prendre en compte les non-linéarités (NL) du système. On ajoute alors 3 nouveaux termes par rapport au modèle précédent.

- a. Écrire le nouveau modèle du 2<sup>nd</sup> degré pour  $y_{NL}$ .  
On met en place un plan composite centré pour déterminer ce modèle. On va réaliser 6 nouveaux essais expérimentaux. Ils sont disposés en étoile et écartés d'une distance  $\alpha = 1,414$  par rapport au centre du domaine expérimental.
- b. Donner les coordonnées des 6 nouveaux essais dans l'espace centré réduit.
- c. Donner leur conversion en terme de dilution, pH et concentration.
- d. Écrire la matrice complète du plan composite centré.
- e. Le plan composite centré est-il saturé?

Après résolution numérique des équations, on obtient

$$y_{NL} = 50,1 - 0,07x_1 - 0,11x_2 + 0,06x_3 + 4,22x_1x_2 - 0,32x_1x_3 + 2,2x_2x_3 + 0,07x_1^2 - 3,55x_2^2 - 9,1x_3^2$$

### 6. Validation du modèle du 2<sup>nd</sup> degré

On réalise (2 fois) 4 essais expérimentaux de contrôle en 2 points différents  $C_5$  et  $C_6$ . On obtient les résultats ci-après. Donnez votre appréciation sur la validité du modèle.

$$C_5\left(-\frac{1}{2}; -\frac{1}{2}; -\frac{1}{2}\right) : \quad y_{51} = 48,3 \quad y_{52} = 49,5 \quad y_{53} = 48,1 \quad y_{54} = 49,1$$

$$C_6\left(\frac{1}{2}; \frac{1}{2}; \frac{1}{2}\right) : \quad y_{61} = 48,9 \quad y_{62} = 48,3 \quad y_{63} = 48,1 \quad y_{64} = 47,8$$

### 7. Préviation du modèle - Analyse d'une fonction à plusieurs variables

- a. Quelles sont les coordonnées du point critique?
- b. Est-ce un point optimum pour cette expérience? À quelles conditions expérimentales correspond-il? Quel est l'appauvrissement acide en ce point? Répond-il à l'objectif initial?

## Annexe 1 - Grille de dépouillement

Essai	Réponse Y	Facteur $x_1$	Facteur $x_2$	Facteur $x_3$	Produit $x_1.x_2$	Produit $x_1.x_3$	Produit $x_2.x_3$	Produit $x_1.x_2.x_3$
1	43,7	-	-	-				
2	35,8	+	-	-				
3	30,7		+	-				
4	39,6		+	-				
5	40,1			+				
6	30,9			+				
7	35,8			+				
8	43,5			+				
Moyenne y positifs								
Moyenne y négatifs								
Coeff du modèle	$a_0 =$	$a_1 =$	$a_2 =$	$a_3 =$	$a_{12} =$	$a_{13} =$	$a_{23} =$	$a_{123} =$

**Rappels :** Écart-type :  $s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n - 1}}$

Intervalle de confiance à 95% :  $\left[ \bar{y} - \frac{2s}{\sqrt{n}} ; \bar{y} + \frac{2s}{\sqrt{n}} \right]$