

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 agroalimentaire produit des levures destinées à la panification. Elle souhaite **optimiser un procédé de fermentation en cuve** afin de **maximiser la productivité en biomasse** notée y (en $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$), tout en conservant un fonctionnement industriel stable et reproductible.

Plusieurs paramètres physico-chimiques peuvent influencer la croissance, et certains peuvent **interagir** entre eux. L'entreprise décide de mettre en place une démarche de **plan d'expériences**.

Facteur	Description	Niveau -1	Niveau +1
x_1	Température de fermentation ($^{\circ}\text{C}$)	28 $^{\circ}\text{C}$	36 $^{\circ}\text{C}$
x_2	pH du milieu	4.5	5.9
x_3	Concentration initiale en glucose (g/L)	30	90
x_4	Temps de fermentation (h)	10	18
x_5	Taux d'aération (vvm)	0.1	1.0
x_6	Azote assimilable (g/L)	0.5	2.0

TABLE 1 – Facteurs influençant la productivité en biomasse 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 réel X_i en son facteur centré réduit x_i .

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

Afin d'identifier rapidement les facteurs les plus influents, on réalise un plan de Plackett-Burman (PB). La matrice expérimentale et les réponses obtenues sont données ci-dessous.

Essai	x_1	x_2	x_3	x_4	x_5	x_6	y
1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	2.39
2	+1	+1	-1	-1	+1	-1	1.86
3	+1	+1	+1	-1	-1	+1	2.36
4	-1	+1	+1	+1	-1	-1	2.01
5	+1	-1	+1	+1	+1	-1	2.90
6	-1	+1	-1	+1	+1	+1	1.72
7	-1	-1	+1	-1	+1	+1	2.56
8	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1.83

TABLE 2 – Matrice expérimentale du plan PB

Essai	x_1	x_2	x_3	y
1	-1	-1	-1	1.83
2	+1	-1	-1	2.39
3	-1	+1	-1	1.72
4	+1	+1	-1	1.86
5	-1	-1	+1	2.56
6	+1	-1	+1	2.90
7	-1	+1	+1	2.01
8	+1	+1	+1	2.36

TABLE 3 – Matrice expérimentale du pfc

4. Écrire le modèle du 1er degré sans interaction incluant les 6 facteurs.
5. Ce plan est-il orthogonal ? Expliquer **précisément** ce qu'il faut faire pour le vérifier.
6. Ce plan est-il saturé ? Justifier précisément.
7. Calculer les coefficients a_i et classer les effets par importance.
8. Tracer, à la main, un graphique de Pareto des effets. Pour cela, calculer p_i la contribution relative de chaque facteur : $p_i = \frac{a_i^2}{\sum_{j=1}^6 a_j^2}$.

9. Comment serait modifié le plan PB avec 11 facteurs au lieu de 6 ?
10. Quel est le réglage optimal des paramètres pour maximiser y ? Quel rendement attendu ?
11. À ce stade, avec ces analyses, quelles recommandations feriez-vous à l'industriel ?

4 Comparaison avec un plan factoriel complet (pfc)

Pour la suite, on considère que seuls x_1 , x_2 et x_3 influencent significativement la productivité. On réalise alors un plan factoriel complet 2^3 dont la matrice et les réponses sont données en Table 3.

12. Pourquoi n'avons-nous pas choisi de conserver les 6 facteurs pour le pfc ?
13. Dans ce cas à 6 facteurs, combien y aurait-il eu de termes d'interaction à 4 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 : $y_{c1} = 2.03$, $y_{c2} = 2.06$, $y_{c3} = 2.05$, $y_{c4} = 2.04$.

19. Quel est l'intervalle de confiance expérimental à 95% ? *rappels 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 avec interactions pour y_{NL} .

On met en place un plan composite centré (pcc) avec 6 essais en étoile, 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 réelles (température, pH, glucose).
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 :

$$y_{NL} = 2.05 + 0.18x_1 - 0.21x_2 + 0.26x_3 - 0.05x_1x_2 + 0.08x_1x_3 - 0.10x_2x_3 + 0.07x_1x_2x_3 + 0.06x_1^2 + 0.09x_2^2 + 0.12x_3^2.$$

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

$$C_7 \left(-\frac{1}{2}, -\frac{1}{2}, -\frac{1}{2} \right) : \quad y_{71} = 1.97, \quad y_{72} = 1.98, \quad y_{73} = 1.99, \quad y_{74} = 1.96,$$

$$C_8 \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2} \right) : \quad y_{81} = 2.22, \quad y_{82} = 2.23, \quad y_{83} = 2.21, \quad y_{84} = 2.24.$$

25. Le modèle est-il valide ?
26. Dans notre modèle y_{NL} , comment savoir s'il y a un point critique qui puisse maximiser la productivité ? (*expliquer la stratégie*)
27. À l'aide de votre modèle, quelle stratégie allez-vous mettre en place pour optimiser la productivité de manière robuste en industrie ?

Rappels : Écart-type : $s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n - 1}}$ Intervalle de confiance à 95% : $\left[\bar{y} - \frac{2s}{\sqrt{n}} ; \bar{y} + \frac{2s}{\sqrt{n}} \right]$

Annexe 1 - Grille de dépouillement

Essai	Réponse Y	Facteur x_1	Facteur x_2	Facteur x_3	Produit x_1x_2	Produit x_1x_3	Produit x_2x_3	Produit $x_1x_2x_3$
1	1.83	-	-	-				
2	2.39	+	-	-				
3	1.72	-	+	-				
4	1.86	+	+	-				
5	2.56	-	-	+				
6	2.90	+	-	+				
7	2.01	-	+	+				
8	2.36	+	+	+				
Moyenne y positifs								
Moyenne y négatifs								
Coeff. du modèle	$a_0 =$	$a_1 =$	$a_2 =$	$a_3 =$	$a_{12} =$	$a_{13} =$	$a_{23} =$	$a_{123} =$