

Devoir surveillé - Plans d'expériences

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.

1 Introduction et mise en contexte

Une entreprise spécialisée dans la production d'huiles essentielles cherche à **optimiser son procédé d'extraction** d'une huile essentielle obtenue par **hydrodistillation**. L'objectif est d'**augmenter le rendement d'extraction** tout en garantissant la qualité des composés aromatiques.

Facteur	Description	Niveau -1	Niveau +1
x_1	Température d'extraction (°C)	50°C	90°C
x_2	Temps d'extraction (min)	40 min	120 min
x_3	Ratio solvant/matière première (L/kg)	2 L/kg	10 L/kg
x_4	Taille des particules végétales (mm)	0.5 mm	2 mm
x_5	Pression appliquée (bar)	1 bar	5 bars
x_6	Teneur en eau de la matière première (%)	5%	20%

TABLE 1 – Facteurs influençant le rendement d'extraction et leurs niveaux expérimentaux

2 Questions générales sur les plans d'expériences

1. Qu'est-ce qu'un plan d'expériences ?
2. Pourquoi utiliser un plan d'expériences ? Donner deux applications industrielles différentes.
3. Donner la relation pour transformer un facteur X_i en son facteur centré réduit x_i .

3 Plan de Plackett-Burman (PB) avec 6 facteurs

Essai	x_1	x_2	x_3	x_4	x_5	x_6	y (%)
1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	55.0
2	+1	+1	-1	-1	+1	-1	47.0
3	+1	+1	+1	-1	-1	+1	56.0
4	-1	+1	+1	+1	-1	-1	46.6
5	+1	-1	+1	+1	+1	-1	62.0
6	-1	+1	-1	+1	+1	+1	50.2
7	-1	-1	+1	-1	+1	+1	57.4
8	-1	-1	-1	-1	-1	-1	49.6

TABLE 2 – Matrice expérimentale du plan PB

Essai	x_1	x_2	x_3	y (%)
1	-1	-1	-1	49.6
2	+1	-1	-1	55.0
3	-1	+1	-1	50.2
4	+1	+1	-1	47.0
5	-1	-1	+1	57.4
6	+1	-1	+1	62.0
7	-1	+1	+1	46.6
8	+1	+1	+1	56.0

TABLE 3 – Matrice expérimentale du pfc

4. Écrire le modèle du 1er degré sans interaction incluant les 6 facteurs.
5. Comment savoir si ce plan est orthogonal ?
6. Ce plan est-il saturé ?
7. Calculer les coefficients a_i et classer les effets par importance.
8. Tracer un graphique de Pareto des effets. Pour cela, calculer p_i la contribution relative de chaque facteur x_i par $p_i = \frac{a_i^2}{\sum_{j=1}^7 a_j^2}$
9. Quel serait l'impact sur le plan PB d'avoir 12 facteurs au lieu de 6 ?
10. Quel est le réglage optimal des paramètres pour maximiser le rendement en huile essentielle ?
11. À ce stade, quelles recommandations feriez-vous à l'industriel ?

4 Comparaison avec un plan factoriel complet (pfc)

Nous allons considérer pour la suite que seuls x_1 , x_2 et x_3 influencent le rendement d'extraction.

12. Pourquoi n'avons-nous pas choisi de conserver les 6 facteurs pour le pfc ?
13. Dans ce cas, combien y aurait-il eu de termes d'interaction à 3 facteurs ?
14. D'où vient le nom pfc 2^n ?
15. Écrire le modèle du premier degré avec interactions pour x_1 , x_2 et x_3 .
16. Combien de **nouveaux** essais expérimentaux ont dû être réalisés pour ce pfc ?
17. Remplir la grille de dépouillement (**Annexe 1**) pour calculer les coefficients du modèle.
18. Interpréter les résultats : quels sont les facteurs les plus influents ? Quelles interactions sont significatives ? Comparaison avec le plan PB : quelles différences ?

5 Validation des modèles

On réalise 4 essais au centre du domaine expérimental ($x_1 = 0, x_2 = 0, x_3 = 0$) : on obtient $y_{c1} = 51.0$, $y_{c2} = 51.4$, $y_{c3} = 50.8$, $y_{c4} = 51.6$.

19. Quel est l'intervalle de confiance expérimental à 95 % ? Rappel des équations en bas de page.
20. Le modèle est-il valide ?

6 Modèle du second degré (non-linéarités)

21. Écrire le nouveau modèle du 2nd degré pour y_{NL} .

On met en place un plan composite centré (pcc) 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 :

$C_1(+\alpha, 0, 0)$; $C_2(-\alpha, 0, 0)$; $C_3(0, +\alpha, 0)$; $C_4(0, -\alpha, 0)$; $C_5(0, 0, +\alpha)$; $C_6(0, 0, -\alpha)$.

22. Donner la conversion de chacun des points C_i en unités de température d'extraction, temps d'extraction et de ratio solvant/matière première.
23. Écrire la matrice d'expérience complète du plan composite centré.
24. Ce plan composite centré est-il saturé ?

7 Validation du modèle du second degré

Après résolution numérique des équations, on obtient le modèle non-linéaire suivant :

$$y_{NL} = 51.10 + 1.97x_1 - 1.91x_2 + 2.31x_3 - 0.47x_1x_2 + 1.48x_1x_3 - 1.17x_2x_3 + 1.67x_1x_2x_3 + 0.37x_1^2 + 0.57x_2^2 + 0.92x_3^2$$

On réalise alors (2 fois) 4 essais expérimentaux de contrôle en 2 points différents C_7 et C_8 .

$$C_7\left(-\frac{1}{2}; -\frac{1}{2}; -\frac{1}{2}\right) : \quad y_{71} = 50.1 \quad y_{72} = 50.3 \quad y_{73} = 50.2 \quad y_{74} = 50.5$$

$$C_8\left(\frac{1}{2}; \frac{1}{2}; \frac{1}{2}\right) : \quad y_{81} = 52.8 \quad y_{82} = 52.9 \quad y_{83} = 52.7 \quad y_{84} = 53.0$$

25. Le modèle est-il valide ?
26. Dans notre modèle y_{NL} , y a-t-il un point critique qui puisse maximiser le rendement d'extraction de l'huile essentielle ?
27. Quelle stratégie allez-vous mettre en place pour optimiser ce rendement ?

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

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

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	49.6	-	-	-				
2	55.0	+	-	-				
3	50.2	-	+	-				
4	47.0	+	+	-				
5	57.4	-	-	+				
6	62.0	+	-	+				
7	46.6	-	+	+				
8	56.0	+	+	+				
Moyenne y positifs								
Moyenne y négatifs								
Coeff du modèle	$a_0 =$	$a_1 =$	$a_2 =$	$a_3 =$	$a_{12} =$	$a_{13} =$	$a_{23} =$	$a_{123} =$