

MA-510-05-1

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

جامعة سعد دحلب البليدة
UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA



كلية العلوم
معهد الرياضيات

FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE MATHEMATIQUES



MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
POUR L'OBTENTION DU DIPLOME DE MASTER EN
MATHEMATIQUES

OPTION : RECHERCHE OPERATIONNELLE

PLANS DE MELANGES

ETUDE

ET PROGRAMMATION

Présenté par :

BADJI Azzedine
BOUYAHIA Sid-Ali

Président du jury

Promoteur :

EL MOSSAOUI Hichem

FAROUK HANNANE

Promotion: 2010/2011

MA-510-05-1

problème de MRE

RESUME

La méthodologie de la recherche expérimentale (MRE) est un ensemble de méthodes et modes de raisonnement destinés à tout expérimentateur désirant faire de la planification expérimentale. Elle a pour objet de lui permettre d'optimiser l'efficacité de sa recherche expérimentale quelque soit sa branche d'activité. Pour ce faire, elle va l'aider à exprimer au mieux son problème et lui proposer des stratégies expérimentales (enchaînement de plans d'expériences dans le temps) optimales en fonction des objectifs qu'il s'est fixé et des moyens dont il dispose. Cette méthodologie de conduite des recherches et d'organisation des essais qui est décrite dans notre logiciel apporte souplesse, sûreté et gain de temps.

ABSTRACT

Methodology of the experimental Research (MER) is a group of methods and ways of maturity to all experimentators who want to make experimental planification. Its objective is to permit success in their research efficacy in every field of activities. For that it will help them to solve their problems and their experimental strategies. This methodology brings simplicity, precision, security and gain of time.

المخلص

إن طريقة المنهج التجريبي هي مجموعة من الطرق و وسائل للتحليل يستعملها الباحثون من أجل تخطيط تجاربهم. الهدف من الطريقة السماح للباحثين في تجويد فعالية تجاربهم مهما كان ميدان تخصصهم كما يساعدهم على تحليل المشكل لطرح استراتيجيات بحثه ذات جودة عالية (فعالية) بدلالة الأهداف المسطرة و الوسائل المتوفرة لهذه المنهجية التي تقود إلى تنظيم الأبحاث و التجارب و المعرفة بطريقة سهلة و مضمونة بالإضافة إلى ربح الوقت .

REMERCEMENTS

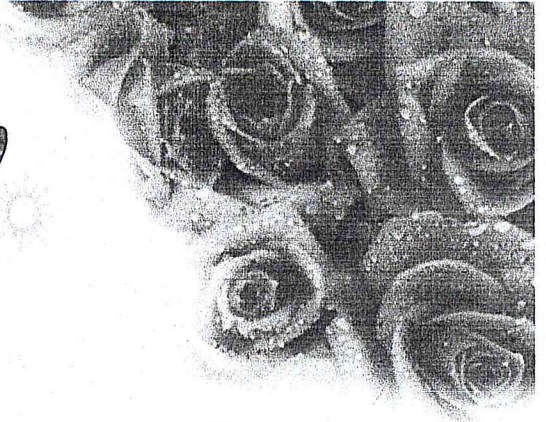
Avant toute chose, nous tenons à remercier le Dieu le tout puissant de nous avoir donné la volonté, la patience et le courage de poursuivre et d'achever ce travail dans les bonnes conditions.

*Nos vifs remerciements accompagnés de toute notre gratitude vont tout d'abord à notre promoteur **Mr H. El MOUSSAOUI** pour nous avoir encadré, dirigé et conseillé tout long de ces mois de travail ainsi pour ces aide précieuses lors de la correction de ce mémoire et **Mr F.HANNANE** pour les nombreux conseils, les informations et la bibliographiques qui nous a fournis sur les plans d'expériences.*

Nous n'oublierons pas le soutien constant et les encouragements de notre grande famille.

En fin, on tient à remercier les membres de jury qui vont faire l'honneur d'apprécier notre travail.

Dédicace



Je dédie ce modeste travail à mes très chers parents pour leurs sacrifices afin d'atteindre mon but, je leur souhaite le bonheur et la bonne santé.

A tous mes frères et mes sœurs et à toute ma grande famille.

A mon binôme Sid-Ali et toute sa famille.

A tous mes amis particulièrement mon frère Mahmoud BOUINOUN.

A tous les gens qui connaissent Azzedine BADJI.



Dédicace



Je dédie ce modeste travail à mes très chers parents qui m'ont toujours soutenu pendant toute ma vie, je leur souhaite le bonheur et la bonne santé.

A toute ma grande famille ; frères oncles tantes cousins cousines ;

A toute personne porte des sentiments pour moi ;

Merci à tous ceux qui m'ont aidé près ou de loin.

Et a tous mes amis



TABLE DES MATIERES

RESUME	
REMERCEMENTS	
DEDICACES	
TABLE DES MATIERES	
LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX	
LISTE DES SYMBOLES	
INTRODUCTION GENERALE	01
1. GENERALITES SUR LES PLANS D'EXPERIENCE	03
1.1. Espace expérimental	04
1.1.1 Terminologie	04
1.1.1.1 Réponse	04
1.1.1.2 Facteurs	04
1.1.2 Domaine d'étude, surface de réponse	06
1.1.3 Coordonnées centrées réduites	08
1.1.4 Plans d'expériences	08
1.1.5 Matrice d'expériences	09
1.2 Notion de modélisation mathématique	09
1.2.1 Modèles mathématiques pour plans d'expériences	10
1.2.1.1 Modèle du mathématicien	10
1.2.1.2 Modèle de l'expérimentateur	11
1.2.1.3 Modèle du statisticien	11
1.3 Forme matricielle d'un système d'équations	12
1.4 Divers plans d'expériences	14
2. ESTIMATION DES COEFFICIENTS, VALIDATION DES MODELES	17
2.1 Régression multilinéaire MLR (Multilinear Régression)	17
2.1.1 Hypothèses de la régression multilinéaire	18
2.1.2 Principe	18
2.2 Estimation des coefficients par la méthode des moindres carrés	20
2.2.1 Condition de validité	20
2.2.2 Estimation des coefficients	20
2.3 Propriétés des coefficients	22

2.3.1	Espérance mathématique des coefficients	22
2.3.2	Variance des coefficients	22
2.4	Évaluation de la qualité des modèles	23
2.4.1	Examen graphique des résultats	23
2.4.2	Analyse de la variance	24
2.4.2.1	Propriétés de y , \hat{y} et e	24
2.4.2.2	Signification du modèle	24
2.4.3	Tests statistiques	26
2.4.3.1	Le coefficient de corrélation multiple R^2	26
2.4.3.2	Le R^2 ajusté	26
2.4.3.3	Le Q^2	27
2.4.4	Analyse des résidus	27
3.	PLANS DE MELANGES	28
3.1	Formulation d'un mélange	29
3.2	Représentation graphique d'un mélange	29
3.2.1	Mélange à deux constituants	29
3.2.2	Lecture du diagramme des mélanges binaires	31
3.2.3	Mélanges à trois constituants	32
3.2.4	Lecture du diagramme des mélanges ternaires	33
3.2.5	Mélanges à quatre constituants	35
3.4	Représentation des mélanges par des tableaux	36
3.4.1	Mélange à deux constituants	36
3.5	Modèles mathématiques pour les plans de mélanges	37
3.5.1	Modèle du premier degré	37
3.5.2	Modèle du second degré	37
3.5.3	Modèle du troisième degré	37
3.6	Différents types de plans de mélanges	38
3.6.1	Plan de type I	38
3.6.1.2	Plans en réseaux	38
3.6.1.3	Plans de mélanges centrés	43
3.6.1.3	Plans de mélanges centrés augmentés	44
3.6.2	Plan de type II	45
3.6.2.1	L'existence du domaine expérimental	46

3.6.2.2	Calcul de la composition des mélanges expérimentaux	48
3.6.3	Plan de type III	50
3.6.3.1	L'existence du domaine expérimental	51
3.6.3.2	Principe de la démarche	53
3.6.3.2.1	Compatibilité des limites	53
3.6.3.2.2	Calcul du nombre de sommets, arêtes et faces	56
3.6.3.2.3	Algorithme XVERT de Snee&Marquardt	57
4.	CRITERES D'OPTIMALITE ET PLANS D-OPTIMAUX	59
4.1	Estimation des paramètres et prédiction	60
4.1.1	Modélisation	60
4.1.2	Précision sur les coefficients	60
4.1.3	La prédiction	61
4.1.4	La fonction de variance de prédiction	62
4.2	Les critères d'optimalités	63
4.2.1	Qualité de la représentation des coefficients	64
4.2.2	Critère A	65
4.2.3	Critère D	65
4.2.4	Critère E	65
4.2.5	Critère G	66
4.2.5.1	Efficacité-G	66
4.2.6	Critère M	66
4.2.7	Critère d'orthogonalité	67
4.2.8	Critère de presque orthogonalité	67
4.2.9	Critère d'iso variation par rotation	67
4.3	Plans D-optimaux	67
4.3.1	Principe des plans D-Optimaux	68
4.3.2	La construction des plans D-Optimaux	69
4.3.3	L'algorithme d'échange	69
4.3.3.1	Algorithme d'échange de Fedorov	70
4.3.3.2	Organigramme de l'algorithme de Fedorov	71
5.	DESCRIPTION DE L'INTERFACE GRAPHIQUE	73
5.1	Description de l'interface	73
5.2	Exemple : La formulation d'un vernis d'émaillage, en utilisant un plan de	

mélanges centré augmenté	74
5.2.1 Description de l'étude et objectif	74
5.2.2 Données du problème	75
5.2.3. Plan choisi	76
5.2.4 Expérimentation	76
5.3 Traitement de l'exemple précédent par l'interface graphique	77
5.3.1 Description de la barre des menus	77
5.3.1.1 Menu fichier	77
5.3.1.1.1 Nouveau	77
5.3.1.1.2 Quitter	82
5.3.1.2 Menu aide	82
CONCLUSION	83
REFERENCES	84

LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX

Figure 1.1	Schéma représentant les facteurs et les réponses	4
Figure 1.2	Domaine de variation du facteur	5
Figure 1.3	Définition de l'espace expérimental	6
Figure 1.4	Niveaux des facteurs définissant des points expérimentaux dans l'espace expérimental	6
Figure 1.5	Définition du domaine d'étude	7
Figure 1.6	Définition de surface de réponse	7
Figure 1.7	La théorie des plans d'expériences montre que les meilleurs emplacements sont les sommets A, B, C et D du domaine d'étude	8
Figure 2.1	Droite des moindres carrés	19
Figure 3.1	Représentation d'un mélange dans un système d'axes cartésiens	30
Figure 3.2	Les compositions des mélanges à deux constituants peuvent être représentées par les points du segment de droite AB.	30
Figure 3.3	Représentation des mélanges à deux constituants sur un segment de droite.	31
Figure 3.4	Représentation de mélange M sur un segment de droite.	31
Figure 3.5	Représentation dans un système d'axes cartésiens d'un mélange de trois produits.	32
Figure 3.6	Représentation de l'ensemble des mélanges à trois constituants dans l'espace cartésien des trois produits A, B et C.	33
Figure 3.7	Représentation des mélanges à trois constituants à l'aide d'un triangle équilatéral.	34
Figure 3.8	Représentation des mélanges à quatre constituants par un tétraèdre régulier.	35
Figure 3.9	Plan de mélanges ne comportant que les trois produits purs.	39
Figure 3.10	Plan de mélanges en réseaux comportant les trois produits purs et les mélanges moitié-moitié.	40
Figure 3.11	Plan de mélanges en réseaux comportant les trois produits purs et les mélanges 1/3-2/3 et 1/3-1/3-1/3. Ce plan est noté {3,3}.	42
Figure 3.12	Plan de mélanges centre comportant les trois produits purs, les mélanges moitié-moitié et le mélange équiportion des trois produits purs.	43

Figure 3.13	Plan de mélanges centré augmenté comportant les trois produits purs, les mélanges moitié-moitié, le mélange équiproportion des trois produits et les mélanges situés aux centres de gravité des simplexes unitaires.	44
Figure 3.14	Les limites basses de tous les produits définissent deux zones la zone interdite (zone ombrée) et la zone autorisée qui a la même forme géométrique que le domaine initial.	46
Figure3.15	La somme des limites basses de tous les constituants égale à 0.	46
Figure3.16	La somme des limites basses de tous les constituants.	47
Figure3.17	La somme des limites basses de tous les constituants.	47
Figure3.18	La somme des limites basses de tous les constituants.	47
Figure 3.19	Le triangle PQR représente le domaine d'étude restreint. Le point E est un mélange dont la composition peut être exprimée avec les corps purs A, B et C ou avec pseudo corps purs P, Q et R.	48
Figure 3.20	Représentation du mélange E dans triangle A'B'C'.	49
Figure 3.21	L'abscisse du mélange E sur A'B'.	50
Figure 3.22	La teneur en produit A ne peut pas être supérieure à la limite haute U_1 et inférieure à la limite basse L_1 . Les proportions de ce produit dans les mélanges varient donc entre L_1 et U_1 . Le domaine d'étude est divisé en trois zones : deux zones interdites (zones ombrées) et une zone autorisée (zone claire).	51
Figure 3.23	La somme des limites hautes de tous les constituants égale à 2.	51
Figure 3.24	La somme des limites hautes de tous les constituants supérieure à 1.	52
Figure 3.25	La somme des limites hautes de tous les constituants supérieure à 1.	52
Figure 3.26	La somme des limites hautes de tous les constituants égale à 1.	52
Figure 3.27	Les limites basses forment un triangle A'B'C' qui doit être coupé par toutes les limites hautes pour que les limites soient compatibles. Ici L_3 n'est pas compatible avec les autres limites.	54
Figure 3.28	les limites hautes forment un triangle A'B'C' qui doit être coupé par toutes les limites basses pour que les limites soient compatibles. Ici L_1 n'est pas compatible avec les autres limites.	55
Figure 4.1	Ellipsoïde de confiance.	64
Figure 4.2	Principe des plans D-optimaux.	68
Figure 5.1	Fenêtre principale	73

Figure 5.2	Les points gris et les points blancs serviront à établir le modèle	75
Figure 5.3	Menu fichier	77
Figure 5.4	Choix de type	78
Figure 5.5	Nombre des constituants	78
Figure 5.6	Type1	78
Figure 5.8	Introduction des réponses	79
Figure 5.9	Matrice d'expérience	79
Figure 5.10	Etude complète	80
Figure 5.11	Choix de modèle	80
Figure 5.12	Coefficients <i>des Modèles</i>	81
Figure 5.13	Analyse de variances	81
Figure 5.14	Histogramme des coefficients	82
Figure 5.15	Isoréponses	82
Figure 5.16	Aide	82
Tableau 1.1	Matrice d'expériences	9
Tableau 1.2	Matrice d'expériences d'un plan 2^2 .	15
Tableau 1.3	Matrice d'expériences d'un plan 2^3 .	15
Tableau 2.1	Présentation des résultats d'essais pour une régression simple.	18
Tableau 2.2	Présentation des résultats d'expériences pour une régression multiple.	19
Tableau 3.1	Représentation en tableau d'un mélange à deux constituants	36
Tableau 3.2	Plan de mélanges en réseaux (<i>simplex lattice designs</i>) comportant les trois produits purs	39
Tableau 3.3	Plan de mélanges en réseaux comportant les trois produits purs et les mélanges moitié-moitié.	40
Tableau 3.4	Plan de mélanges en réseaux $\{q, m\}$	41
Tableau 3.5	Plan de mélanges en réseaux comportant les trois produits purs et les mélanges $1/3-2/3$ et $1/3-1/3-1/3$. Ce plan est noté $\{3,3\}$	42

Tableau 3.6	Plan de mélanges centré pour trois produits	44
Tableau 3.7	Plan de mélanges centré augmenté pour trois constituants.	45
Tableau 5.1	Plan de mélanges centré augmenté	77

LISTE DES SYMBOLES ET ABREVIATION

- a_0 : Constant d'un modèle.
- a_i : Coefficients des termes de premier degré
- $a_{i,i}$: Coefficients des termes carrés
- $a_{i,j}$: Coefficients des termes rectangles
- \hat{a}_i : Coefficients des variables x_i dans un modèle déterminé par la méthode des moindres carrés
- A : Vecteur des coefficients du modèle
- \hat{A} : Vecteur des coefficients déterminés par la méthode des moindres carrés
- $d(\hat{y}_u)$: Fonction d'erreur de prédiction
- $d^2(\hat{y}_u)$: Fonction de la variance de prédiction
- ddl : Degré de liberté
- Δ : L'écart d'ajustement
- e_i : Écart résiduel
- ε_i : Valeur vraie de l'écart e_i
- e : Vecteur des écarts
- E : Espérance mathématique
- $Eff-G$: Efficacité vis à vis du critère G
- f : Fonction
- F : F de Fisher-Snedecor
- k : Nombre de facteurs
- $E(y_i)$: Réponse théorique de l'essai n° i
- n_0 : Nombre d'essais au centre du domaine d'étude
- n_f : Nombre d'essais du plan factoriel
- N : Nombre d'essais d'un plan d'expériences
- p : Nombre de facteur supplémentaires pour un plan fractionnaire

q	: Nombre de coefficients d'un modèle mathématique
Q^2	: Coefficient de prédiction
R^2	: Coefficient de corrélation
$R^2_{ajusté}$: Coefficient de corrélation ajusté
s^2	: Estimation de variance
σ_y	: Écart-type de l'erreur sur les réponses mesurées
σ^2	: Variance des écarts
$\sigma(\hat{a}_i)$: Écart-type des coefficients déterminés par la méthode des moindres carrés
$\text{var}(\hat{A})$: Variance des coefficients estimés par la méthode des moindres carrés
$\text{var}(\hat{y})$: Variance de l'erreur sur les réponses mesurées
x_i	: Niveau attribué aux différents facteurs et exprimé en valeurs centrées réduite, variable i
x_{ij}	: Élément de la ligne i et de la colonne j de la matrice X
X	: Matrice de calcul
${}^t X$: Matrice transposée de X
$({}^t X X)$: Matrice d'information
$({}^t X X)^{-1}$: Matrice de dispersion
y_i	: Réponse de l'essai n° i
y	: Vecteur des réponses observées
\hat{y}_i	: Réponse prédite de l'essai i
\hat{y}	: Vecteur des réponses prédites
Y	: Matrice des réponses observées
z	: Niveau attribué au facteur exprimé en unité courante
z_0	: Valeur centrale de l'intervalle $[-1, +1]$ exprimé en unité courante

Introduction Générale

Introduction générale

La méthode des plans d'expériences n'est pas une technique nouvelle, elle date en fait du début du siècle avec les travaux de Fisher en 1925 [17]. Les premiers utilisateurs de ces méthodes furent les agronomes qui ont vite compris l'intérêt des plans d'expériences et notamment la réduction du nombre d'essais lorsqu'on étudie de nombreux paramètres. Les plans d'expériences ont pris un essor considérable avec le développement de l'informatique et la puissance de calcul qui l'accompagne [22].

L'aspect le plus important des plans d'expériences est qu'ils fournissent un cadre mathématique rigoureux permettant de modifier tous les facteurs simultanément et de faire avec un ensemble raisonnable d'essais expérimentaux et de proposer une ou plusieurs stratégies pour résoudre un problème particulier posé par la recherche expérimentale.

Les plans d'expériences devraient faire partie de bagage scientifique de tout expérimentateur. Ce n'est pas encore le cas et c'est pour cette raison que nous avons entrepris la rédaction du présent travail. En effet, les plans d'expériences servent à optimiser l'organisation des essais. Cette organisation permet d'obtenir le maximum de renseignements avec le minimum d'expériences.

Cette méthode des plans d'expériences est basée sur des règles mathématiques strictes et elle exige une démarche rigoureuse de la part de l'expérimentateur.

Cette science de l'organisation des essais et de la modélisation des résultats expérimentaux nécessite une terminologie adaptée, précise et une mise en œuvre rigoureuse. C'est pourquoi nous commençons par un chapitre sur la terminologie et quelques notions de base sur les plans d'expériences, pour proposer une solution répondant aux objectifs industriels, il est donc parfois nécessaire de chercher l'information manquante en réalisant un ensemble d'expérience. Les décisions importantes prises à partir des résultats expérimentaux et le coût non négligeable d'une expérimentation interdisent de laisser à la seule intuition de l'expérimentateur la recherche de la solution de problème. Il est nécessaire d'utiliser une approche méthodologique qui permet non seulement de réduire le coût de l'expérimentation, mais aussi d'établir une organisation optimale des expériences et nous allons expliquer brièvement les points essentiels de cette méthodologie dans le

premier chapitre. Suivi d'un autre chapitre sur les différentes étapes de cette méthode (analyse de la variance, régression multilinéaire,...).

Le chapitre trois est consacré à la description des plans de mélanges (formulation, représentation géométrique et matricielle, modèles, types, ...).

Et pour l'obtention d'une matrice d'expérience optimale on a exigé à la description dans le quatrième chapitre quelques critères d'optimalités (critère A, critère D, critère E, critère G, critère M,...) et les plans D-Optimaux, et à la fin de ce chapitre nous allons citer un Algorithme d'échange (algorithme Fedorov).

Enfin la description de l'interface graphique élaboré a été abordée au chapitre cinq.

Chapitre I

Généralités

Sur

Les plans d'expériences

CHAPITRE 1

GENERALITES SUR LES PLANS D'EXPERIENCE

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles [11]. 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 que nous appellerons par la suite réponse et facteurs respectivement [12]. La modélisation mathématique consiste à trouver une fonction f telle que $y = f(x)$ avec $x \in \mathbb{R}^k$. Une méthode classique d'étude consiste à la mesure de la réponse y pour plusieurs valeurs de la variable x_i tout en laissant fixe la valeur des $(k-1)$ autres variables. On itère alors cette méthode pour chacune des variables. Ainsi, par exemple, si nous avons 4 variables et si l'on décide de donner 5 valeurs expérimentales à chacune d'elles, nous sommes conduit à effectuer $5^4 = 625$ expériences. Ce nombre élevé dépasse les limites de faisabilité tant en temps qu'en coût. Il faut donc réduire le nombre d'expérience à effectuer sans pour autant perdre sur la qualité des résultats recherchés.

Avec les plans d'expériences on obtient un maximum de renseignements avec un minimum d'expériences. Pour cela, il faut suivre des règles mathématiques et adopter une démarche rigoureuse [2]. Il existe de nombreux plans d'expériences adaptés à tous les cas rencontrés par un expérimentateur. L'utilisation d'un plan d'expérience donne alors une stratégie dans le choix des méthodes d'expérimentation.

La grande nouveauté de la méthode des plans d'expériences est qu'elle propose une *expérimentation factorielle*, c'est-à-dire que tous les facteurs varient simultanément. Le traitement des résultats se fait à l'aide de la régression linéaire multiple et l'analyse de la variance [22].

La compréhension de la méthode des plans d'expériences s'appuie sur deux notions essentielles, celle d'*espace expérimental* et celle de *modélisation mathématique* des grandeurs étudiées.

1.1 Espace expérimental

D'une manière générale, la méthode des plans d'expériences permet de créer un lien logique ou mathématique entre deux types de variables : la **réponse** (grandeur physique étudiée) et les **facteurs** (grandeur physique modifiable par l'expérimentateur et censées influencer la valeur de la réponse). Cette démarche vise aussi bien à comprendre les relations liant les facteurs à la réponse, que les facteurs entre eux. Le principe est de déterminer un modèle mathématiques à priori, liant la réponse aux facteurs [1].

1.1.1 Terminologie

La technique des plans d'expériences possède un vocabulaire particulier en méthodologie de la recherche expérimentale. Ces termes spécifiques sont classiques mais il peut arriver que dans certains domaines des statistiques, ils aient des significations un peu différentes. Pour que notre présentation soit bien comprise (figure 1.1) nous préférons rappeler la signification

De quelques termes importants.

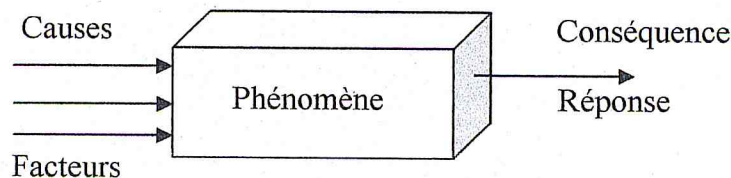


Figure 1.1 : schéma représentant les facteurs et les réponses

1.1.1.1 Réponse

Une réponse expérimentale d'un système est une manifestation mesurable que l'on observe lorsque l'on fait varier les facteurs étudiés pour connaître l'effet des facteurs sur le système. La réponse peut être de type quantitatif continu, comme un rendement, caractéristique mécanique, etc. ou de type qualitatif. Les réponses quantitatives sont en générales plus facile à traiter.

1.1.1.2 Facteurs

Les facteurs sont les variables que l'on désire et qui sont supposer avoir une influence sur le système. La valeur donnée à un axe pour réaliser un essai est appelée « niveau » un

facteur peut être :

- **Un facteur contrôlé** : C'est un facteur que l'on peut maîtriser, gérer, modifier.
- **Un facteur non contrôlé** : C'est un facteur considéré comme non retenu pour l'étude car il est non influent et laissé à leur valeur habituelle, soit un facteur inconnu que l'on subit au cours de l'expérimentation.
- **Un facteur quantitatif** : Il se traduit par une grandeur numérique mesurable, ce sera une vitesse, une température, une intensité ...etc.
- **Un facteur qualitatif** : Il ne peut pas donner lieu à une quantification directe ; on peut seulement identifier ses différents niveaux : ce sera une marque, un procédé, une méthode, un fournisseur.

En général un facteur varie entre bornes : la borne inférieure et la borne supérieure.

Les facteurs sont définis par leurs plages de variation de la manière suivante (voir la figure 1.2)

- **Borne inférieure (b_{inf})** : c'est le niveau bas (ou limite basse) que l'on note le plus souvent par (-1)
- **Borne supérieure (b_{sup})** : c'est le niveau haut (ou limite haute) que l'on note le plus souvent par (+1)
- Le premier facteur peut être représenté par un axe gradué et orienté (Figure 1.2). L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas (-1) et le niveau haut (+1), s'appelle le domaine de variation ou domaine du facteur.

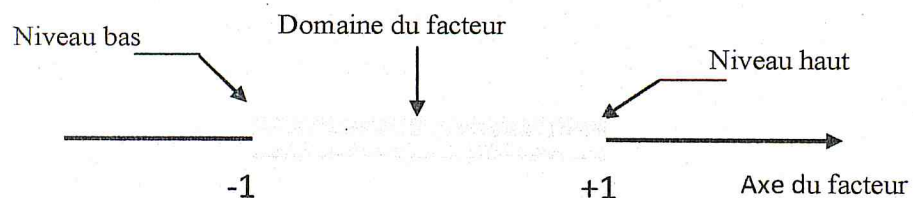


Figure 1.2 Domaine de variation du facteur

L'effet d'un facteur est le changement de réponse provoqué par un changement de niveau dans l'un des facteurs. L'interaction entre facteurs caractérise le couplage des effets des facteurs sur la réponse.

- S'il y a un second facteur, il est représenté, lui aussi, par un axe. On définit, comme pour le premier facteur, son niveau bas, son niveau haut et son domaine de variation. Ce second axe est disposé orthogonalement au premier. On obtient ainsi un repère cartésien qui définit un espace euclidien à deux dimensions. Cet espace est appelé l'espace expérimental (Figure 1.3).

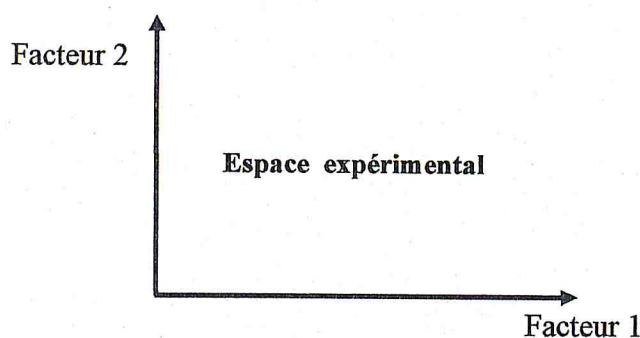


Figure 1.3 : Définition de l'espace expérimental

- Le niveau x_1 du facteur 1 et le niveau x_2 du facteur 2 peuvent être considérés comme les coordonnées d'un point de l'espace expérimental (Figure 1.4).

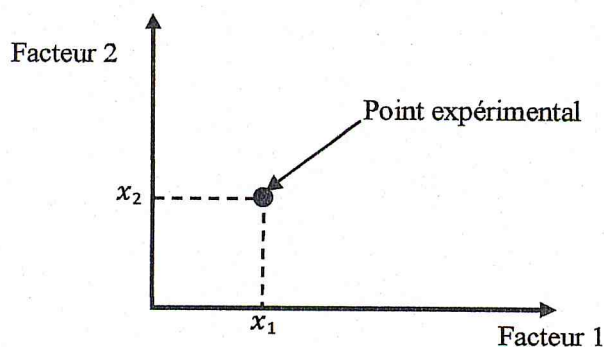


Figure 1.4 : Niveaux des facteurs définissant des points expérimentaux dans l'espace expérimental

Une expérience donnée est alors représentée par un point dans ce système d'axes. un plan d'expériences est représenté par un ensemble de points expérimentaux.

1.1.2 Domaine d'étude, surface de réponse

- La réunion des domaines de chaque facteur définit le domaine d'étude. Ce domaine d'étude est la partie de l'espace expérimental retenu par l'expérimentateur pour

faire ses essais. Une étude, c'est à dire un ensemble d'expériences bien définies, est représentée par une série de points disposés dans le domaine d'étude. Cette manière de représenter une expérimentation par un ensemble de points dans un espace cartésien est une représentation géométrique de l'étude (Figure 1.5).

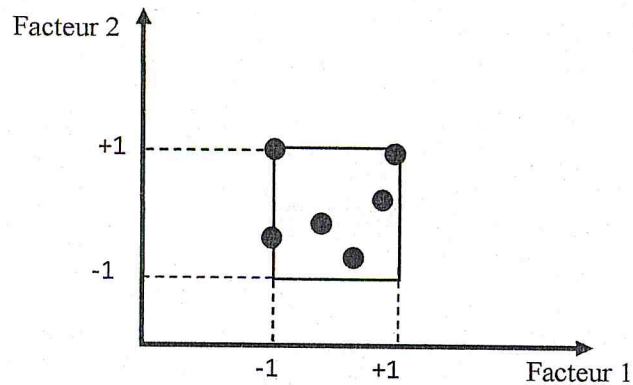


Figure 1.5 : Définition du domaine d'étude

- La représentation géométrique de la réponse s'effectue donc dans un espace ayant une dimension de plus que celle de l'espace expérimental. A l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponses qui se localisent sur une surface appelée surface de réponse (Figure 1.6).

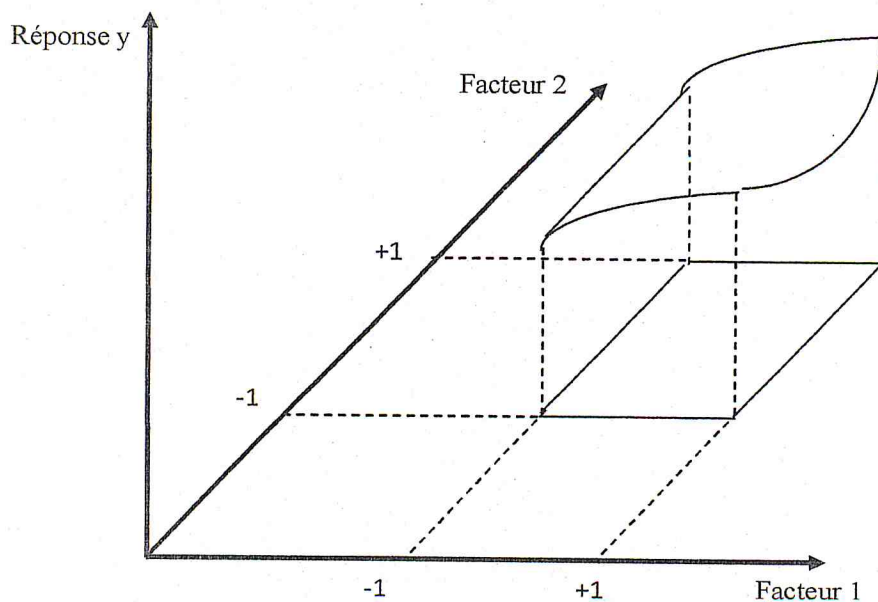


Figure 1.6 : Définition de la surface de réponse

1.1.3 Coordonnées centrées réduites

Lorsqu'on attribue la valeur -1 au niveau bas d'un facteur et la valeur +1 au niveau haut, on effectue deux modifications importantes :

- on déplace l'origine des mesures
- on change l'unité des mesures

Ces deux modifications entraînent l'introduction de nouvelles variables que l'on appelle variables centrées réduites, centrées pour indiquer le changement d'origine et réduites pour signaler la nouvelle unité. Le passage des variables d'origine z aux variables centrées réduites x (variables sans dimensions), et inversement, est donné par la formule suivante :

$$x = \frac{z - z_0}{pas}$$

Où $z_0 = (\text{niveau haut} + \text{niveau bas})/2$

$$pas = (\text{niveau haut} - \text{niveau bas})/2$$

L'intérêt des variables centrées réduites est de pouvoir présenter les plans d'expériences de la même manière quels que soient les domaines d'études retenus et quels que soient les unités des facteurs. La théorie des plans d'expériences présente ainsi une grande généralité [2].

1.1.4 Plans d'expériences

Chaque point du domaine d'étude représente des conditions opératoires possibles, donc une expérience que l'opérateur peut réaliser.

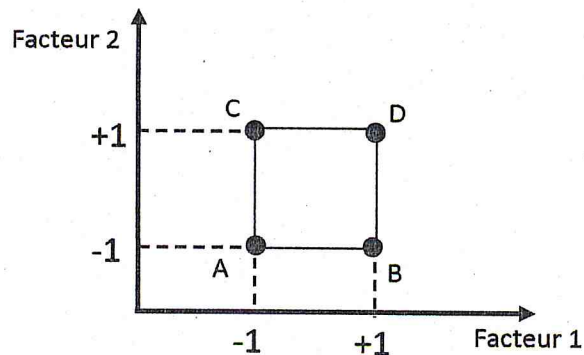


Figure 1.7 : La théorie des plans d'expériences montre que les meilleurs emplacements sont les sommets A, B, C et D du domaine d'étude

Le choix du nombre et de l'emplacement des points d'expériences est le problème fondamental des plans d'expériences. On a l'habitude d'appeler plans d'expériences des ensembles de points expérimentaux répondant à des propriétés bien précises. Ce sont les plans d'expériences classiques. Ils sont connus et largement publiés. Lorsque les points expérimentaux sont disposés autrement que dans les plans d'expériences classiques, on parle de plans non conventionnels. Leurs propriétés sont le plus souvent moins bonnes que celles des plans classiques. Mais ce sont des plans que l'on rencontre car il n'est pas toujours possible de respecter les impératifs des plans d'expériences classiques [3].

1.1.5 Matrice d'expériences

La représentation géométrique d'un plan d'expériences est commode pour imaginer la position des points expérimentaux dans le domaine d'étude. Mais elle ne peut plus être employée dès que le nombre de facteurs est supérieur à deux. Pour les espaces multidimensionnels, nous adopterons une représentation sous forme de tableau ou matrice d'expériences. La matrice d'expériences (Tableau 1.1) définit les essais à réaliser. Le terme essai est l'équivalent de point d'expérience.

N° essai	Facteur 1	Facteur 2
1(A)	-1	-1
2(B)	1	-1
3(C)	-1	1
4(D)	1	1

Tableau 1.1 : Matrice d'expériences

1.2 Notion de modélisation mathématique

Le modèle est une relation entre les facteurs x_1, x_2, \dots, x_K et la réponse que l'on désire étudier. La fonction $y = f(x_1, x_2, \dots, x_K)$ correspondant à une surface de réponse (appelée hyper surface si $k \geq 3$) est trop générale et il est d'usage d'en prendre un développement limité de Taylor [4]. Si les dérivées du développement de Taylor peuvent

être considérées comme constantes, le développement précédent prendra la forme d'un polynôme de degré plus ou moins élevé :

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \sum a_{ii} x_i^2 + \dots$$

- y est la grandeur à laquelle s'intéresse l'expérimentateur
- x_i représente le niveau attribué au facteur i . C'est la valeur de la coordonnée centrée réduite du facteur i retenue par l'expérimentateur pour réaliser un essai. Cette valeur est parfaitement connue
- $a_0, a_i, a_{ij}, a_{ii}, \dots$ sont les coefficients du modèle. Ils ne sont pas connus et doivent être calculés à partir des résultats des expériences.

L'intérêt de modéliser la réponse par un polynôme est de pouvoir calculer ensuite toutes réponses du domaine d'étude sans être obligé de faire les expériences. Ce modèle est appelé 'modèle postulé' ou 'modèle à priori'

1.2.1 Modèles mathématiques pour plans d'expériences

Les réponses mesurées au cours d'une expérimentation sont des grandeurs aléatoires, qu'il faut traiter d'une manière aléatoire. La réalité doit être prise en compte. Malgré tous les soins que l'on peut prendre, la même expérience ne donnera pas exactement le même résultat à chaque détermination. Chaque mesure est entachée d'une incertitude appelée **erreur expérimentale** ou **erreur de mesure** ou **erreur pure**. Ceci est dû à la variation de certains paramètres qui ne sont pas connus par l'expérimentateur. On peut classer les modèles en 3 catégories [5].

1.2.1.1 Modèle du mathématicien

On exprime la valeur de la réponse en fonction d'une relation mathématique faisant intervenir des coefficients (les a_i) et les niveaux des facteurs (les x_i). Le modèle mathématique du mathématicien est caractérisé par l'absence d'erreur expérimentale. Par exemple pour deux facteurs :

$$y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_{12} x_1 x_2 + a_{11} x_1^2 + a_{22} x_2^2$$

1.2.1.2 Modèle de l'expérimentateur

Deux compléments doivent être apportés au modèle précédemment écrit. Le premier est le manque d'ajustement ou bien l'erreur d'ajustement. Cette expression traduit le fait que le modèle choisi par l'expérimentateur avant les essais est probablement un peu différent du modèle réel qui régit le phénomène étudié. Il y a un écart entre ces deux modèles. Cet écart est le manque d'ajustement Δ (Lack of Fit). Le second est la prise en compte de la nature aléatoire de la réponse. En effet si l'on mesure plusieurs fois une réponse en un même point expérimental, on n'obtient pas exactement le même résultat. Il y a une dispersion des résultats. Les dispersions ainsi constatées sont appelées **erreurs aléatoires** σ_y . Ces deux écarts sont souvent réunis dans un seul écart, le **résidu**. Le modèle utilisé par l'expérimentateur pour deux facteurs s'écrit alors :

$$y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_{12} x_1 x_2 + a_{11} x_1^2 + a_{22} x_2^2 + \Delta + \sigma_y$$

Ce modèle se compose de trois parties. La première partie est un modèle du mathématicien, la seconde partie est l'écart d'ajustement. L'objectif de l'expérimentateur est de réduire ce terme pour le ramener à une valeur de l'ordre de grandeur de l'erreur expérimentale. La troisième partie est l'erreur aléatoire. Cette erreur est due à la variation des niveaux des facteurs non contrôlés.

1.2.1.3 Modèle du statisticien

Le modèle précédent est trop compliqué pour faire des calculs. On effectue les simplifications suivantes :

- L'erreur d'ajustement entre le modèle choisie à priori et le modèle réel est supposée négligeable
- Les erreurs aléatoires sont issues d'une même population, pour tout le domaine d'étude

Il s'agit de valeurs ayant la même moyenne, le même écart type et provenant de la même Distribution. Il faut bien voir que les valeurs de l'erreur sont différentes les unes des autres, Puisqu'elles résultent de tirages au hasard dans une population donnée. Pour un modèle polynomial du second degré à deux facteurs, le modèle de statisticien s'écrit [3] :

$$y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_{12} x_1 x_2 + a_{11} x_1^2 + a_{22} x_2^2 + \sigma_y$$

1.3 Forme matricielle d'un système d'équations

La forme générale du modèle est représentée par l'expression suivant :

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$$

Si l'expérimentateur utilise des modèles polynomiaux dans un plans d'expérience comportant n points expérimentaux, on écrira n relations identiques à celles des essais 1et2.donc nous pouvons écrire l'expression sous la forme d'un système d'équations :

$$\begin{cases} y_1 = a_0 + a_1x_{1,1} + a_2x_{2,1} + a_{12}x_{1,1}x_{2,1} + a_{11}x_{1,1}^2 + a_{22}x_{2,1}^2 \\ y_2 = a_0 + a_1x_{1,2} + a_2x_{2,2} + a_{12}x_{1,2}x_{2,2} + a_{11}x_{1,2}^2 + a_{22}x_{2,2}^2 \\ \vdots \\ y_n = a_0 + a_1x_{1,n} + a_2x_{2,n} + a_{12}x_{1,n}x_{2,n} + a_{11}x_{1,n}^2 + a_{22}x_{2,n}^2 \end{cases} \quad (1.1)$$

Dans cet ensemble de relation (1.1) sont connues :

- ❖ Les différentes réponses y_i ,
- ❖ Les différentes réponses coordonnées des points expérimentaux, $x_{1,i}, x_{2,i}$
Ne sont pas connus,
- ❖ Les coefficients a_0, a_1, a_2, a_{11} et a_{22} ,

L'expérimentateur doit essayer de choisir un modèle postule proche du modèle réel. Mais, malgré le soin qu'il peut apporter à ce choix, il y a toujours un léger écart entre ces deux modèles. Cet écart est l'écart d'ajustement. L'écart d'ajustement n'est pas le même pour les divers points du domaine d'étude, il dépend donc des teneurs des constituants. On le note $\Delta_{(i)}$, on écrit la réponse de la manière suivante :

$$\begin{cases} y_1 = a_0 + a_1x_{1,1} + a_2x_{2,1} + a_{12}x_{1,1}x_{2,1} + a_{11}x_{1,1}^2 + a_{22}x_{2,1}^2 + \Delta_{(1)} \\ y_2 = a_0 + a_1x_{1,2} + a_2x_{2,2} + a_{12}x_{1,2}x_{2,2} + a_{11}x_{1,2}^2 + a_{22}x_{2,2}^2 + \Delta_{(2)} \\ \vdots \\ y_n = a_0 + a_1x_{1,n} + a_2x_{2,n} + a_{12}x_{1,n}x_{2,n} + a_{11}x_{1,n}^2 + a_{22}x_{2,n}^2 + \Delta_{(n)} \end{cases}$$

Si l'on mesure plusieurs fois la réponse d'une expérience donne, on ne trouve pas exactement la même valeur à chaque détermination. Il y a de petites différences qui traduisent la dispersion des résultats de mesure. Cette dispersion est l'erreur expérimentale qui accompagne toute mesure. Il faut en tenir compte pour avoir une

expression exacte des réponses et l'on introduit un terme d'incertitude ε , dans le modèle mathématique. Il n'y a aucune raison pour que cette erreur soit la même dans tout le domaine d'étude. Cette erreur dépend donc des x_i . On peut écrire le système :

$$\begin{cases} y_1 = a_0 + a_1x_{1,1} + a_2x_{2,1} + a_{12}x_{1,1}x_{2,1} + a_{11}x_{1,1}^2 + a_{22}x_{2,1}^2 + \varepsilon_{(1)} \\ y_2 = a_0 + a_1x_{1,2} + a_2x_{2,2} + a_{12}x_{1,2}x_{2,2} + a_{11}x_{1,2}^2 + a_{22}x_{2,2}^2 + \varepsilon_{(2)} \\ \vdots \\ y_n = a_0 + a_1x_{1,n} + a_2x_{2,n} + a_{12}x_{1,n}x_{2,n} + a_{11}x_{1,n}^2 + a_{22}x_{2,n}^2 + \varepsilon_{(n)} \end{cases}$$

On a l'habitude de regrouper le terme d'ajustement et l'erreur expérimentale un seul terme que l'on appelle l'écart (error) et que l'on note par la lettre e .

Donc le système s'écrit :

$$\begin{cases} y_1 = a_0 + a_1x_{1,1} + a_2x_{2,1} + a_{12}x_{1,1}x_{2,1} + a_{11}x_{1,1}^2 + a_{22}x_{2,1}^2 + e_{(1)} \\ y_2 = a_0 + a_1x_{1,2} + a_2x_{2,2} + a_{12}x_{1,2}x_{2,2} + a_{11}x_{1,2}^2 + a_{22}x_{2,2}^2 + e_{(2)} \\ \vdots \\ y_n = a_0 + a_1x_{1,n} + a_2x_{2,n} + a_{12}x_{1,n}x_{2,n} + a_{11}x_{1,n}^2 + a_{22}x_{2,n}^2 + e_{(n)} \end{cases} \quad (1.2)$$

Dans le cas général est un système de n équations à p inconnues. On peut mettre ce système sous forme matricielle:

$$y = \begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ \vdots \\ y_n \end{bmatrix}$$

➤ La matrice des réponses (matrice de démontions $n \times 1$)

$$A = \begin{bmatrix} a_1 \\ a_2 \\ \vdots \\ a_p \end{bmatrix}$$

➤ La matrice des coefficients (matrice de démontions $p \times 1$)

$$X = \begin{bmatrix} 1 & x_{1,1} & \dots & x_{p,1} \\ 1 & x_{1,2} & \dots & x_{p,2} \\ 1 & x_{1,3} & \dots & x_{p,3} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ 1 & x_{1,n} & \dots & x_{p,n} \end{bmatrix}$$

➤ La matrice X (matrice de démontions $n \times p$) est obtenue à partir du plan d'expérience et du modèle choisi à priori par l'expérimentateur.

$$e = \begin{bmatrix} e_1 \\ e_2 \\ \vdots \\ e_n \end{bmatrix}$$

- La seule matrice nouvelle est la matrice des écarts (matrice de déviations $n \times 1$)
Donc le système d'équation (1.2) s'écrit sous forme matricielle :

$$Y = XA + e$$

Ce système ne peut pas, en général, être résolu simplement car le nombre d'équations est inférieur au nombre d'inconnues. En effet, il y a n équations et $p + n$ inconnues. Cette résolution ne peut pas être menée à bien que si l'on utilise une méthode de régression qui introduit p équations supplémentaires. La plupart du temps cette méthode est basée sur le critère **des moindres carrés** qui sera exposé au chapitre suivant.

1.4 Divers plans d'expériences

❖ Plans factoriels complets à deux niveaux :

Les plans factoriels complets à deux niveaux sont les plus simples. Ils sont aussi les plus utiles car ce sont eux qu'on utilise au début de toute étude. Ils permettent aussi d'étudier k facteurs à raison de deux niveaux par facteur. Ils renferment toutes les combinaisons des k facteurs à leurs deux niveaux, soit 2^k combinaisons.

❖ Construction des plans factoriels complets à deux niveaux :

➤ Matrice des essais

Pour étudier l'influence d'un facteur sur une réponse, il faut lui affecter au moins deux niveaux. Reprenons les notions du chapitre 1, le premier niveau est repéré par -1, le second par +1. Pour l'étudier deux facteurs 1 et 2, à raison de deux niveaux pour chaque facteur, il faut réaliser $2^2 = 4$ essais. Les conditions opératoires de chaque essai sont décrites dans le tableau 1.2.

Essai N°	Facteur 1	Facteur 2
1	-1	-1
2	1	-1
3	-1	1
4	1	1

Tableau 1.2 : Matrice d'expériences d'un plan 2^2

Pour trois facteurs le nombre des essais à réaliser est $c=8$ essais. La matrice des essais ou d'expériences est donnée par le tableau 1.3.

Essai N°	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3
1	-1	-1	-1
2	1	-1	-1
3	-1	1	-1
4	1	1	-1
5	-1	-1	1
6	1	-1	1
7	-1	1	1
8	1	1	1

Tableau 1.3 : Matrice d'expérience d'un plan 2^3

Pour k facteurs, le nombre d'essais est de 2^k d'où le nom de plan 2^k donné à cette famille de plans. La matrice des essais comporte k colonnes et 2^k lignes. Elle se construit simplement [5]:

- Colonne du 1^{er} facteur : alternance de -1 et + 1

- Colonne du 2^{ième} facteur : alternance de -1 et +1 de 2 en 2
- Colonne du 3^{ième} facteur : alternance de -1 et +1 de 4 en 4
- Colonne du 4^{ième} facteur : alternance de -1 et +1 de 8 en 8, ... etc.

❖ **Plans factoriels fractionnaires à deux niveaux :** Les plans factoriels fractionnaires sont des plans factoriels qui permettent d'étudier tous les facteurs mais dont le nombre d'essais est réduit par rapport aux plans factoriels complets. Un plan factoriel fractionnaire à 2 fois moins, ou 4 fois moins ou 2^q fois moins d'essais que le factoriel complet correspondant.

A la fin d'un plan factoriel fractionnaire, on a un système de n équations à p coefficients inconnus avec p plus grand que n . On ne sait pas résoudre un tel système. Comme on ne peut pas augmenter le nombre d'équations, il faut diminuer le nombre d'inconnues. On y arrive en utilisant un artifice : on regroupe les coefficients de telle manière qu'il y ait n inconnues. On résout donc un système de n équations à n groupes de coefficients. On appelle ces groupes de coefficients, des *contrastes* ou des *aliases* et on dit que les coefficients sont aliésés dans les contrastes [6].

❖ **Plans d'optimisations :** Permettent l'obtention de l'optimum de la réponse.

❖ **Plans des mélanges :** Les facteurs d'étude des plans de mélanges sont les proportions des constituants du mélange. Or, ces constituants ne sont pas indépendants les uns des autres. La somme des proportions d'un mélange est toujours égale à 100%. Le pourcentage du dernier constituant est imposé par la somme des pourcentages des premiers composés. C'est la raison pour laquelle les plans de mélanges sont traités à part. Les plans de mélanges sont aussi caractérisés par de nombreuses contraintes qui peuvent peser sur le choix des proportions des constituants [7].

Chapitre II

Estimation des coefficients,
validation des modèles

CHAPITRE 2

ESTIMATION DES COEFFICIENTS, VALIDATION DES MODELES

Dans ce chapitre, nous allons décrire la méthode de moindres carrés qui nous permet d'estimer et calculer les coefficients du modèle mathématique recherché à partir d'un certain nombre d'expériences. La validation du modèle obtenu à l'aide de cette méthode est effectuée par une analyse de la variance et une analyse des résidus. Ces deux dernières analyses statistiques seront également décrites dans ce chapitre. A la fin de ce chapitre citer quelques critères d'optimalités.

2.1 Régression multilinéaire MLR (Multilinear Régression)

L'objectif est de trouver un ensemble de q coefficients qui résout le mieux possible le système d'équations suivant :

$$y = XA + e$$

On cherche le jeu des coefficients qui minimise la somme des carrés des écarts. C'est L'hypothèse des moindres carrés. la somme des carrés des écarts s'écrit sous forme matricielle :

$$e^t e$$

Cette somme sera minimal par rapport aux coefficients si :

$$\frac{\partial e^t e}{\partial A} = 0$$

Cette relation matricielle représente q équations. Une par coefficient. L'hypothèse des moindres carrés apporte donc les q équations dont on a besoin. Pour trouver les coefficients, il suffit de résoudre le système suivant de $q + n$ équations à $q + n$ inconnues :

$$\begin{cases} y = XA + e \\ \frac{\partial e^t e}{\partial A} \end{cases}$$

La solution est :

$$\hat{A} = ({}^t X X)^{-1} {}^t X y$$

2.1.1 Hypothèses de la régression multilinéaire

Le calcul des coefficients du modèle dont nous venons d'indiquer le principe n'est possible qu'à la condition de faire les hypothèses suivantes :

- ✓ Les écarts(ou résidus) ont une moyenne nulle,
- ✓ Les écarts ne sont pas corrélés entre eux,

Pour évaluer la significatives des coefficients du modèle en utilisant des tests statistiques, il faut faire les nouvelles hypothèses suivantes :

- ✓ Le modèle choisi à priori représente bien le phénomène étudié,
- ✓ La réponse et la somme d'une quantité non aléatoire (modèle de mathématicien) et d'une quantité aléatoire,
- ✓ Les écarts sont purement aléatoires et ne contiennent pas d'erreurs systématiques,
- ✓ La distribution des écarts ne dépend pas des niveaux des facteurs (homoscédasticité),
- ✓ Les écarts sont issus d'une seule et même population,
- ✓ Les écarts sont normalement distribués.

Il faut donc toujours se souvenir que les conclusions statistiques auxquelles on aboutit avec la méthode des moindres carrés ne sont valables que si toutes les hypothèses précédentes sont simultanément respectées.

2.1.2 Principe

La régression multilinéaire est une généralisation de la régression linéaire simple. Dans la régression linéaire simple l'expérimentateur dispose des résultats de N expériences

x	y
x_1	y_1
x_2	y_2
·	·
·	·
·	·
x_i	y_i
·	·
·	·
·	·
x_N	y_N

Tableau 2.1 : Présentation des résultats d'essais pour une régression simple
 Au cours de l'essai $n^{\circ} i$, la variable explicative ou le facteur x à la valeur x_i ,

la réponse mesurée est y_i . Si les points (x_i, y_i) s'alignent correctement dans le plan (x, y) , L'expérimentateur cherchera l'équation de la droite qui s'ajuste au mieux à ces résultats.

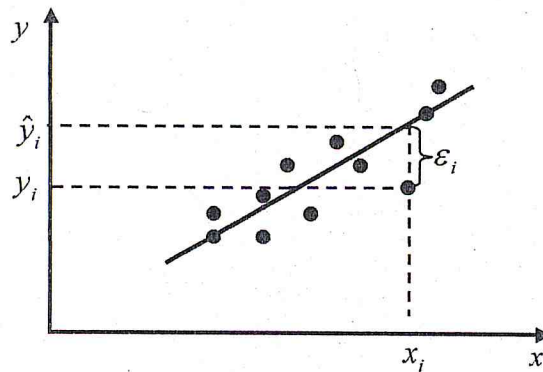


Figure 2.1 : Droite des moindres carrés

Sur la figure 2.1, nous voyons qu'à chaque valeur x_i de x correspondent deux valeurs de la réponse : y_i valeur mesurée et \hat{y}_i valeur donnée par la droite, avec $y_i = \hat{y}_i + e_i$. Cette droite recherchée satisfait au critère des moindres carrés $\sum e_i^2$ minimale. La démarche se généralise au cas où l'expérimentateur désire étudier une réponse y en fonction non plus d'un seul facteur x , mais de K facteurs x_1, x_2, \dots, x_K . Le tableau des résultats d'une régression linéaire multiple est présenté par le tableau 2.2.

x_1	...	x_j	...	x_K	y
x_{11}	...	x_{1j}	...	x_{1K}	y_1
⋮	⋮	⋮	⋮	⋮	⋮
x_{i1}	...	x_{ij}	...	x_{iK}	y_i
⋮	⋮	⋮	⋮	⋮	⋮
x_{N1}	...	x_{Nj}	...	x_{NK}	y_N

Tableau 2.2 : Présentation des résultats d'expériences pour une régression multiple

Au cours de l'essai $n^\circ i$, le facteur x_1 a la valeur x_{i1} , le facteur x_2 a la valeur x_{i2}, \dots , le facteur x_j a la valeur x_{ij}, \dots , et le facteur x_K a la valeur x_{iK} . La réponse observée est y_i . L'expérimentateur fait l'hypothèse que la réponse peut être approchée par un modèle linéaire de type :

$$y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + \dots + a_j x_j + \dots + a_q x_q$$

Dans lequel une variable quelconque x_j peut représenter :

- L'un des facteurs x_1, x_2, \dots, x_k
- Une interaction quelconque entre ces facteurs
- Une fonction de ces facteurs : $x_j^2, \log(x_j), \dots$ etc.

Les coefficients a_i du modèle sont estimés par la méthode des moindres carrés.

2.2 Estimation des coefficients par la méthode des moindres carrés

2.2.1 Condition de validité

Si le modèle ci-dessus est valide, la valeur attendue pour y dans les conditions de l'expérience i est :

$$E(y_i) = a_0 + a_1 x_{i1} + a_2 x_{i2} + \dots + a_q x_{iq}$$

En raison des erreurs aléatoires, la valeur y_i obtenue expérimentalement diffère de $E(y_i)$ d'une quantité ε_i [8].

$$y_i = E(y_i) + \varepsilon_i$$

La méthode des moindres carrés ne nécessite aucune hypothèse sur la distribution des réponses. Cependant, elle possède certaines propriétés intéressantes sous réserve que soient satisfaites le mieux possible les conditions suivantes [6] :

- Les erreurs ε_i doivent être distribuées suivant une loi Normale de moyenne 0 et de variance σ^2 , $N(0, \sigma)$, ce qui s'écrit :

$$\triangleright E(\varepsilon_i) = 0$$

$$\triangleright \text{var}(\varepsilon_i) = \sigma^2$$

2.2.2 Estimation des coefficients

On cherche à connaître les coefficients \hat{A} , du modèle mathématique connaissant les réponses et les compositions des mélanges. Il faut donc résoudre le système suivant :

$$y = X\hat{A} + e$$

Cette opération est conduite selon une méthode de régression ayant pour critère d'optimisation celui des moindres carrés. Ce critère minimise la quantité $'ee$. Nous pouvons commencer le calcul. Pour cela, exprimons $'ee$ en fonction de \hat{A} on a :

$$\begin{aligned}
{}^t ee &= {}^t (y - X\hat{A})(y - X\hat{A}) \\
&= {}^t (y - \hat{A}'X)(y - X\hat{A}) \\
&= {}^t yy - \hat{A}'Xy - {}^t yX\hat{A} + \hat{A}'XX\hat{A} \\
&= {}^t yy - 2\hat{A}'Xy + \hat{A}'XX\hat{A}
\end{aligned}$$

Calculons la dérivée de ${}^t ee$ par rapport à l'inconnue \hat{A} :

$$\frac{\partial({}^t ee)}{\partial \hat{A}} = \frac{\partial({}^t yy)}{\partial \hat{A}} - 2 \frac{\partial(\hat{A}'Xy)}{\partial \hat{A}} + \frac{\partial(\hat{A}'XX\hat{A})}{\partial \hat{A}}$$

Où:

$$\begin{aligned}
- \frac{\partial({}^t yy)}{\partial \hat{A}} &= 0 && \text{car } {}^t yy \text{ ne dépend pas de } \hat{A} \\
- \frac{\partial(\hat{A}'Xy)}{\partial \hat{A}} &= {}^t Xy && \text{car } \hat{A}'Xy \text{ est une forme linéaire en } \hat{A} \\
- \frac{\partial(\hat{A}'XX\hat{A})}{\partial \hat{A}} &= 2{}^t XX\hat{A} && \text{car } \hat{A}'XX\hat{A} \text{ est une forme quadratique en } \hat{A}
\end{aligned}$$

Il vient donc :

$$\frac{\partial({}^t ee)}{\partial \hat{A}} = -2{}^t Xy + 2{}^t XX\hat{A}$$

La valeur de \hat{A} qui minimise ${}^t ee$ doit vérifier :

$$\begin{aligned}
\frac{\partial({}^t ee)}{\partial \hat{A}} = 0 &\Rightarrow -2{}^t Xy + 2{}^t XX\hat{A} = 0 \\
&\Rightarrow {}^t XX\hat{A} = {}^t Xy
\end{aligned}$$

Si la matrice $({}^t XX)^{-1}$ n'est pas singulière on a :

$$\hat{A} = ({}^t XX)^{-1} {}^t Xy \quad (2.1)$$

Cette relation est fondamentale et nous l'utiliserons constamment par la suite. Elle est valable pour tous les modèles polynomiaux quelque soit leur degré et quel que soit le nombre de coefficients. Les coefficients ainsi obtenus sont utilisés pour écrire le modèle mathématique. Ce modèle permet de calculer les réponses (qui sont souvent appelées les réponses prédites \hat{y}) dans tout le domaine d'étude.

$$\hat{y} = X\hat{A}$$

Elles sont très utiles pour faire des prévisions, tracer les diagrammes d'isoréponses, chercher des optimums ou des valeurs bien précises. C'est un précieux outil de prévision.

2.3 Propriétés des coefficients

Les coefficients \hat{a}_i sont fonction des résultats expérimentaux et doivent être considérés comme des variables aléatoires, donc nous pouvons calculer leur espérance mathématique ainsi que leur variance.

2.3.1 Espérance mathématique des coefficients

D'après la formule (2.1) l'espérance mathématique de \hat{A} a pour expression :

$$\begin{aligned} E(\hat{A}) &= E[({}^tXX)^{-1}{}^tXy] \\ &= ({}^tXX)^{-1}{}^tXE(y) \end{aligned}$$

Car les éléments de X sont considérés comme fixes. En désignant par A le vecteur des coefficients vrais et ε le vecteur des N écarts entre les résultats expérimentaux et les réponses théoriques alors :

$$y = XA + \varepsilon$$

Et

$$\begin{aligned} E(y) &= E(XA + \varepsilon) = E(XA) \\ &= XE(A) \end{aligned}$$

Car $E(\varepsilon) = 0$ par hypothèse. Nous trouvons :

$$E(\hat{A}) = ({}^tXX)^{-1}{}^tXXA = A$$

Le résultat que nous venons d'établir signifie que les distributions des \hat{a}_i sont centrés sur les valeurs vraies a_i .

2.3.2 Variance des coefficients

Par définition la variance de \hat{A} est :

$$\text{var}(\hat{A}) = E[(\hat{A} - A) {}^t(\hat{A} - A)]$$

Remplaçons \hat{A} par $({}^tXX)^{-1}{}^tXy$ et y par $XA + \varepsilon$. Nous obtenons :

$$(\hat{A} - A) = ({}^tXX)^{-1}{}^tX(XA + \varepsilon) - A = A + ({}^tXX)^{-1}{}^tX\varepsilon - A = ({}^tXX)^{-1}{}^tX\varepsilon$$

Puisque
$${}^t(\hat{A} - A) = {}^t\varepsilon X ({}^tXX)^{-1}$$

Donc :

$$\text{var}(\hat{A}) = E[({}^tXX)^{-1}{}^tX\varepsilon {}^t\varepsilon X ({}^tXX)^{-1}] = ({}^tXX)^{-1}{}^tX E(\varepsilon {}^t\varepsilon) X ({}^tXX)^{-1}$$

Remplaçons $E(\varepsilon' \varepsilon)$ par $E[(\varepsilon - 0)'(\varepsilon - 0)] = \text{var}(\varepsilon) = \sigma^2$. Nous pouvons écrire :

$$\begin{aligned}\text{var}(\hat{A}) &= ({}^tXX)^{-1} {}^tX \sigma^2 X ({}^tXX)^{-1} \\ &= \sigma^2 ({}^tXX)^{-1} {}^tXX ({}^tXX)^{-1}\end{aligned}$$

$$\Rightarrow \text{var}(\hat{A}) = \sigma^2 X ({}^tXX)^{-1} \quad (2.2)$$

En multipliant les éléments de la matrice $({}^tXX)^{-1}$ par σ^2 , nous obtenons la matrice de variance-covariance :

$$\text{var}(\hat{A}) = \begin{pmatrix} \text{var}(\hat{a}_0) & \dots & & \dots & \text{cov}(\hat{a}_q, \hat{a}_0) \\ \vdots & & & & \vdots \\ \vdots & & \text{var}(\hat{a}_i) & \text{cov}(\hat{a}_j, \hat{a}_i) & \vdots \\ \vdots & & \text{cov}(\hat{a}_i, \hat{a}_j) & \text{var}(\hat{a}_j) & \vdots \\ \vdots & & & & \vdots \\ \text{cov}(\hat{a}_0, \hat{a}_q) & \dots & & \dots & \text{var}(\hat{a}_q) \end{pmatrix}$$

La matrice de variance-covariance ci-dessus est comme $({}^tXX)^{-1}$, une matrice carrée symétrique. Les éléments de la diagonale sont les variances des coefficients, tandis que les termes hors diagonale correspondent aux covariances.

2.4 Évaluation de la qualité des modèles

L'évaluation de la qualité du modèle permet de savoir si le modèle résume bien les résultats des essais du plan d'expériences. On peut juger de cette qualité à l'aide d'outils statistiques. Quatre techniques ont été décrites pour effectuer cette évaluation.

2.4.1 Examen graphique des résultats

Lorsque cet examen est possible, il est toujours riche d'enseignements et permet souvent d'éviter de grosses fautes d'interprétation.

2.4.2 Analyse de la variance

2.4.2.1 Propriétés de y , \hat{y} et e

Pour le modèle des moindres carrés :

- ✓ les N résultats expérimentaux y_i et les réponses calculées par le modèle \hat{y}_i ont la même moyenne générale \bar{y} ,
- ✓ la moyenne des écarts e_i est égale à 0,
- ✓ les sommes des carrés vérifiant la relation :

$$\sum_{i=1}^{i=N} e_i^2 = \sum_{i=1}^{i=N} y_i^2 - \sum_{i=1}^{i=N} \hat{y}_i^2 \quad (2.3)$$

Cette égalité est facile à démontrer. On a :

$${}^t e e = {}^t y y - 2 {}^t \hat{A} {}^t X y + {}^t \hat{A} {}^t X X \hat{A}$$

Pour le modèle des moindres carrés :

$${}^t X y = {}^t X X \hat{A}$$

Et par conséquent :

$${}^t e e = {}^t y y - 2 {}^t \hat{A} {}^t X X \hat{A} + {}^t \hat{A} {}^t X X \hat{A} = {}^t y y - {}^t \hat{A} {}^t X X \hat{A}$$

Revenons aux scalaires correspondants.

$${}^t e e = \sum_{i=1}^{i=N} e_i^2$$

$${}^t y y = \sum_{i=1}^{i=N} y_i^2$$

$${}^t \hat{A} {}^t X X \hat{A} = {}^t \hat{y} \hat{y} = \sum_{i=1}^{i=N} \hat{y}_i^2$$

Nous obtenons l'égalité (2.3).

Les propriétés de y , \hat{y} et e sont à la base de l'analyse de la variance qui suit.

2.4.2.2 Signification du modèle

L'égalité (2.3) peut s'écrire :

$$\sum_{i=1}^{i=N} y_i^2 = \sum_{i=1}^{i=N} \hat{y}_i^2 + \sum_{i=1}^{i=N} e_i^2$$

Retranchant $N \bar{y}^2$ aux deux membres de l'égalité. On obtient :

$$\sum_{i=1}^{i=N} y_i^2 - N \bar{y}^2 = \sum_{i=1}^{i=N} \hat{y}_i^2 - N \bar{y}^2 + \sum_{i=1}^{i=N} e_i^2$$

La dispersion des y_i autour de leur moyenne, encore appelée dispersion totale (ou somme des carrés totaux), se décompose en deux parts :

1. La dispersion des \hat{y}_i autour de leur moyenne. Elle correspond à la dispersion expliquée par le modèle. Elle est appelée somme des carrés dus à la régression.
2. La dispersion des écarts autour de leur moyenne correspond à la dispersion résiduelle. Elle est appelée somme des carrés des écarts

Les degrés de liberté correspondant à chacune de ces sommes des carrés sont :

$$\left\{ \begin{array}{ll} N-1 & \text{Pour } \sum_{i=1}^{i=N} y_i^2 - N \bar{y}^2 \\ q & \text{Pour } \sum_{i=1}^{i=N} \hat{y}_i^2 - N \bar{y}^2 \\ N-q-1 & \text{Pour } \sum_{i=1}^{i=N} e_i^2 \end{array} \right.$$

Par définition la variance est obtenue en divisant la somme des carrés par le nombre de degrés de liberté de ces sommes. On obtient ainsi les variances :

$$\left\{ \begin{array}{ll} \text{Variance totale} & = \frac{\sum_{i=1}^{i=N} y_i^2 - N\bar{y}^2}{N-1} \\ \text{Variance d'ajustement} & = \frac{\sum_{i=1}^{i=N} \hat{y}_i^2 - N\bar{y}^2}{q} \\ \text{Variance résiduelle} & = \frac{\sum_{i=1}^{i=N} e_i^2}{N-q-1} \end{array} \right.$$

L'analyse consiste à comparer la variance d'ajustement à la variance expérimentale en calculant leur rapport appelé F de Fisher.

$$F = \frac{\frac{\sum_{i=1}^{i=N} \hat{y}_i^2 - N\bar{y}^2}{q}}{\frac{\sum_{i=1}^{i=N} e_i^2}{N-q-1}}$$

Le modèle sera déclaré globalement significatif si $F > F_{1-\alpha, q, N-q-1}$. On peut dire

aussi que la qualité du modèle est d'autant meilleure que la variance d'ajustement est plus faible par rapport à la variance expérimentale.

2.4.3 Tests statistiques

Ces tests utilisent les résultats de l'analyse des variances. Ils permettent de calculer, sous certaines hypothèses, trois statistiques très répandues :

2.4.3.1 Le coefficient de corrélation multiple R^2

On appelle R^2 le rapport de la partie des résultats expliqués par le modèle à la totalité de ce qu'il devrait expliquer :

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

D'après cette formule on voit que le rapport R^2 varie entre 0 et 1. S'il vaut zéro c'est que le modèle n'explique rien, s'il vaut 1 c'est que le modèle explique toutes les réponses mesurées. Attention ! Le rapport R^2 n'est pas une qualité d'un modèle. Tout dépend du nombre de résultats et du modèle choisi. Par exemple, si l'on possède deux réponses et que l'on souhaite utiliser un modèle du premier degré, on aura toujours un R^2 de 1. En effet, par deux points il passe toujours une droite. Le modèle explique bien les deux réponses. Si l'on a trois réponses le R^2 ne sera probablement plus de 1. Mais si on veut faire passer une courbe du second degré par les trois points, le R^2 sera à nouveau égal à 1. C'est pour cette raison que certains auteurs ont introduit le R^2 ajusté.

2.4.3.2 Le R^2 ajusté

Par définition ce coefficient est donné par la relation :

$$R_{\text{ajusté}}^2 = \frac{\frac{\sum_{i=1}^{i=N} e_i^2}{N - q - 1}}{\frac{\sum_{i=1}^{i=N} y_i^2 - N\bar{y}^2}{N - 1}}$$

Ces deux rapports varient entre 0 et 1. Ils mesurent en quelque sorte le degré d'ajustement du modèle. Plus ils sont voisins de 1 et plus le modèle représente bien les points expérimentaux.

2.4.3.3 Le Q^2

Par définition ce coefficient est donné par la relation :

$$Q^2 = \frac{(\sum y_i^2 - N\bar{y}^2) - \sum_{i=1}^N \frac{e_i^2}{(1-h_i)^2}}{\sum y_i^2 - N\bar{y}^2}$$

Où h_i est la $i^{\text{ème}}$ élément diagonal de la matrice $X (X'X)^{-1} X'$

Souvent un seuil est fixé pour se prononcer sur la qualité de l'ajustement, en général un Q^2 d'une valeur 0,7 ou plus signifie que l'ajustement est d'une bonne qualité.

2.4.4 Analyse des résidus

Il s'agit d'une représentation graphique des résidus. En abscisse on porte les valeurs des réponses prédites par le modèle \hat{y}_i et en leur coordonnée on porte les valeurs des résidus e_i . On regarde si les résidus semblent être distribués aléatoirement ou non. Un modèle est bon si les points (\hat{y}_i, e_i) semblent disposés au hasard.

Chapitre III

Plans de mélanges

CHAPITRE 3

PLANS DE MELANGES

Les plans d'expérience pour mélanges traitent les cas où certaines propriétés que l'on cherche à modéliser sont dépendantes des proportions des composants intervenant dans le mélange. Le domaine expérimental est caractérisé par la contrainte qui met en relation les proportions, ainsi, si $x_i \in [0,1]$ est la proportion du i ème composant, pour

$i = 1, \dots, q$, on a :

$$x_1 + x_2 + \dots + x_q = 1 \quad \text{La contrainte fondamentale des mélanges.}$$

La modélisation et l'analyse de données pour mélanges sont traitées dans de nombreux articles repris en partie dans le livre de Cornell (2002) consacré à ce sujet. La théorie et la méthodologie des plans pour mélanges ont été développées face à diverses applications de l'industrie depuis les quatre dernières décennies. On peut citer Kissell (1967), Draper & St. John (1977a), Snee (1981), Chick & Piepel (1984), Cornell & Ramsey (1998). Les plus récentes éditions des ouvrages sur les plans d'expériences pour surfaces de réponse, précisément Myers & Montgomery (2002) et Box & Draper (2006), ont incorporé des chapitres sur les plans pour mélange. D'où l'importance atteinte par ce sujet pendant les dernières années.

Bien que la première mention à des plans pour mélanges date de 1953 (Quenouille, 1953), les articles les plus reconnus sont ceux de Scheffé (1958, 1963) car ils ont introduit les plans en réseaux pour modèles polynomiaux reparamétrés en concordance avec la contrainte fondamentale. Ces articles sont les bases de travaux postérieurs tels que ceux de Lambrakis (1968) qui a fait l'extension pour des réseaux multiples de Scheffé. Il s'agit de la première référence sur ce que plus tard on appellera plans d'expérience pour mélange.

Nous commencerons par examiner le problème de la non-indépendance des facteurs qui est à la base de la distinction entre les plans de mélanges et les plans d'expériences classiques. La non-indépendance des facteurs est exprimée par la contrainte fondamentale des mélanges [19].

3.1 Formulation d'un mélange

Les propriétés d'un mélange dépendent généralement de sa composition et il est fréquent que l'on veuille traduire les variations d'une propriété en fonction de la concentration des divers constituants.

Soit un mélange de K constituants en proportions x_1, x_2, \dots, x_k et y , la propriété qui nous intéresse. Le problème se pose souvent en ces termes : quelle composition donner au mélange pour que y satisfasse une spécification (par exemple $y > y_{min}$).

Une première démarche consiste à réaliser différents mélanges, à les tester jusqu'à ce que certains répondent au problème. Il faudra ensuite réaliser d'autres mélanges de compositions voisines pour voir dans quelle mesure nous pouvons faire varier les compositions sans sortir des spécifications. Une autre démarche, plus sûre et dans l'ensemble plus économe en nombre d'essais à faire, revient à traduire les variations de y en fonction de la composition du mélange par une relation $y = f(x_i)$. Cette relation devra être valide, c'est-à-dire traduire fidèlement les variations de y en fonction des x_i et aussi simple que possible car le nombre des mélanges à réaliser croît avec la complexité de la relation lorsque nous disposons de cette équation, le tracé des courbes isoréponses donne la région des mélanges conformes à la spécification.

3.2 Représentation graphique d'un mélange

La somme des composants égale à un et peut donc être représenté par un point.

3.2.1 Mélange à deux constituants

Soit x_1 la teneur du premier constituant et x_2 la teneur du second. Adoptons la représentation cartésienne, l'axe Ox_1 étant orthogonal à l'axe Ox_2 . Les axes sont gradués en proportions variant de 0 à 1. Un mélange quelconque contenant x_a de A et x_b de B est représenté par un point situé à l'intersection des coordonnées x_a et x_b (figure 3.1). Ce point qui représente un mélange est appelé soit point de composition, soit point de mélange, ou tout simplement point [7].

La contrainte des mélanges introduit une relation entre x_a et x_b :

$$x_a + x_b = 1$$

Que l'on peut écrire :

$$x_b = 1 - x_a$$

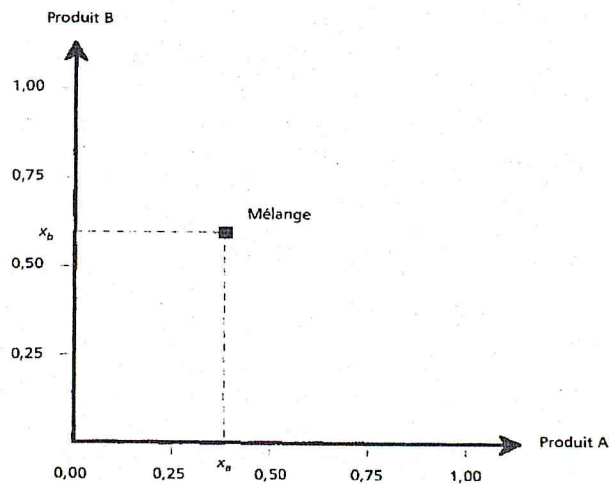


Figure 3.1 : Représentation d'un mélange dans un système d'axes cartésiens

Cette dernière relation exprime que les points de coordonnées x_a et x_b sont sur une droite de pente - 1, coupant l'axe du produit A au point d'abscisse 1 (point A sur la figure 3.2) et l'axe du produit B au point d'ordonnée 1 (point B sur la figure 3.2). Les compositions x_a et x_b variant entre 0 et 1, il n'y a que le segment AB qui soit utile. Toutes les compositions possibles des mélanges des deux produits A et B sont représentées par les points de ce segment de droite.

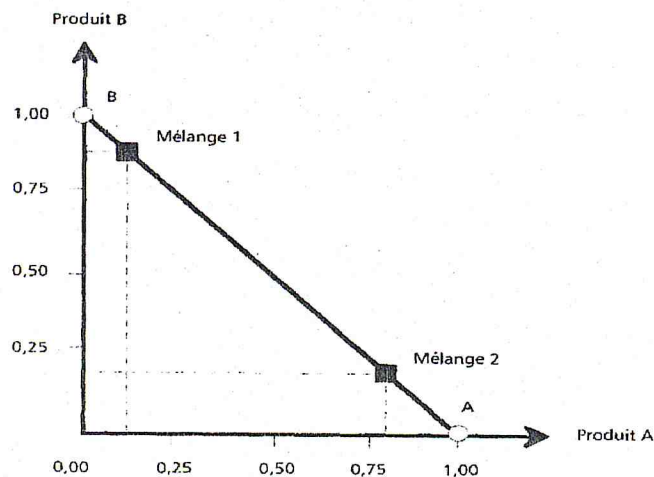


Figure 3.2 : Les compositions des mélanges à deux constituants peuvent être représentées par les points du segment de droite AB

On peut donc ne conserver que ce segment de droite et abandonner les axes Ox_1 et Ox_2 . Le produit pur A est représenté par l'une des extrémités du segment AB. Le produit B est représenté par l'autre extrémité. Ce segment porte une double graduation (figure 3.3), celle des teneurs du premier produit et celle des teneurs du second produit.

La lecture de la composition des mélanges sur ce segment demande un certain apprentissage. Elle se lit à la fois de droite à gauche et de gauche à droite.

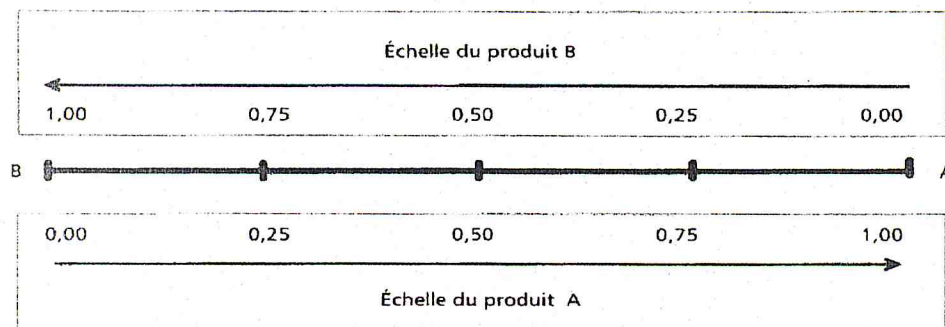


Figure 3.3 : Représentation des mélanges à deux constituants sur un segment de droite

3.2.2 Lecture du diagramme des mélanges binaires

Le segment de la figure 3.4 représente les mélanges des deux constituants A et B. Le produit A est à droite et le produit B est à gauche. La graduation inférieure est celle du produit A. Elle varie de 0 à gauche à 1 à droite. La graduation supérieure est celle du produit B. Elle varie de 0 à droite à 1 à gauche.

Les échelles se lisent, l'une dans un sens, l'autre dans l'autre sens. La somme des teneurs, en un point de l'échelle, est égale à l'unité (figure 3.4).

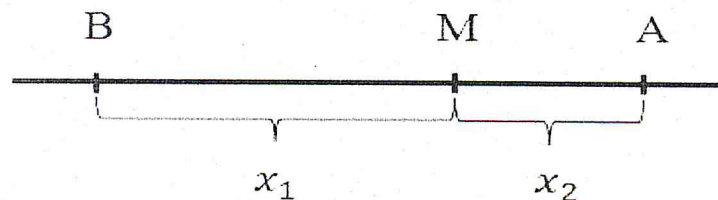


Figure 3.4 : Représentation de mélange M sur un segment de droite.

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 , x_1 , la proportion de A , et x_2 , la proportion de B , sont telles que :

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

3.2.3 Mélanges à trois constituants

Trois axes orthogonaux entre eux représentent chacun les teneurs d'un produit dans le mélange (figure 3.5). Le point ayant pour coordonnées (x_a, x_b) et x_c représente le mélange ayant une teneur x_a du produit A, une teneur x_b du produit B et une teneur x_c du produit C.

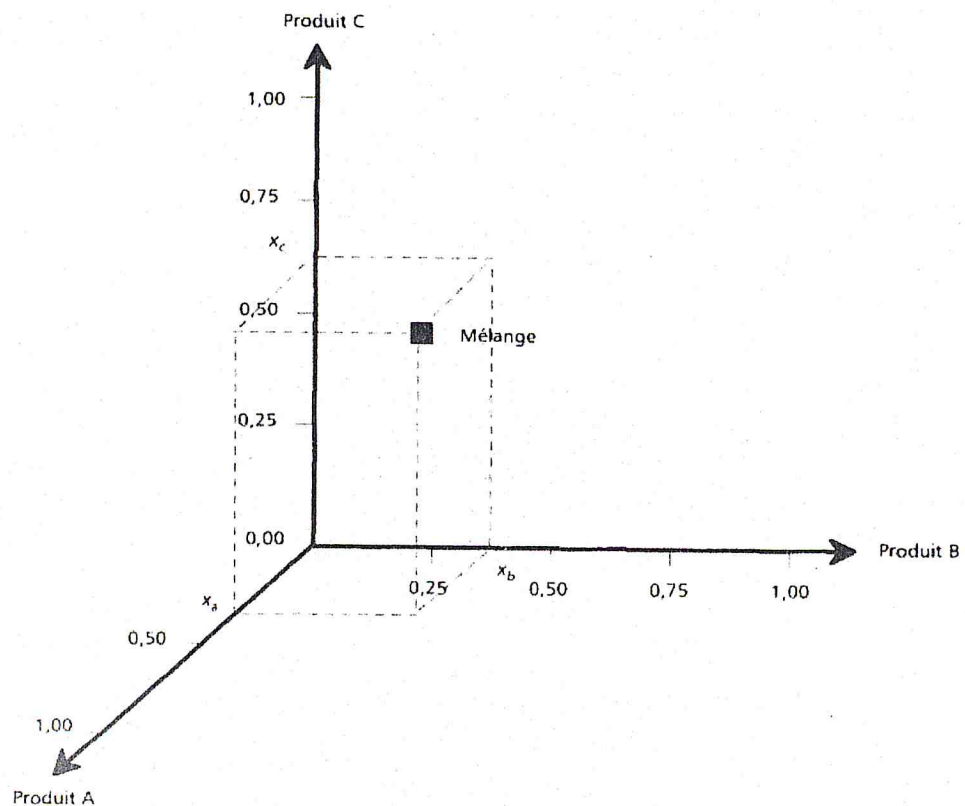


Figure 3.5 : Représentation dans un système d'axes cartésiens d'un mélange de trois produits

La contrainte des mélanges introduit la relation :

$$x_a + x_b + x_c = 1$$

Qui exprime que les points de coordonnées x_a , x_b et x_c sont sur un plan passant par les trois points d'abscisses 1 sur les axes de coordonnées. Les teneurs x_a , x_b et x_c varient

entre 0 et 1, par conséquent le domaine des mélanges se limite à un triangle équilatéral ayant pour sommets les trois points d'abscisses 1 (figure 3.6). C'est ce triangle que l'on utilise pour représenter les mélanges à trois composants. Là aussi, il faut s'habituer à lire la composition des mélanges ternaires sur ce diagramme triangulaire.

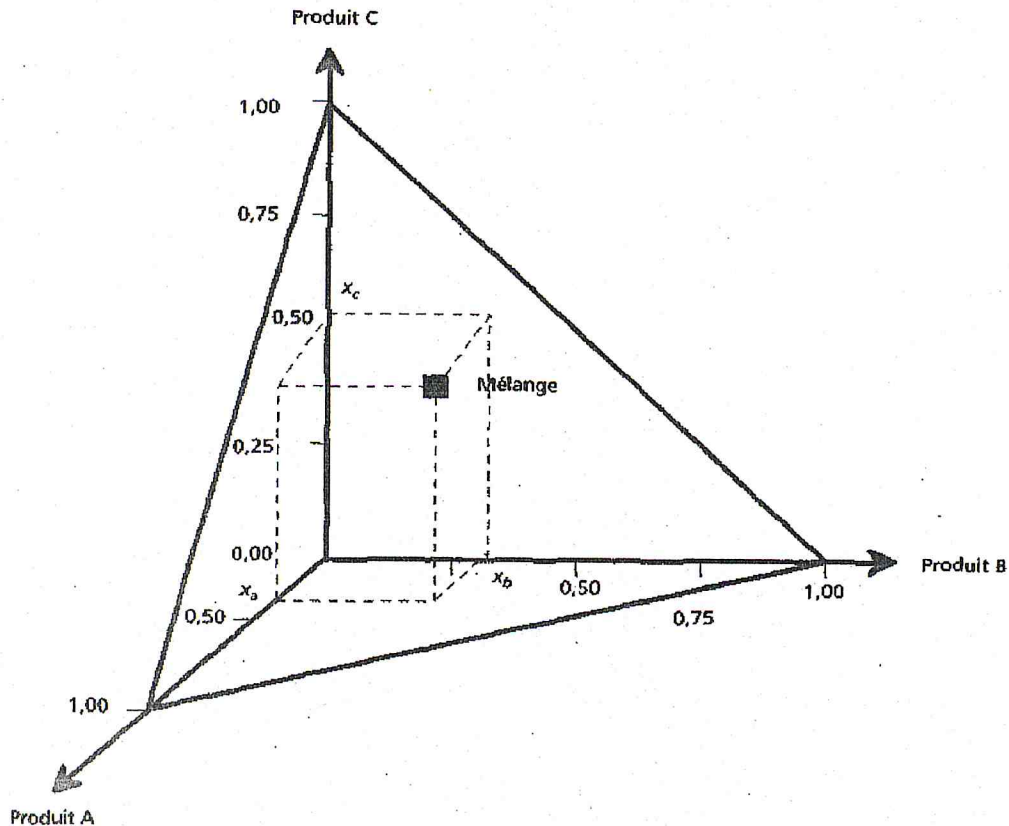


Figure 3.6 : Représentation de l'ensemble des mélanges à trois constituants dans l'espace cartésien des trois produits A, B et C

3.2.4 Lecture du diagramme des mélanges ternaires

Les produits purs sont aux sommets du triangle équilatéral. Les mélanges binaires sont représentés par les côtés du triangle. Par exemple le côté gauche AB du triangle (figure 3.7) représente les compositions des mélanges des seuls produits A et B ; et ces mélanges ne contiennent pas de produit C.

Chaque côté du triangle équilatéral est gradué de 0 à 1. On n'a laissé que l'échelle d'un seul produit sur chaque côté. L'échelle de l'autre produit se déduit par complément à 1. Le côté AB est gradué pour le produit A : 1 est au point A et 0 au point B. C'est l'échelle

du produit A. Le côté BC est gradué pour le produit B : 1 est au point B et 0 est au point C. Le côté AC est gradué pour le produit C : 1 est au point C et 0 est au point A.

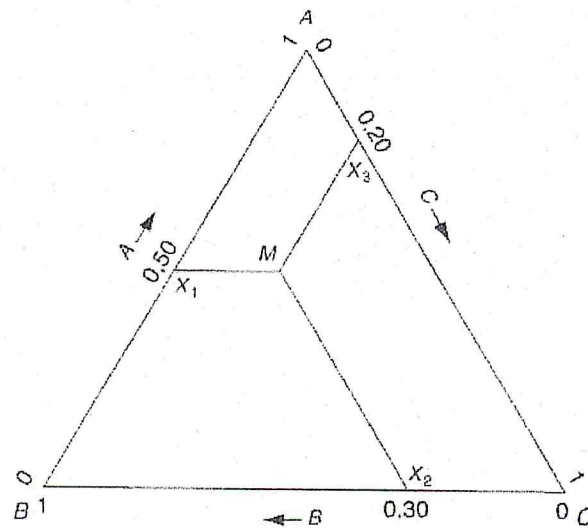


Figure 3.7 : Représentation des mélanges à trois constituants à l'aide d'un triangle équilatéral

Un point de la surface intérieure du triangle équilatéral représente un mélange ternaire. Les teneurs de chaque produit se lisent sur les côtés du triangle. La teneur en produit A se lit sur le côté AB qui est l'échelle du produit A. On projette le point M sur AB parallèlement à BC (côté opposé à A). De même la teneur en B se lit sur l'échelle de B (côté BC) en projetant le point M sur BC parallèlement à AC (côté opposé à B). Enfin la teneur en C se lit sur l'échelle de C (côté AC) en projetant le point M sur AC parallèlement à AB (côté opposé à C).

Les teneurs respectives de trois produits dans le mélange sont données par les relations :

$$x_1 = \text{teneur en A dans le mélange M}$$

$$x_2 = \text{teneur en B dans le mélange M}$$

$$x_3 = \text{teneur en C dans le mélange M}$$

Les propriétés géométriques du triangle équilatéral assurent le respect de la contrainte fondamentale des mélanges :

$$x_1 + x_2 + x_3 = AB = AC = BC = 1$$

3.2.5 Mélanges à quatre constituants

Les quatre produits purs sont aux sommets d'un tétraèdre régulier (figure 3.8). Le tétraèdre est un simplexe puisqu'il est défini par quatre points dans un espace à trois dimensions.

Les mélanges binaires sont représentés par les côtés du tétraèdre. Les mélanges ternaires sont représentés par les faces du tétraèdre qui sont des triangles équilatéraux. Les mélanges quaternaires sont représentés par les points du volume intérieur du tétraèdre. On obtient les compositions d'un mélange en projetant le point représentatif du mélange sur les faces et sur les côtés du tétraèdre.

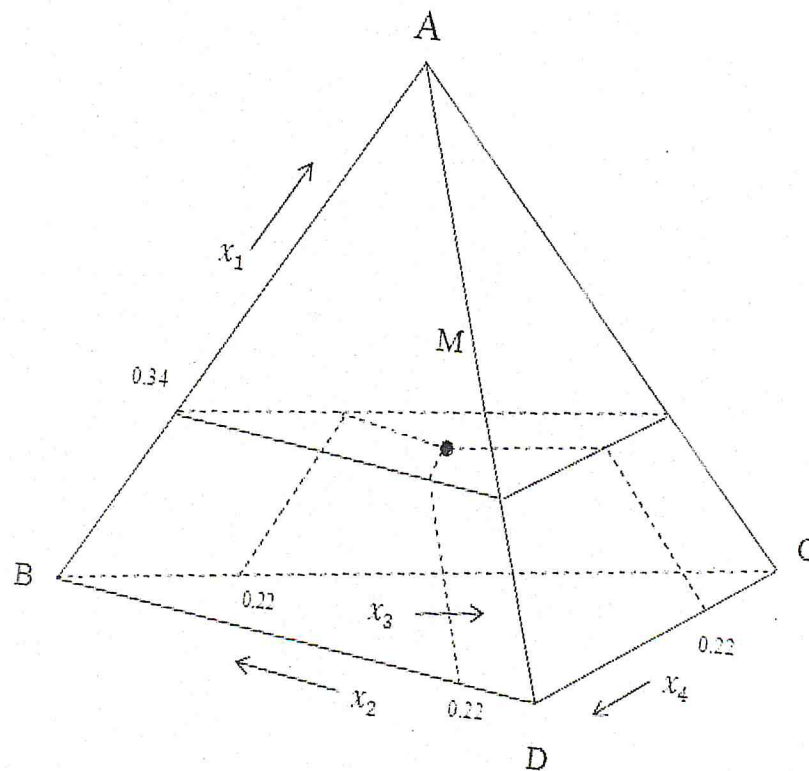


Figure 3.8 - Représentation des mélanges à quatre constituants par un tétraèdre régulier

Afin de ne pas commettre d'erreur dans la lecture des compositions, on fera attention aux conventions qui ont été adoptées pour graduer les côtés du tétraèdre. Pour $K > 4$ cette La représentation géométrique n'est plus possible car il faudrait dessiner un volume régulier à $K-1$ dimensions. Nous allons donc recourir à une autre représentation pour illustrer tous les mélanges quel que soit le nombre de constituants : les tableaux.

3.4 Représentation des mélanges par des tableaux

Comme pour les plans d'expériences, on associe à la représentation géométrique une représentation en tableau. Cette représentation permet de représenter tous les mélanges quel que soit le nombre de constituants. Contrairement à la représentation géométrique, il n'y a pas de limite et l'on peut représenter un mélange à m constituants, m étant aussi grand que l'on désire.

3.4.1 Mélange à deux constituants

Un mélange à deux constituants est représenté par un tableau (tableau 3.1) qui comprend trois colonnes :

- la première colonne contient le nom des différents mélanges. Nous avons adopté une numérotation selon l'ordre des nombres entiers. On pourrait également prendre des lettres ou des noms quelconques,
- la seconde colonne contient les proportions du produit A,
- la troisième colonne contient les proportions du produit B.

Le tableau comprend autant de lignes qu'il y a de mélanges à étudier. Ici nous avons indiqué trois mélanges. La somme des proportions d'une ligne quelconque est toujours égale à l'unité puisqu'il s'agit d'un mélange donné. Cette propriété est la conséquence de la contrainte fondamentale des mélanges.

N° du mélange	Produit A	Produit B
1	$X_{a,1}$	$X_{b,1}$
2	$X_{a,2}$	$X_{b,2}$
3	$X_{a,3}$	$X_{b,3}$

Tableau 3.1 : Représentation en tableau d'un mélange à deux constituants

Remarque :

Un tableau représentant une série de mélanges à m constituants possède $m + 1$ colonnes et autant de lignes que nécessaire. La somme des proportions des constituants d'un mélange est toujours égale à 1. Dès que $m \geq 5$, la représentation en tableau est la seule possible.

3.5 Modèles mathématiques pour les plans de mélanges

3.5.1 Modèle du premier degré

Dans le cas particulier des mélanges, nous avons toujours la relation [7]:

$$\sum_i x_i = 1$$

Qui traduit que la somme des compositions de tous les constituants du mélange représente la totalité de ce mélange. de ce fait, le modèle du 1^{er} degré d'écrit :

$$y = a_1x_1 + a_2x_2 + \dots + a_kx_k$$

Un modèle de mélange du premier degré n'a pas de constante. vérifions le modèle linéaire avec constante :

$$y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + \dots + b_kx_k$$

Deviens en tenant compte de la définition des variables de mélange $\sum_i x_i = 1$:

$$y = b_0(x_1 + x_2 + \dots + x_k) + b_1x_1 + b_2x_2 + \dots + b_kx_k$$

Qui est bien de la forme annoncée un peu plus haut avec : $a_i = b_0 + b_i \quad \forall i = 1 \dots k$

D'après le modèle du 1^{er} degré il y a k coefficients à déterminer.

3.5.2 Modèle du second degré

De façon analogue, la relation $\sum_i x_i = 1$ fait disparaître la constante et les termes en x_i^2 car nous pouvons toujours écrire :

$$x_i^2 = x_i \left(1 - \sum_{\substack{j=1 \\ i \neq j}} x_j\right)$$

La forme générale du 2^{ème} degré devient :

$$y = a_1x_1 + a_2x_2 + \dots + a_kx_k + \sum_{i>j} a_{ij} x_i x_j$$

Il y a $\frac{k(k+1)}{2}$ coefficients du modèle à déterminer.

3.5.3 Modèle du troisième degré

Le modèle mathématique du troisième degré, particulier aux plans de mélanges, peut s'obtenir à partir d'un polynôme du troisième degré sur lequel on applique la

contrainte fondamentale des mélanges. Le modèle, appelé *modèle cubique complet*, est le suivant :

$$y = \sum_i a_i x_i + \sum_{i < j} a_{ij} x_i x_j + \sum_{i < j} \alpha_{ij} x_i x_j (x_i - x_j) + \sum_{i < j < k} a_{ijk} x_i x_j x_k$$

Et le nombre de coefficients du modèle à déterminer est égal : $\frac{k(k+1)(k+2)}{6}$

Il est plus courant d'utiliser le modèle simplifié qui ne comprend que les termes du premier degré, les termes rectangles et le produit des trois constituants. Le modèle simplifié, appelé *modèle cubique restreint*, est le suivant :

$$y = \sum_i a_i x_i + \sum_{i < j} a_{ij} x_i x_j + \sum_{i < j < k} a_{ijk} x_i x_j x_k$$

Et le nombre de coefficients du modèle à déterminer est égal : $\frac{k(k^2+5)}{6}$

3.6 Différents types de plans de mélanges

Les plans de mélanges permettent de choisir les mélanges à tester de façon à avoir les meilleures estimations des coefficients a_i, a_{ij}, \dots . ce sont des plans optimaux. Nous distinguons différents types de plans selon les contraintes auxquelles sont soumises les compositions x_i [20].

3.6.1 Plan de type I

Les plans de mélanges de type I supposent que les produits purs ont la propriété d'usage recherchée et qu'il n'y a aucune contrainte qui pèse sur eux. L'usage est de classer les principaux types de plans de mélanges suivant l'emplacement des points représentatifs des compositions. Ces points sont repartis dans le domaine d'étude selon des dispositions particulières dont nous allons passer en revue les principales :

- les plans en réseaux.
- les plans de mélanges centrés.
- les plans de mélanges centrés augmentés.

3.6.1.2 Plans en réseaux

Les plans en réseaux (*simplex lattice designs* dans la littérature anglo-saxonne) sont les premiers plans de mélanges qui ont été introduits par Schéffe dans les années 1958-1965. Les points de composition sont régulièrement répartis dans l'espace d'étude. Pour les mélanges à trois constituants, le plus simple des plans de mélanges en

réseaux ne contiennent que les trois produits purs. Les points représentatifs de ces produits sont aux sommets du triangle équilatéral (figure 3.9). Les coordonnées de ces points sont 0 et 1.

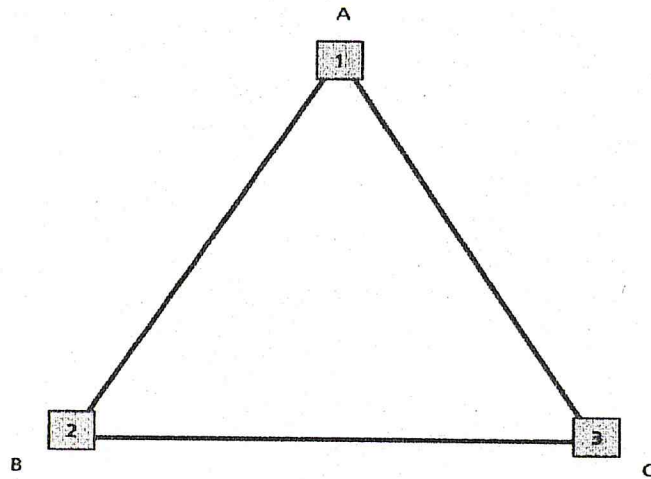


Figure 3.9 : Plan de mélanges ne comportant que les trois produits purs

N° du mélange	Produit A	Produit B	Produit C
1	1	0	0
2	0	1	0
3	0	0	1

Tableau 3.2 : Plan de mélanges en réseaux (*simplex lattice designs*) comportant les trois produits purs

Le plan qui ne fait intervenir que les produits purs peut être enrichi par les points de composition moyenne, c'est-à-dire par les mélanges contenant 50 % de chacun des produits. Ces points de composition moyenne sont situés au milieu des côtes du triangle. Leurs coordonnées sont 0 et 1/2. On remarquera sur la figure 3.9 que ces points de composition moyenne se répartissent de manière symétrique par rapport aux côtes du triangle. Ils forment un réseau régulier, d'où le nom de ces plans.

Ce réseau est caractérisé par la répartition des points dans l'espace expérimental, c'est-à-dire par leurs coordonnées. La longueur unitaire du côté a été divisée par deux, le

réseau à un pas de $1/2$. Si l'on veut mettre un réseau de points plus serré, il faut diviser la longueur unité des côtes par trois afin d'obtenir des points régulièrement répartis. Le pas de ce nouveau réseau est $1/3$. Les coordonnées des points sont $0, 1/3$ et $2/3$. On peut continuer à construire ainsi des réseaux de plus en plus serrés en divisant l'unité par m . Le pas du réseau est de $1/m$ et les coordonnées des points expérimentaux sont $0, 1/m, 2/m, 3/m$ jusqu'à $m/m = 1$. Si k est un nombre de la suite des entiers : $1, 2, 3, \dots$ etc. les coordonnées des points des plans en réseaux s'écrivent : $\frac{k}{m}$

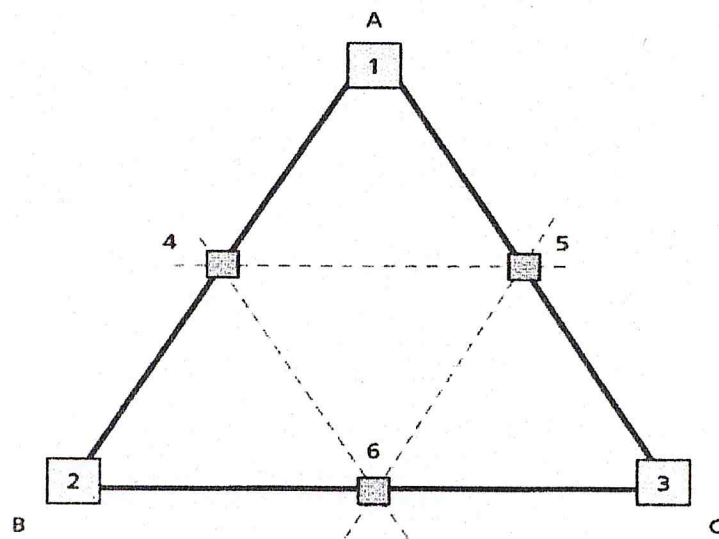


Figure 3.10 : Plan de mélanges en réseaux comportant les trois produits purs et les mélanges moitié-moitié.

N° du mélange	Produit A	Produit B	Produit C
1	1	0	0
2	0	1	0
3	0	0	1
4	0.5	0.5	0
5	0.5	0	0.5
6	0	0.5	0.5

Tableau 3.3 : Plan de mélanges en réseaux comportant les trois produits purs et les mélanges moitié-moitié.

Pour nommer ces plans, on adopte la convention suivante : on utilise deux chiffres, le premier correspond au nombre de constituants du mélange et le second correspond au diviseur utilisé pour établir le pas du réseau. Ces deux chiffres sont séparés par une virgule et mis entre deux accolades. Ici le plan de la figure 3.9 est un plan {3,2} soit 3 constituants et un pas de 1/2. Le plan de la figure 3.10 est un plan {3,3}, soit 3 constituants et un pas de 1/3. Si un plan de mélanges fait intervenir 5 constituants et que l'expérimentateur décide un pas de 1/4, il s'agit d'un plan {5,4}.

Cette notation permet de calculer très rapidement le nombre de mélanges à préparer et à étudier connaissant le nombre de constituants du mélange et le nombre m . Pour un plan $\{q, m\}$, le nombre total de mélanges différents est égal à :

$$C_{q+m-1}^m = \frac{(q+m-1)!}{(m)!(q-1)!}$$

Le tableau 3.4 présente les réseaux de shéffe $\{q, m\}$, pour $3 \leq q \leq 6$ et $2 \leq m \leq 4$ et le nombre de différents mélanges à préparer.

q	M	Mélanges				mélange totale
		sommet	2	3	4	
3	2	3	3	.	.	6
	3	3	6	1	.	10
	4	3	9	3	.	15
4	2	4	6	.	.	10
	3	4	12	4	.	20
	4	4	18	12	1	35
5	2	5	10	.	.	15
	3	5	20	10	.	35
	4	5	30	30	5	70
6	2	6	15	.	.	21
	3	6	30	20	.	56
	4	6	45	60	15	126

Tableau 3.4 : Plan de mélanges en réseaux $\{q, m\}$

Le plan de mélanges en réseaux {3,3} de la figure 3.11 possède 10 mélanges différents à étudier, pour $m = 3, q = 3$ on a :

$$C_{q+m-1}^m = \frac{(3 + 3 - 1)!}{(3)! (3 - 1)!} = 10$$

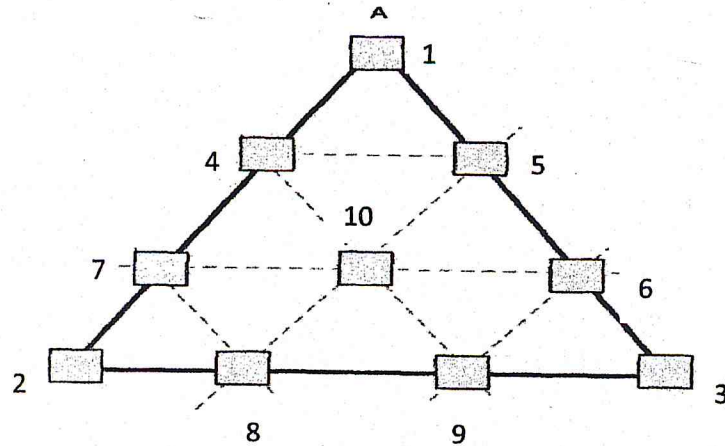


Figure 3.11 : Plan de mélanges en réseaux comportant les trois produits purs et les mélanges 1/3-2/3 et 1/3-1/3-1/3. Ce plan est noté {3,3}

On peut représenter les plans de mélanges en réseaux avec des tableaux. Le tableau 3.5 est la représentation en tableau d'un plan de mélanges en réseaux pour trois produits.

Tableau 3.5 - Plan de mélanges en réseaux comportant les trois produits purs et les mélanges 1/3-2/3 et 1/3-1/3-1/3. Ce plan est noté {3,3}

N° du mélange	Produit A	Produit B	Produit C
1	1	0	0
2	0	1	0
3	0	0	1
4	2/3	1/3	0
5	2/3	0	1/3
6	0	2/3	1/3
7	1/3	2/3	0
8	1/3	0	2/3
9	0	1/3	2/3
10	1/3	1/3	1/3

3.6.1.3 Plans de mélanges centrés

Les plans de mélanges centrés (*simplex-centroid designs* dans la littérature anglo-saxonne) se distinguent des plans en réseaux par la présence systématique d'un point central, c'est-à-dire d'une composition contenant autant de chacun des constituants du mélange. Le plan centre permettant d'étudier trois constituants comprend :

- Les produits purs,
- Les mélanges moitié-moitié de deux produits purs,
- Le mélange contenant un tiers de chaque produit pur (point central).

Le nombre N de mélanges à étudier pour des plans de mélanges centrés a q constituants est donné par la formule :

$$N = 2^q - 1$$

Si on considère plan de mélanges centré à trois constituants, il y a sept mélanges différents à étudier (figure 3.12).

$$N = 2^3 - 1 = 8 - 1 = 7$$

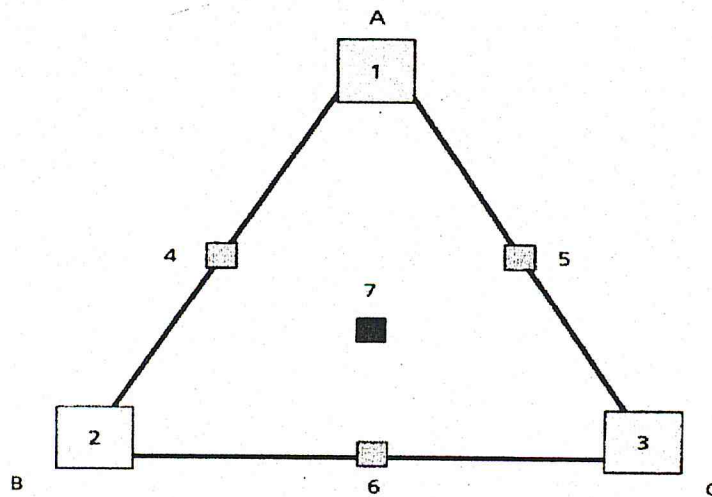


Figure 3.12 : Plan de mélanges centre comportant les trois produits purs, les mélanges moitié-moitié et le mélange équiportion des trois produits purs.

On peut représenter les plans de mélanges centrés avec des tableaux. Le tableau 3.6 est la représentation en tableau d'un plan de mélanges centré pour trois produits.

N° du mélange	Produit A	Produit B	Produit C
1	1	0	0
2	0	1	0
3	0	0	1
4	1/2	1/2	0
5	1/2	0	1/2
6	0	1/2	1/2
7	1/3	1/3	1/3

Tableau 3.6 : Plan de mélanges centré pour trois produits

3.6.1.3 Plans de mélanges centrés augmentés

Les plans de mélanges centrés augmentés sont des plans de mélanges centrés auxquels on ajoute les centres de gravité des simplex unitaires. Pour le plan de mélanges centré à trois composants comprend quatre simplex unitaires (figure 3.13). Le centre de gravité de l'un des simplex unitaires est déjà occupé (point noir, numéro 7). Il reste donc à ajouter trois points (points blancs numéro 8, 9 et 10) au centre des trois autres simplex unitaires.

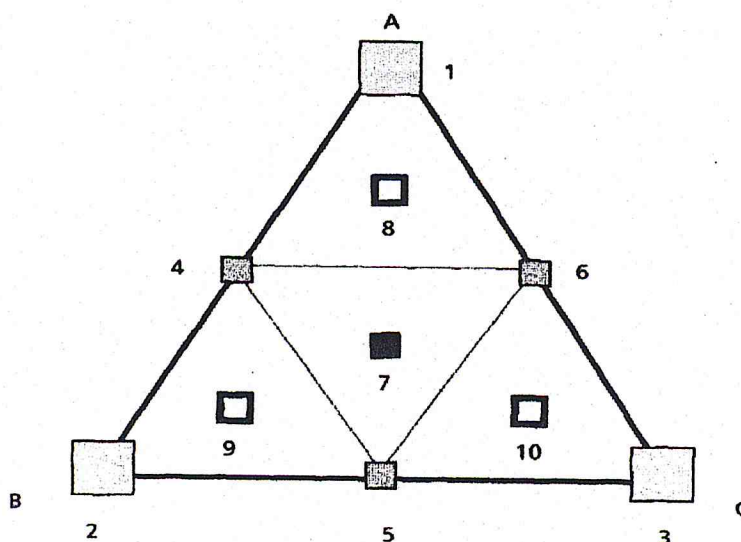


Figure 3.13 : Plan de mélanges centré augmenté comportant les trois produits purs, les mélanges moitié-moitié, le mélange équiportion des trois produits et les mélanges situés aux centres de gravité des simplex unitaires.

Les plans centres augmentés se représentent également sous forme de tableaux. Le tableau 3.7 est la représentation d'un plan de mélanges centré augmenté pour trois produits. On retrouve les points du plan centre (points 1 à 7) et on indique les centres de gravité des simplex unitaires (points 8, 9 et 10). Les teneurs rigoureuses de ces trois derniers mélanges sont 2/3 et 1/6.

N° du mélange	Produit A	Produit B	Produit C
1	1	0	0
2	0	1	0
3	0	0	1
4	1/2	1/2	0
5	1/2	0	1/2
6	0	1/2	1/2
7	1/3	1/3	1/3
8	2/3	1/6	1/6
9	1/6	2/3	1/6
10	1/6	1/6	2/3

Tableau 3.7 : Plan de mélanges centré augmenté pour trois constituants.

3.6.2 Plan de type II

Les plans de mélanges de type II sont tel que : $x_i \geq l_i$ c'est-à-dire les teneurs des constituants ne peuvent pas descendre au-dessous d'une certaine limite l_i . Donc le domaine des compositions est alors divisé en deux zones : la zone interdite au-dessous de la limite l_i et la zone autorisée au-dessus de cette limite. Cette dernière conserve la forme du domaine initial, un triangle équilatéral s'il y a trois constituants, un tétraèdre régulier s'il y a quatre constituants et un hyperpolyèdre régulier s'il y a plus de quatre constituants. Le domaine des mélanges possibles (figure 3.14) découle des relations suivantes :

$$\sum_i x_i = 1$$

$$x_1 \geq L_1$$

$$x_2 \geq L_2$$

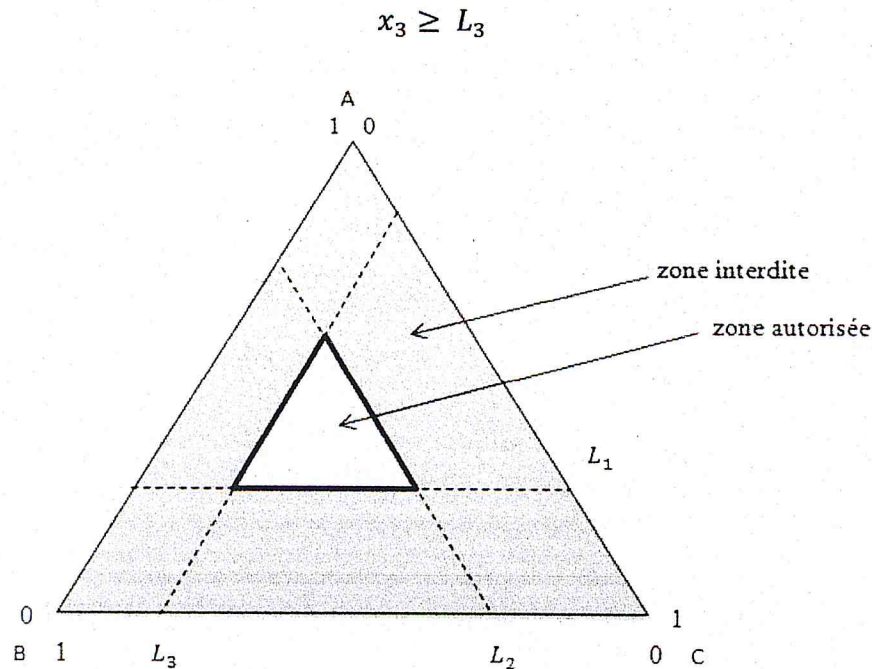


Figure 3.14 : Les limites basses de tous les produits définissent deux zones : la zone interdite (zone ombrée) et la zone autorisée qui a la même forme géométrique que le domaine initial.

3.6.2.1 L'existence du domaine expérimental

On considère un mélange ne comportant que deux constituants A et B. On suppose que la limite basse du produit A est égale à L_A et que celle du produit B est égale à L_B . On envisage les différents cas suivants.

1. Les limites basses L_A et L_B sont chacune égale à 0. Toutes les proportions de A et de B sont alors possibles dans le mélange de ces deux produits (figure 3.15). Dans ce cas, on a :

$$L_A + L_B = 0$$

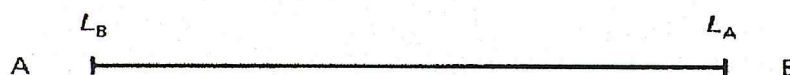


Figure 3.15 : La somme des limites basses de tous les constituants égale à 0.

2. La limite basse L_A est plus grande que 0. Les teneurs en A varient alors de L_A à 1 et celles de B de zéro à $1 - L_A$ (figure 3.16). Dans ce cas, on a :

$$L_A + L_B < 1$$



Figure 3.16 : La somme des limites basses de tous les constituants.

3. Les deux limites basses L_A et L_B sont plus grandes que 0. Les proportions de A varient de L_A à $1 - L_B$ et celles de B de L_B à $1 - L_A$ (figure 3.17). Dans ce cas, on a :

$$L_A + L_B < 1$$



Figure 3.17 : La somme des limites basses de tous les constituants .

4. Les deux limites basses vérifient la relation $L_A + L_B = 1$. Dans ce cas, il n'y a plus qu'un seul mélange possible. La concentration en A est L_A et celle de B est L_B (figure 3.18).

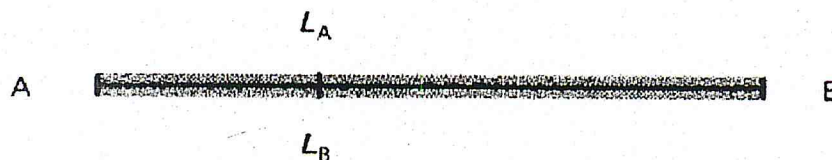


Figure 3.18 : La somme des limites basses de tous les constituants.

5. Les deux limites basses vérifient la relation $L_A + L_B > 1$, il n'y a plus de mélange possible. Cette analyse permet de conclure que, dans le cas d'un mélange binaire, les mélanges sont possibles si les limites basses respectent la relation :

$$L_A + L_B \leq 1$$

Dans le cas d'un mélange ternaire (produits A, B et C), si les limites basses des deux premiers constituants vérifient $L_A + L_B < 1$, les mélanges de A et B sont possibles. Les proportions du troisième constituant sont alors comprises entre zéro et $1 - (L_A + L_B)$. Si la limite basse de C atteint la valeur de $1 - (L_A + L_B)$, il n'y a plus qu'un seul mélange possible. Si la limite basse de C est supérieure à cette valeur, il n'y a plus de mélange possible. Il faut donc que :

$$L_A + L_B + L_C \leq 1$$

D'une manière générale, pour que des mélanges soient possibles entre k constituants, les limites basses doivent respecter la relation suivante :

$$\sum L_i \leq 1$$

3.6.2.2 Calcul de la composition des mélanges expérimentaux

Soit un premier constituant A du mélange dont la teneur varie de 1 (produit pur) à L_1 (limite inférieure), un deuxième constituant B dont la teneur varie de 1 à L_2 et un troisième constituant C dont la teneur varie de 1 à L_3 . Les points A, B et C représentent les corps purs (S'il y a plus de trois constituants, il faut étendre les raisonnements au tétraèdre puis aux hyperpolyèdres). Dans le cas de trois constituants, le domaine d'étude est ramené au triangle PQR (figure 3.19). Les points P, Q et R représentent des mélanges particuliers que l'on appelle pseudo corps purs.

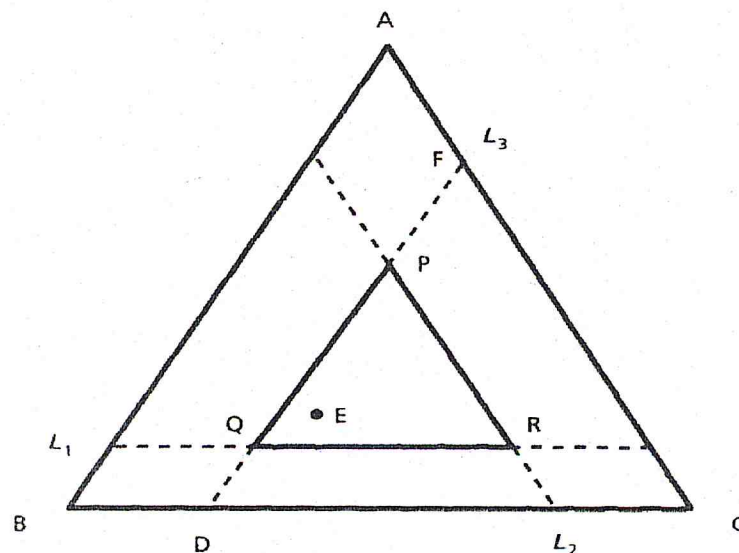


Figure 3.19 : Le triangle PQR représente le domaine d'étude restreint. Le point E est un mélange dont la composition peut être exprimée avec les corps purs A, B et C ou avec pseudo corps purs P, Q et R

La composition d'un mélange E du domaine peut s'exprimer par rapport aux :

→ vrais corps purs A, B, C, ... désignons par $x_1, x_2, x_3, \dots, x_k$ les valeurs correspondantes.

Les x_i représentent la composition réelle du mélange

→ Pseudo corps purs A'B'C', ... soient $x'_1, x'_2, x'_3, \dots, x'_k$ les valeurs correspondantes.

La relation qui lie les x'_i aux x_i est :

$$x'_i = \frac{x_i - l_i}{1 - \sum l_i}$$

Démonstration

On considère un mélange ne comportant que trois constituants, A, B et C

$$l_1 \leq x_1$$

$$l_2 \leq x_2$$

$$l_3 \leq x_3$$

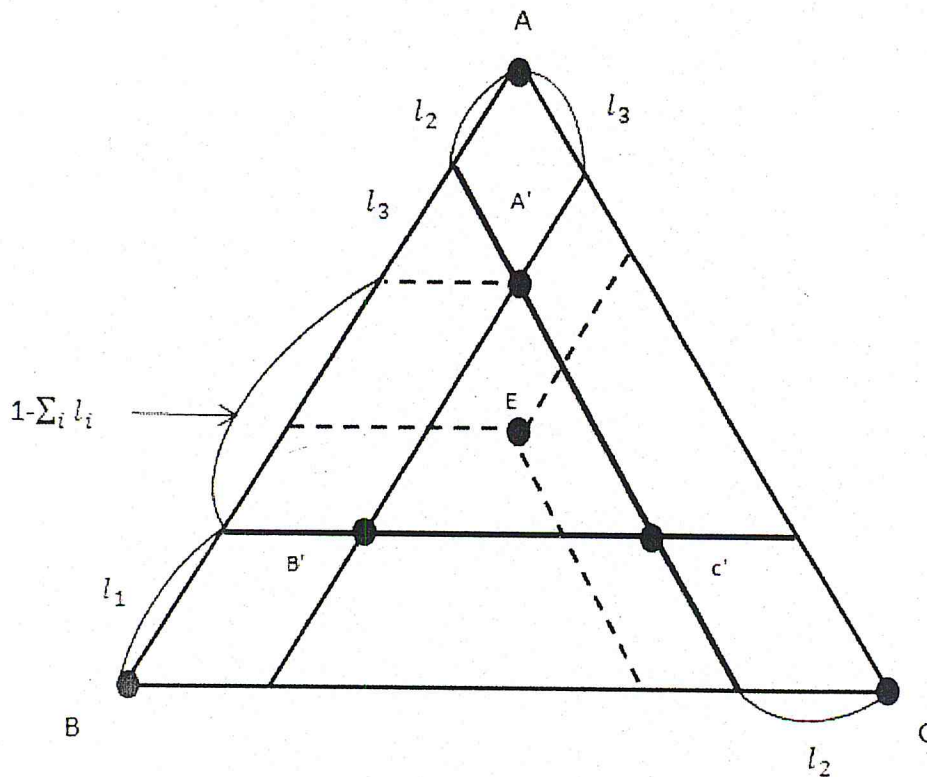


Figure 3.20 : Représentation du mélange E dans triangle A'B'C'.

Les x'_i sont des coordonnées centrées réduites

1- **Centrées** : le nouveau centre est B'. On retranche donc l'abscisse de B' à la coordonnée x_1 de E est égale $x_1 - l_1$

2- **Réduites** : on veut que dans le nouvel axe la distance B'A' soit égale à 1 or la distance B'A' (figure 3.21) est égale à :

$$B'A' = 1 - \sum_i l_i = 1 - (l_1 + l_2 + l_3)$$

On doit donc diviser par cette distance afin que B'A' soit réduite à 1.

D'où la formule

$$x'_1 = \frac{x_1 - l_1}{1 - \sum l_i}$$

D'une façon générale

$$x'_i = \frac{x_i - l_i}{1 - \sum l_i}$$

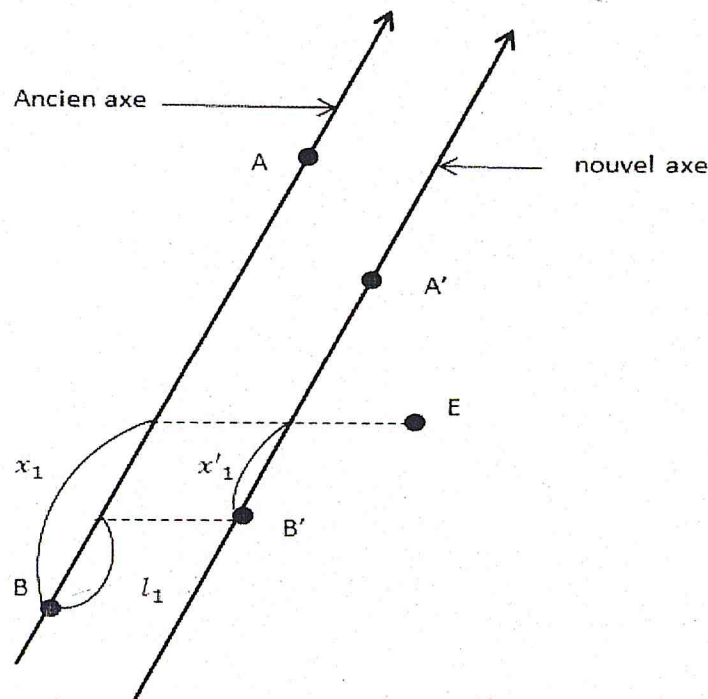


Figure 3.21 : L'abscisse du mélange E sur A'B'.

3.6.3 Plan de type III

Les plans de type III sont tels que les proportions du produit A varient entre une valeur limite basse L_1 et une valeur limite haute U_1 . Le domaine des compositions est divisé en trois zones : une première zone interdite par la limite L_1 (zone ombrée inférieure sur la figure 3.22), une zone autorisée (zone claire sur la figure 3.22) et une deuxième zone interdite par la limite U_1 (zone ombrée supérieure sur la figure 3.22). Ces deux limites ne conservent pas la forme du domaine initial. Le produit B peut, lui aussi, avoir une limite haute U_2 et une limite basse L_2 . Les autres produits peuvent avoir, de même, des limites hautes et des limites basses. L'ensemble de ces contraintes va fortement modifier la manière d'aborder la construction des plans de mélanges.

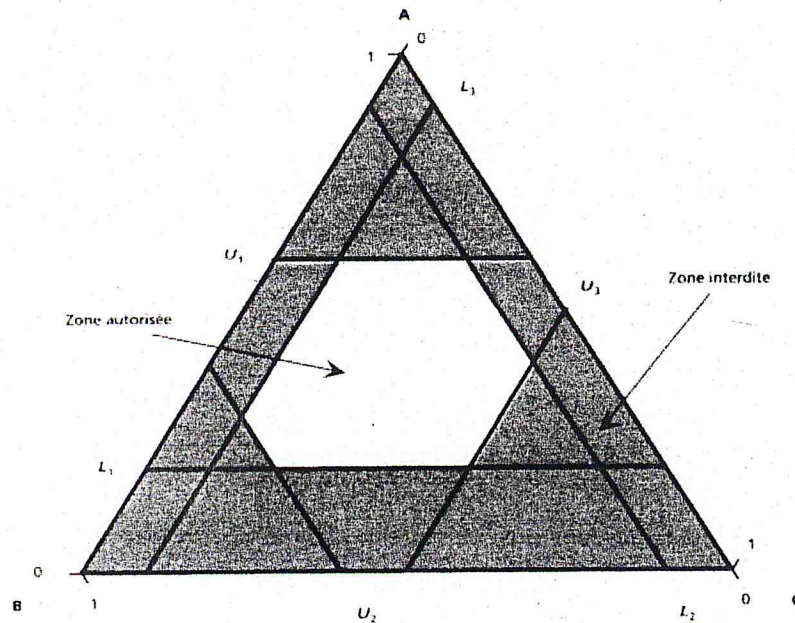


Figure 3.22 : La teneur en produit A ne peut pas être supérieure à la limite haute U_1 et inférieure à la limite basse L_1 . Les proportions de ce produit dans les mélanges varient donc entre L_1 et U_1 . Le domaine d'étude est divisé en trois zones : deux zones interdites (zones ombrées) et une zone autorisée (zone claire).

3.6. 3.1 L'existence du domaine expérimental

Nous avons vu les conséquences d'une limite basse imposée (type II) à un ou plusieurs constituants d'un mélange. Nous allons examiner maintenant les conséquences d'une limitation des proportions de l'un ou de plusieurs constituants vers les hautes valeurs.

On considère un mélange ne comportant que deux constituants, A et B. On suppose que la limite haute du produit A est égale à U_A et que celle du produit B est égale à U_B . On envisage les différents cas suivants [7]:

1. Les limites hautes U_A et U_B sont chacune égale à 1. Toutes les proportions de A et de B sont alors possibles dans le mélange de ces deux produits (figure 3.23). Dans ce cas, on a :

$$U_A + U_B = 2$$

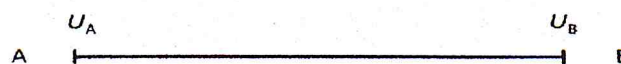


Figure 3.23 : La somme des limites hautes de tous les constituants égale à 2.

2. La limite haute est plus petite que 1. Les teneurs en A varient alors de 0 à U_A et celles de B de $1 - U_A$ à 1 (figure 3.24). Dans ce cas, on a : $U_A + U_B > 1$.



Figure 3.24 : La somme des limites hautes de tous les constituants supérieure à 1.

3. Les deux limites hautes U_A et U_B sont plus petites que 1. Les proportions de A varient de $1 - U_B$ à U_A et celles de B de $1 - U_A$ à U_B (figure 3.25). Dans ce cas, On a :

$$U_A + U_B > 1$$



Figure 3.25 : La somme des limites hautes de tous les constituants supérieure à 1.

4. Les deux limites hautes vérifient la relation $U_A + U_B = 1$. Dans ce cas, il n'y a plus qu'un seul mélange possible. La concentration en A est U_A et celle de B est U_B (figure 3.26).

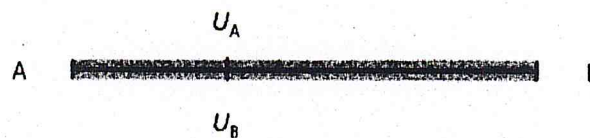


Figure 3.26 : La somme des limites hautes de tous les constituants égale à 1.

5. Les deux limites hautes vérifient la relation $U_A + U_B < 1$, il n'y a plus de mélange possible. Cette analyse permet de conclure que, dans le cas d'un mélange binaire, les mélanges sont possibles si les limites hautes respectent la relation :

$$U_A + U_B \geq 1$$

Remarque

Dans le cas d'un mélange tertiaire (produits A, B et C), si les limites hautes des deux premiers constituants vérifient $U_A + U_B > 1$, les mélanges de A et B sont possibles. Les proportions du troisième constituant sont alors comprises entre $1 - (U_A + U_B)$ et 1. Si

la limite haute de C atteint la valeur de $1 - (U_A + U_B)$ il n'y a plus qu'un seul mélange possible. Si la limite haute de C est inférieure à cette valeur, il n'y a plus de mélange possible. Il faut donc que :

$$U_A + U_B + U_C \geq 1$$

D'une manière générale, pour que des mélanges soient possibles entre k constituants, les limites hautes doivent respecter la relation suivante :

$$\sum U_i > 1$$

Conclusion

On conclure que l'existence du domaine d'étude il doit vérifier les relations suivantes :

- La somme des limites basses inférieures à un $\sum L_i \leq 1$.
- La somme des limites hautes supérieures à un $\sum U_i > 1$

3.6. 3.2 Principe de la démarche

3.6. 3.2.1 Compatibilité des limites

1-Définition :

On appelle étendue relative du produit i la différence entre la limite haute U_i et la limite basse L_i . Si l'on note l'étendue Δ_i , on a :

$$\Delta_i = U_i - L_i$$

2- Contraintes sur les limites hautes :

Soient trois produits A, B et C dont on impose les limites basses L_1 , L_2 et L_3 . Ces limites forment un triangle A'B'C' (figure 3.27) dont l'intérieur et le pourtour représentent le domaine d'étude restreint.

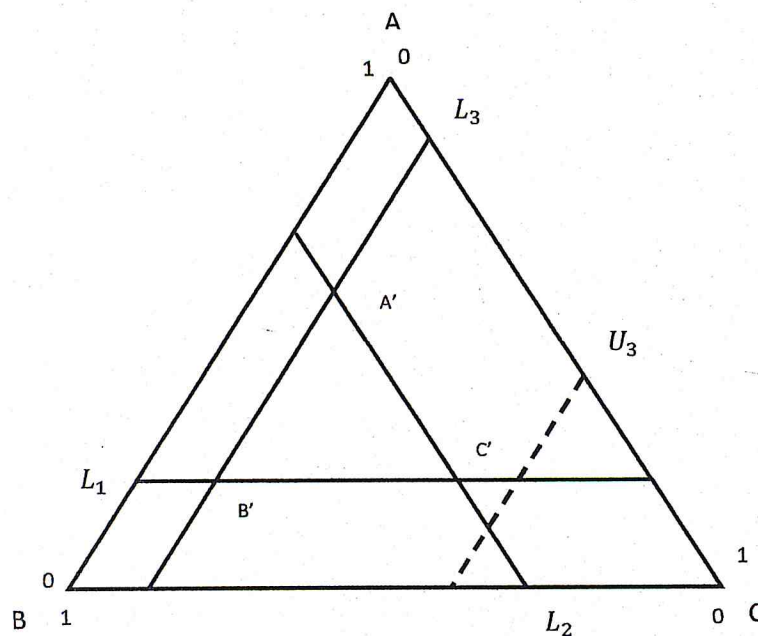


Figure 3.27 : Les limites basses forment un triangle A'B'C' qui doit être coupé par toutes les limites hautes pour que les limites soient compatibles.

Ici L_3 n'est pas compatible avec les autres limites

On sait que ce domaine est toujours à l'intérieur du domaine initial et qu'il lui est semblable. Introduisons des limites hautes U_1 , U_2 et U_3 pour chacun des produits. Si ces limites hautes coupent le triangle A'B'C', on dira que les limites sont compatibles. Par contre, si l'une au moins de ces limites hautes ne coupe pas le triangle A'B'C', on dira que les limites sont incompatibles. On cherche la condition pour que, les limites basses étant données, les limites hautes soient compatibles avec les limites basses.

On considère maintenant la limite basse L_i est parfaitement définie. Pour que les limites soient compatibles, il faut que la limite haute U_i coupe le triangle A'B'C'. Il faut donc la limite de haute U_i ne peut dépasser la quantité $1 - \sum_{j \neq i} L_j$.

En retranchant L_i aux deux membres de l'inégalité :

$$U_i \leq 1 - \sum_{j \neq i} L_j$$

Nous obtenons :

$$U_i - L_i \leq 1 - \sum_j L_j$$

Donc la limite haute U_i est compatible avec la limite basse L_i si :

$$\Delta_i \leq 1 - \sum_j L_j$$

3- Contraintes sur les limites basses :

On définit les limites hautes U_1, U_2 et U_3 et on désire que les limites basses L_1, L_2 et L_3 soient compatibles avec les limites hautes. Les limites basses doivent couper le domaine défini par les limites hautes.

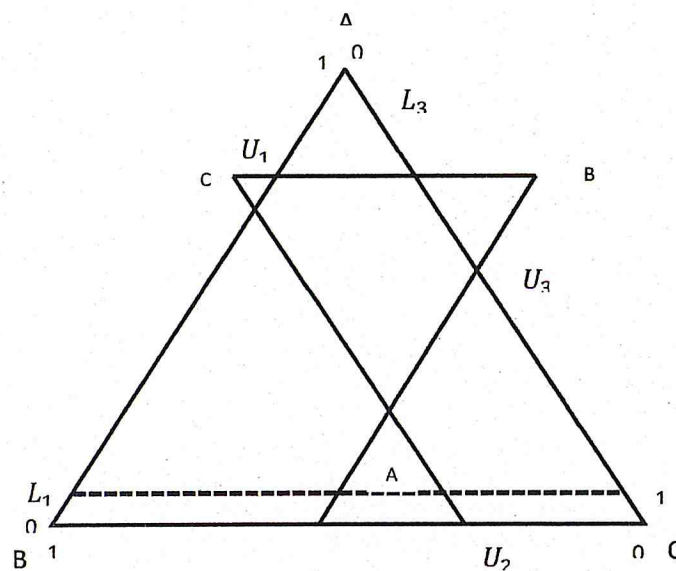


Figure 3.28- Les limites hautes forment un triangle A'B'C' qui doit être coupé par toutes les limites basses pour que les limites soient compatibles.

Ici L_1 n'est pas compatible avec les autres limites

La limite inférieure d'un constituant i ne peut être inférieure à $1 - \sum_{j \neq i} U_j$. En retranchant U_i aux deux membres de l'inégalité :

$$L_i \geq 1 - \sum_{j \neq i} U_j$$

Il vient :

$$L_i - U_i \geq 1 - \sum_j U_j$$

Donc la limite basse L_i est compatible avec la limite haute U_i .

Si :

$$\Delta_i \leq \sum_j U_j - 1$$

3.6.3.2.2 Calcul du nombre de sommets, arêtes et faces

Théorème 1 :

Le nombre de sommets, $N_{sommets}$ du domaine d'étude d'un mélange ayant k constituants est donné par la formule suivante :

$$N_{sommets} = k + \sum_{r=1}^{r=k} [(k - 2r)\Gamma_{(r)} - (r - 1)\Lambda_{(r)}]$$

Formule dans laquelle :

- r est un nombre entier variant de 1 à k
- $\Gamma_{(r)}$ est la somme des k termes $\Gamma_{(1)}, \Gamma_{(2)}, \Gamma_{(3)}, \dots, \Gamma_{(k)}$, que l'on calcule de la manière suivante.
- $\Gamma_{(1)}$ est le nombre d'étendues qui sont inférieures à la plus petite des deux expressions, $\sum U_i - 1$ ou $1 - \sum L_i$. Cette plus petite expression sera conservée pour la suite des calculs.
- $\Gamma_{(2)}$ est calculé de la manière suivante : on fait la somme de deux étendues. Si cette somme est inférieure à $\sum U_i - 1$ (ou $1 - \sum L_i$ suivant les cas), on la prend en compte. Si cette somme est égale ou supérieure, on ne la prend pas en compte. On examine ainsi toutes les combinaisons possibles de sommes de deux étendues. $\Gamma_{(2)}$ est égal au nombre des sommes prises en compte.
- $\Gamma_{(3)}$ est calculé de la même manière que $\Gamma_{(2)}$, mais en considérant des sommes de trois étendues. Toutes les combinaisons de trois étendues sont examinées.
- $\Gamma_{(4)}$ et les suivants jusqu'à $\Gamma_{(k)}$ sont calculés de la même manière que précédemment en examinant les sommes de 4, 5, ..., k étendues.
- $\Lambda_{(r)}$ est calculé de la même manière que $\Gamma_{(r)}$, mais en ne retenant que les étendues ou la somme des est égale exactement à :

$$\sum U_i - 1$$

(Ou $1 - \sum L_i$ suivant les cas).

Théorème 2 :

Le nombre d'arêtes du domaine d'étude d'un mélange ayant k constituants est donné par la formule :

$$N_{\text{arêtes}} = C_k^{k-2} + \sum_{r=1}^{r=k-2} L_{(r)} C_{k-r}^{k-r-2} - \sum_{r=2}^{r=k} [\Gamma_{(r)} + \Lambda_{(r)}] C_r^{r-2}$$

formule dans laquelle :

- C_k^p est le nombre de combinaisons de k objets p à p ;
- les autres termes ont la même signification que précédemment.

Théorème 3 :

Lorsque le nombre de constituants dépasse trois, on peut utiliser une formule pour calculer le nombre de faces de l'hyperpolyedre. Cette formule est semblable à celles qui ont été indiquées pour les sommets et les arêtes. Le nombre de faces est donné par:

$$N_{\text{faces}} = C_k^{k-3} + \sum_{r=1}^{r=k-3} L_{(r)} C_{k-r}^{k-r-3} - \sum_{r=3}^{r=k} [\Gamma_{(r)} + \Lambda_{(r)}] C_r^{r-3}$$

Pour mener à bien l'expérimentation, il ne suffit pas de connaître le nombre de sommets, d'arêtes et de faces du domaine d'étude. Il faut encore positionner ces points d'expériences dans l'espace ou l'hyperespace expérimental. Jusqu'à trois constituants, ce problème est facilement résolu par un graphique. Pour quatre constituants, on peut encore essayer de se débrouiller avec des schémas. Au-delà, cela devient pratiquement impossible et des algorithmes spécifiques ont été développés pour effectuer ces calculs. Parmi ceux-ci on peut citer l'algorithme XVERT de Snee et Marquardt.

3.6.3.2.3 Algorithme XVERT de Snee&Marquardt [21]**1- Détermination des sommets à partir des limites :**

- Classer les constituants en ordre croissant de domaine (Δ_i),
- Construire avec les $k - 1$ premiers constituants un plan factoriel complet à 2 niveaux (L_i et U_i) et compléter le dernier constituant pour que $\sum x_i = 1$.

- Ramener si nécessaire la x_i du dernier constituant à sa U_i et augmenter de la différence la valeur du niveau d'un des autres constituants chaque fois que cela est possible (nouveaux sommets).

2- Détermination des arêtes et de leur centre :

- Rechercher les sommets ayant la même frontière p ,
 - $p = k - r - 1$ (dimension $r = 1$ pour les arêtes, $r = 2$ pour les faces,...)
 - combinaisons de $p = 2$ caractéristiques communes.
- Ne retenir que les combinaisons de sommets avec les niveaux avec composition égal à L_i ou U_i .
- Calculer la composition du centre de l'arête en faisant la moyenne de compositions des sommets correspondants.

3- Détermination des faces et de leur centre :

- Rechercher les faces ayant la même frontière p ,
 - $p = k - r - 1$ (dimension $r = 1$ pour les arêtes, $r = 2$ pour les faces ...).
 - combinaisons de $p = 1$ caractéristique commune.
- Ne retenir que les combinaisons de sommets avec les niveaux avec composition égal à L_i ou U_i .
- Calculer la composition du centre de la face en faisant la moyenne des compositions des sommets correspondants.

Chapitre IV

Critères d'optimalité
et plans D-optimaux

CHAPITRE 4

CRITERES D'OPTIMALITE ET PLANS D-OPTIMAUX

De nombreux types de plans expérimentaux sont présentés dans la littérature. Chacun d'eux est adapté à une certaine classe de problèmes. L'expérimentateur effectuera un choix parmi ceux-ci en fonction de l'objectif de son expérience, des types et du nombre de facteurs, du budget disponible, de la forme du modèle à estimer et des éventuelles contraintes expérimentales. Les types de plans présentés dans la littérature peuvent être classés en deux grandes catégories: les plans expérimentaux classiques et les plans optimaux. *Les plans expérimentaux classiques* ont des propriétés statistiques intéressantes et bien connues. Ils sont en général bien équilibrés, Mais dans certaines situations, les limitations des plans expérimentaux classiques empêchent de les utiliser. En effet:

- ils ne permettent pas de choisir librement le nombre d'essais du plan,
- ils sont souvent assez coûteux car ils regroupent un grand nombre d'essais,
- ils ne permettent pas d'imposer des contraintes entre facteurs,
- ils sont en général peu adaptés aux facteurs qualitatifs regroupant plus de deux niveaux.

Les plans optimaux, grâce à leur flexibilité, peuvent être utilisés dans ces situations. Ces plans ne sont pas "catalogués" dans la littérature comme les plans classiques mais sont construits par des algorithmes (assez sophistiqués) dont le but est de trouver, dans un grand nombre d'essais possibles, un sous-ensemble d'essais qui optimise un critère donné. A cet effet, de nombreux critères d'optimalité ont été proposés dans la littérature. Le critère de D-Optimalité est probablement le plus utilisé.

Dans ce chapitre, nous présenterons les critères d'optimalités, Ensuite, nous discuterons des plans D-Optimaux.

4.1 Estimation des paramètres et prédiction

4.1.1 Modélisation

On peut considérer :

- Les réponses mesurées par l'expérimentateur comme des grandeurs aléatoires car elles sont entachées d'une erreur expérimentale.
- Les niveaux des facteurs et le modèle mathématique choisi à priori sont supposés n'introduire aucune erreur et ne sont pas des grandeurs aléatoires.
- La matrice X n'est pas une grandeur aléatoire et elle n'introduit aucune erreur car les niveaux des facteurs et le modèle mathématique ne sont pas des grandeurs aléatoires.
- Les coefficients de modèle mathématique sont des grandeurs aléatoires. car la matrice y est une matrice dont les éléments sont des variables aléatoires, et les coefficients déterminés par la méthode des moindres carrés:

$$\hat{A} = ({}^tX X)^{-1} {}^tXy$$

- Les réponses prédites comme des grandeurs aléatoires puisqu'il existe la relation :

$$\hat{y} = X \hat{A}$$

Il résulte de cette courte analyse que les erreurs sur les coefficients du modèle et sur les réponses prédites ne seront pas les mêmes selon la valeur des erreurs sur les réponses mesurées, le modèle choisi à priori et l'emplacement des points expérimentaux dans le domaine d'étude. Nous allons examiner en détail les liens qui existent entre ces différentes erreurs.

4.1.2 Précision sur les coefficients

Dans la relation (2.2), les variances des coefficients sont disposées sur la diagonale principale de $\text{var}(\hat{A})$, la formule précédente, pour l'usage que nous voulons en faire, devient alors :

$$\text{Diag}[\text{var}(\hat{A})] = \sigma^2 \text{Diag}({}^tXX)^{-1} \quad (4.1)$$

C'est la relation des variances des coefficients. Cette relation est très importante. En effet, elle montre qu'il y a trois composantes qui induisent des erreurs sur les coefficients.

Ces composantes sont :

- l'erreur commise sur les réponses à cause du terme σ^2 , les erreurs commises sur les réponses mesurées se transmettent donc aux coefficients du modèle mathématique.
- L'emplacement des points expérimentaux. La position des points expérimentaux, dans le domaine d'étude génère des erreurs plus ou moins élevées sur les coefficients du modèle mathématique. C'est la matrice X qui est responsable de ce transfert. Cela signifie qu'un expérimentateur qui conduit des expériences avec beaucoup de soin et obtient des résultats d'essai très précis peut quand même avoir des modèles mathématiques médiocres s'il a mal disposé les points expérimentaux dans le domaine expérimental.
- Le modèle mathématique choisi a priori. Le choix initial du modèle mathématique engendre des écarts d'ajustement plus ou moins élevés sur les coefficients du modèle. Les responsables de ce transfert sont σ^2 et la matrice X , cela signifie que l'on doit s'attendre à de grosses erreurs sur certains coefficients lorsque le modèle mathématique choisi a priori est très éloigné du modèle réel.

4.1.3 La prédiction

La méthode des moindres carrés permet, grâce au jeu des coefficients qui a été calculé, d'obtenir les réponses dans tout le domaine d'étude, c'est à dire que l'on peut calculer les réponses pour tous les points du domaine d'étude même si aucune expérience n'y a été réalisée. Soit un point u du domaine d'étude, défini par ses coordonnées, la réponse prédite en ce point est donnée par :

$$\hat{y}_u = {}^t x_u \hat{A}$$

Si u est un des point expérimentaux du plan d'expériences, la matrice vecteur ${}^t x_u$ est une ligne de la matrice X , la matrice vecteur x_u sera appelée le vecteur modélisé du point u , \hat{A} est la matrice des coefficients calculés avec la méthode des moindres carrés. L'incertitude sur les coefficients se transmet à la réponse calculée :

$$\text{var}(\hat{y}_u) = \text{var}({}^t x_u \hat{A})$$

Dans cette relation la matrice ligne ${}^t x_u$ dépend des coordonnées d'un point du domaine d'étude et il a été admis par hypothèse que les coordonnées des points expérimentaux étaient parfaitement connues et n'introduisaient pas d'erreurs. On peut donc sortir le vecteur modélisé du point u des parenthèses :

$$\text{var}(\hat{y}_u) = {}^t x_u \text{var}(\hat{A}) x_u$$

Dans cette expression la variance de \hat{A} est connue et l'on sait qu'elle est égale à :

$$\text{var}(\hat{A}) = \sigma^2 ({}^t X X)^{-1}$$

La variance de la réponse calculée au point u est donc :

$$\text{var}(\hat{y}_u) = {}^t x_u \sigma^2 ({}^t X X)^{-1} x_u$$

Cette relation permet de calculer l'incertitude sur la réponse calculée au point u . On constate que cette erreur sur la réponse calculée (ou réponse prédite) dépend de quatre grandeurs :

- l'erreur expérimentale sur les réponses mesurées
- la position du point u dans le domaine d'étude
- l'ensemble des points qui ont été utilisés pour établir les coefficients du modèle, c'est à dire le plan d'expériences lui même
- le modèle postulé choisi pour interpréter les résultats (par la matrice de calcul des coefficients et la variance des résidus)

4.1.4 La fonction de variance de prédiction

L'erreur commise sur les réponses mesurées dépend de la nature de l'expérimentation, du degré de précision de la technologie employée, du soin, de l'habileté de l'expérimentateur, et de bien d'autres facteurs dont l'expérimentateur est responsable. Ces facteurs ne dépendent pas de la théorie des plans d'expériences mais de la pratique expérimentale [3]. Pour séparer cette partie expérimentale de celle qui dépend de la théorie, on introduit la fonction de variance de prédiction $d^2(\hat{y}_u)$:

$$d^2(\hat{y}_u) = {}^t x_u ({}^t X X)^{-1} x_u$$

En prenant la racine carrée de la fonction de variance, on obtient la fonction d'erreur de prédiction :

$$d(\hat{y}_u) = [{}^t x_u ({}^t X X)^{-1} x_u]^{\frac{1}{2}}$$

On peut tracer les courbes d'égale erreur de prédiction dans le domaine d'étude. Il est intéressant de constater que la fonction d'erreur de prédiction ne dépend pas des résultats des expériences c'est à dire des valeurs des réponses mesurées. Elle dépend essentiellement de l'emplacement des points expérimentaux dans le domaine d'étude et du modèle postulé. On peut donc savoir, avant de commencer l'expérimentation, comment la précision des réponses prédites sera affectée par le choix de l'emplacement des points expérimentaux et par celui du modèle. En faisant apparaître les écarts-types et la fonction de la variance de prédiction, la relation peut s'écrire :

$$\text{var}(\hat{y}_u) = \sigma^2 {}^t x_u ({}^t X X)^{-1} x_u = \sigma^2 d^2(\hat{y}_u)$$

Si la fonction d'erreur de prédiction est plus petite que 1, on a une meilleure précision sur les réponses prédites que sur les réponses mesurées. Si la fonction d'erreur de prédiction est plus grande que 1, c'est l'inverse. En général, on s'arrange pour que l'erreur de prédiction ne soit pas plus élevée que l'erreur expérimentale. On évite donc de faire des prévisions dans les régions où la fonction d'erreur de prédiction est supérieure à l'unité.

4.2 Les critères d'optimalités

Les erreurs sur les réponses prédites sont liées à la matrice X . Comme cette matrice est connue, il est possible d'évaluer la qualité de l'expérimentation avant le début des expériences. La matrice X dépend du modèle mathématique postulé et de l'emplacement des points expérimentaux. Un bon plan d'expériences sera un plan permettant d'obtenir la plus faible erreur sur les réponses prédites. La règle que l'on peut suivre est d'obtenir une erreur sur les réponses prédites de l'ordre de grandeur de l'erreur sur les réponses mesurées. Selon les critères choisis, l'emplacement des points expérimentaux pourra varier d'un plan à l'autre. Il y a plusieurs critères d'optimalité. Il y a ceux qui s'intéressent à la répartition de la variance dans le domaine d'étude. C'est par exemple le critère d'iso variance par rotation. Il y a les critères d'optimalité qui ont pour objectif d'obtenir un

modèle mathématique de bonne qualité. Ces derniers critères s'intéressent à la précision des coefficients du modèle [3].

4.2.1 Qualité de la représentation des coefficients

Plusieurs auteurs ont montré que la limite du domaine de confiance des coefficients est donnée par la relation [10]:

$${}^t(A - \hat{A})({}^tXX)(A - \hat{A}) = qs^2 \quad (4.2)$$

Où

s^2 est une estimation de la variance expérimentale

X est la matrice d'expérience

\hat{A} est le vecteur calculé

q est le nombre de degrés de liberté associé à s^2

Ce domaine est un hyper ellipsoïde dans l'espace des coefficients, centré sur le vecteur calculé \hat{A} . Avec un risque α , on peut dire, que les valeurs vraies des coefficients sont dans cet hyper ellipsoïde. Pour deux coefficients, l'hyper ellipsoïde est représenté graphiquement par :

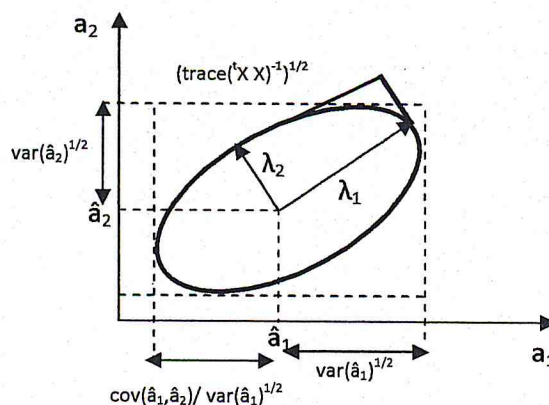


Figure 4.1 : Ellipsoïde de confiance

Où (\hat{a}_1, \hat{a}_2) sont les deux coefficients trouvés par la régression multilinéaire, (λ_1, λ_2) les deux valeurs propres de l'ellipsoïde. Cet hyper ellipsoïde représente les

performances de l'ensemble des observations pour un modèle donné. Il peut être décrit par 3 caractérisations :

A. Volume

Le volume de l'ellipsoïde est égal à $\pi(\lambda_1\lambda_2)^{\frac{1}{2}} = \pi(\det({}'XX)^{-1})^{\frac{1}{2}}$. Ce volume est lié au déterminant de la matrice de dispersion $({}'XX)^{-1}$. Plus le volume sera petit, plus l'hyper ellipsoïde tend vers un point et plus on se rapprochera de la solution vraie A .

B. Forme

Lorsque la forme est très allongée, alors il existe une grande disparité sur la précision des coefficients. Si $\lambda_1 = \lambda_2$ l'ellipsoïde devient une hyper sphère, et donc tous les coefficients sont déterminés avec la même précision.

C. Orientation

Si les axes principaux de l'hyper ellipsoïde sont parallèles aux axes des coefficients alors, la valeur calculée d'un coefficient sera indépendante des valeurs calculées des autres coefficients.

D'après la formule (4.2), l'hyper ellipsoïde dépend de la matrice de $({}'XX)$, donc les critères sont fondés sur les matrices d'information $({}'XX)$ et de dispersion $({}'XX)^{-1}$.

4.2.2 Critère A

Une matrice d'expériences est dite optimale-A, si elle conduit à la trace de $({}'XX)^{-1}$ minimale.

4.2.3 Critère D

Une matrice d'expériences est dite optimale-D, si elle conduit au déterminant minimal pour sa matrice de dispersion.

4.2.4 Critère E

Une matrice d'expériences est dite optimale-E, si elle conduit à la valeur propre maximale de $({}'XX)^{-1}$ la plus faible possible.

4.2.5 Critère G

Le critère $-G$ prend en compte la plus grande valeur, sur tout le domaine expérimental, de la fonction de variance $d^2(\hat{y}_u)$ engendré par la matrice X .

$$d_{\max} = \text{Max}(d^2(\hat{y}_u))$$

La meilleure matrice d'expériences vis à vis de ce critère étant celle qui a la plus petite valeur.

4.2.5.1 Efficacité-G

L'efficacité $-G$ d'une matrice d'expériences est donnée par la formule suivante :

$$\text{Eff} - G = \frac{q}{Nd_{\max}} 100$$

Une matrice d'expériences est proche de la matrice d'expériences optimale G , si la valeur de l'efficacité $-G$ avoisine 100 % [13].

4.2.6 Critère M

Le critère M permet de tenir compte de la qualité d'information apportée par l'expérience. Ce critère est indépendant du nombre des essais du plan d'expériences.

On appelle matrice des moments M , la matrice définie par :

$$M = \frac{({}^tXX)}{N}$$

Grâce à ce critère on peut comparer deux matrices d'expériences, n'ayant pas forcément le même nombre d'expériences. Soient M_1 et M_2 deux matrices des moments associées à deux matrices d'expériences constituées respectivement de N_1 et N_2 expériences.

$$M_1 = \frac{({}^tX_1X_1)}{N_1}$$

$$M_2 = \frac{({}'X_2X_2)}{N_2}$$

Nous dirons que le premier plan est plus efficace que le deuxième plan vis-à-vis du critère M si :

$$|M_1| > |M_2|$$

4.2.7 Critère d'orthogonalité

Une matrice d'expériences est orthogonale si elle permet d'obtenir des estimations des coefficients indépendants. Cela se caractérise par des axes de l'ellipsoïde parallèles aux axes des coefficients. Cette propriété est obtenue quand $({}'XX)^{-1}$ (ou $'XX$) est diagonale, donc quand les covariances des coefficients sont nulles [14].

4.2.8 Critère de presque orthogonalité

Si la sous matrice obtenue en retirant la première ligne et la première colonne de la matrice $({}'XX)^{-1}$ est diagonale, le critère de presque orthogonalité est respecté.

4.2.9 Critère d'iso variation par rotation

On désire que les réponses calculées avec le modèle issu du plan d'expériences aient une erreur de prévision identique pour des points situés à la même distance du centre du domaine d'étude. Dans ce cas on parle de plan iso variant par rotation (rotatable).

4.3 Plans D-optimaux

L'inconvénient majeur des plans à sommets extrêmes et des plans dérivés est leur grand nombre d'essais. Les méthodes des plans D-optimaux sont souvent utilisées lorsque l'on veut diminuer le nombre des essais d'un plan. On désire, en général, un modèle mathématique fournissant des réponses calculées aussi précises que possible. L'objectif est donc de trouver le meilleur compromis : établir un modèle mathématique capable de fournir de bonnes prévisions et effectuer le minimum d'essais [15].

4.3.1 Principe des plans D-Optimaux

Un plan P est dit D-Optimal pour résoudre un problème donné, s'il minimise le critère

$$\text{critère} - D = \left| \frac{x^t x}{n} \right|^{-1}$$

Ce qui est équivalent à minimiser le déterminant de la matrice de variance-covariance des paramètres du modèle.

Le critère-D est une mesure globale de la précision des paramètres du modèle et sa minimisation est plus spécialement utile quand le but de l'expérimentation est d'analyser les effets des facteurs sur la réponse (modélisation).

Si les domaines individuels des facteurs sont limités à l'intervalle $[-1,1]$, le critère D est toujours plus grand ou égal à 1 [17].

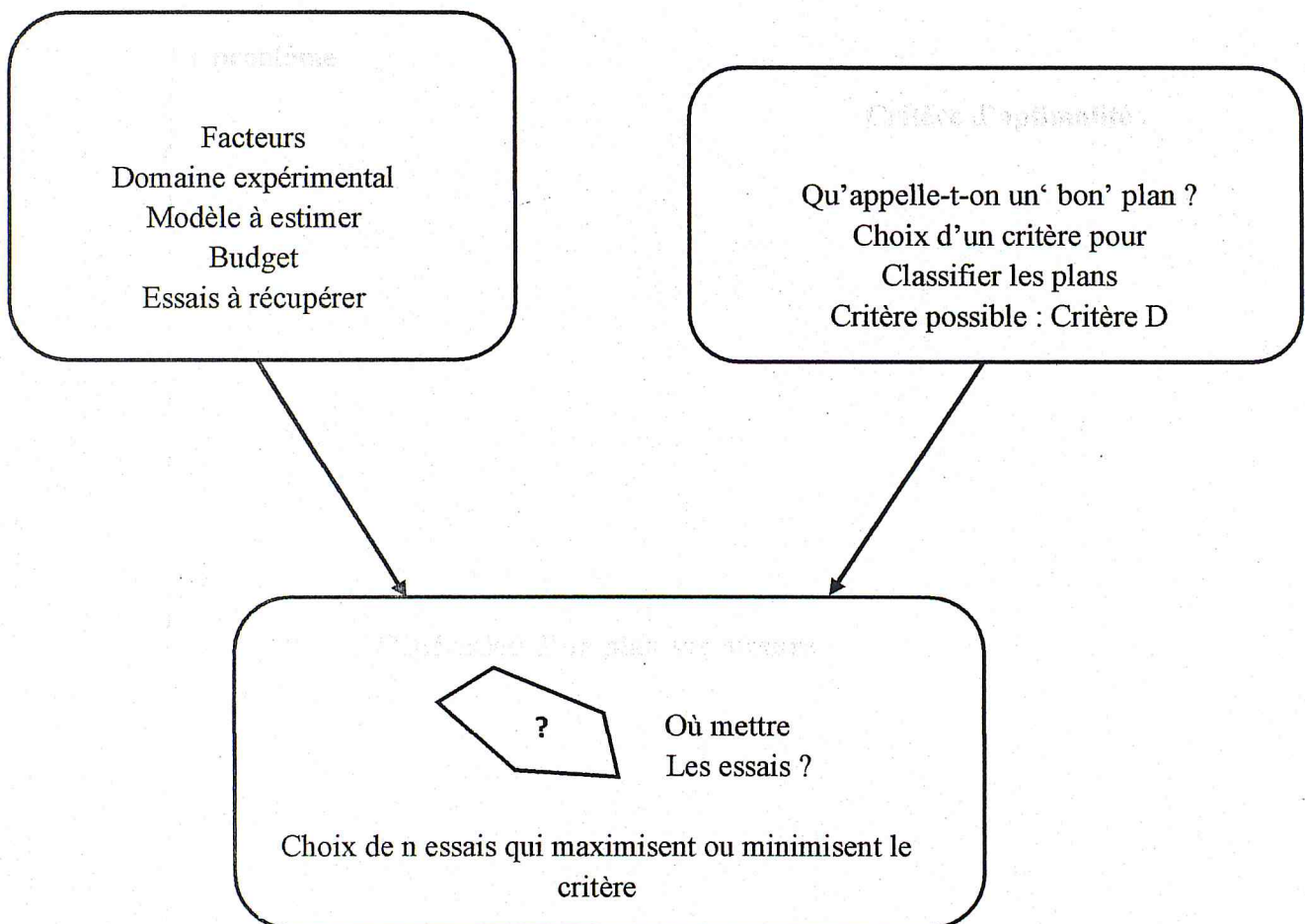


Figure 4.2: Principe des plans D-optimaux

4.3.2 La construction des plans D-Optimaux

Construire un plan D-Optimal consiste à choisir, dans le domaine donné, n essais qui minimisent le critère D . Si on suppose que le domaine donné est composé d'un ensemble fini de N essais possibles, ce problème a C_N^n solutions c'est-à-dire le nombre de combinaisons de n essais dans N .

$$C_N^n = \frac{N!}{(N-n)!n!}$$

La recherche de meilleur essais est basée sur la démarche du critère du déterminant maximal, démarche que l'on peut diviser en plusieurs étapes. L'expérimentateur :

1. définit le domaine d'étude restreint et indique les limites hautes et basses de chacun des constituants. Il vérifie la compatibilité des limites;
2. définit le modèle mathématique qu'il souhaite utiliser pour faire ces prévisions. Puis, il utilise un algorithme pour calculer le nombre de sommets extrêmes, le nombre d'arêtes et le nombre de faces. Il calcule les coordonnées de tous les points expérimentaux possibles. Ce sont les points candidats;
3. définit le nombre d'essais souhaité;
4. lance le calcul de l'algorithme du déterminant maximal. A la fin du calcul, l'expérimentateur est capable, avant de réaliser le premier essai, de relier le nombre et l'emplacement des points expérimentaux à la précision des réponses qu'il calculera avec le modèle mathématique prédictif. S'il n'est pas satisfait, il recommence le calcul avec un nombre d'essais plus grand [16].

Il est clair que comme pour tout problème de ce type rencontré en recherche opérationnelle, il n'est pas raisonnable d'explorer toutes les solutions possibles. Un algorithme doit être proposé pour trouver la solution optimale sans les explorer toutes.

4.3.3 L'algorithme d'échange

De nombreux algorithmes de génération de plans D-Optimaux ont été proposés dans la littérature. La plupart de ceux-ci ne garantissent malheureusement pas d'arriver à la solution optimale mais assurent de converger vers des optima locaux plus ou moins proches de l'optimum global, Les algorithmes pionniers en la matière sont ceux de Fedorov [1972] et celui Mitchell [1974]. Ils présupposent l'existence d'un ensemble de N

expérience candidates décrites dans l'espace du domaine. On cherche n expériences sélectionnées parmi les N expériences candidates. On espère que ce n points satisfera au critère de D-optimalité, c'est-à-dire que le déterminant normé de la matrice d'information sera maximum [18].

4.3.3.1 Algorithme d'échange de Fedorov [1972]

Nous en présentons ici le principe de l'algorithme d'échange de Fedorov qui est un des algorithmes les plus utilisés dans ce domaine. Il suit les étapes suivantes [18] :

- **étape 1 : Génération d'un plan initial**

On choisira, aléatoirement dans l'ensemble des N candidats n essais qui assurent que la matrice $X'X$ est non singulière. Ces essais formeront le plan initial P_0 . La valeur du critère D pour ce plan initial sera D_0 .

- **étape 2 : Cycles d'optimisation**

On souhaite échanger une expérience du plan initial par une expérience de l'ensemble candidat dans le but d'une augmentation maximale du déterminant de $X'_n X_n$. La particularité de cet algorithme est que cet échange se fait en un seul coup. Si on désigne par i un point du support du plan initial et j un point du support de l'ensemble candidat on détermine le couple (i, j) le plus performant dans cette augmentation en calculant pour les $n(N - n)$ couples possible la valeur de $\Delta = \det(X'_n X_n)$. Si plusieurs couples distincts provoquent des augmentations comparables de Δ (à un écart ε près, fixé au préalable) on choisit l'un de ces couples aléatoirement. Notons (i_*, j_*) le meilleur couple.

- **étape 3 :**

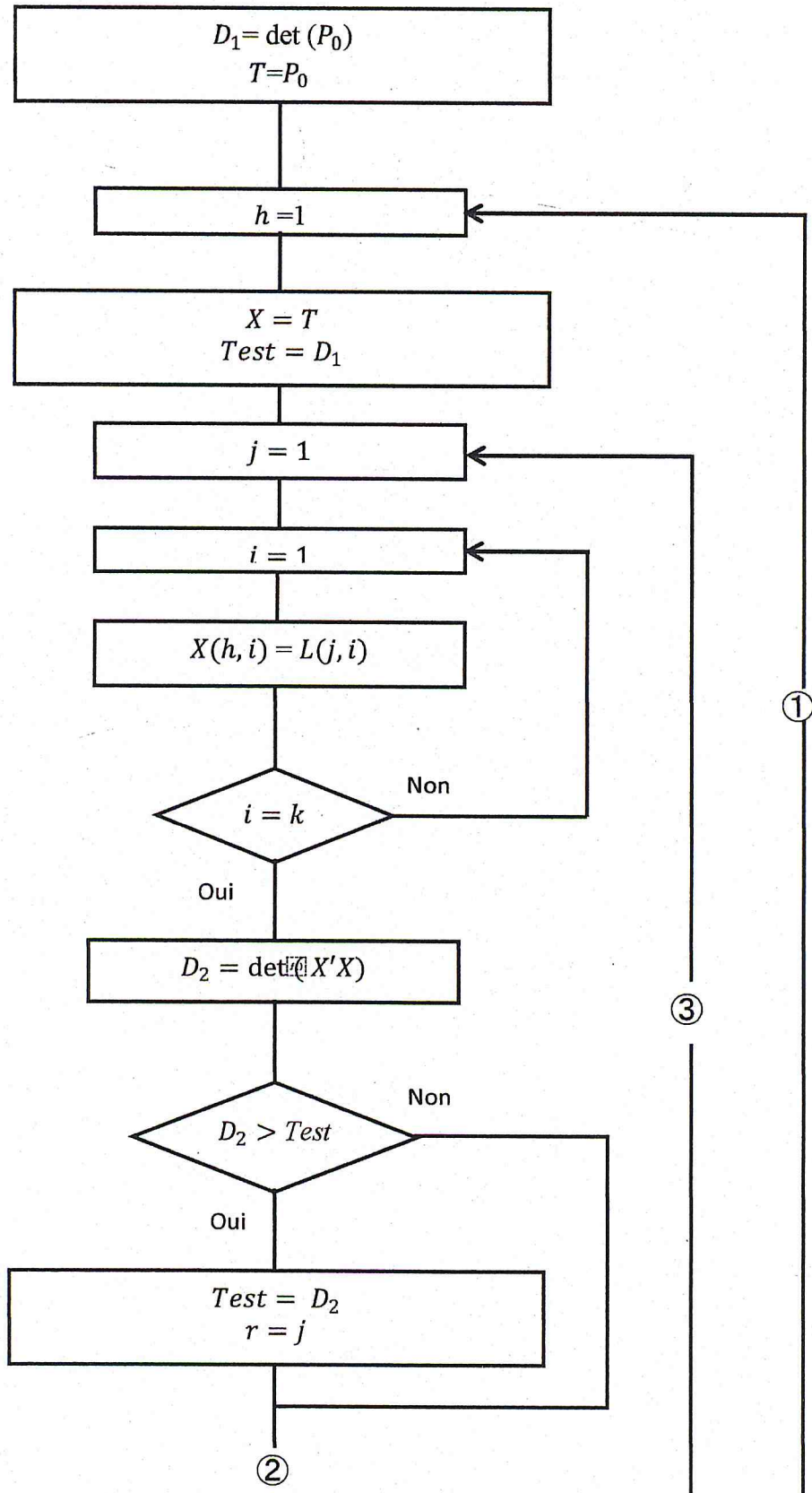
On réalise effectivement l'échange de i_* par j_* correspondant à Δ_{max} et retourne à l'étape 2 si le critère d'arrêt n'est pas satisfait.

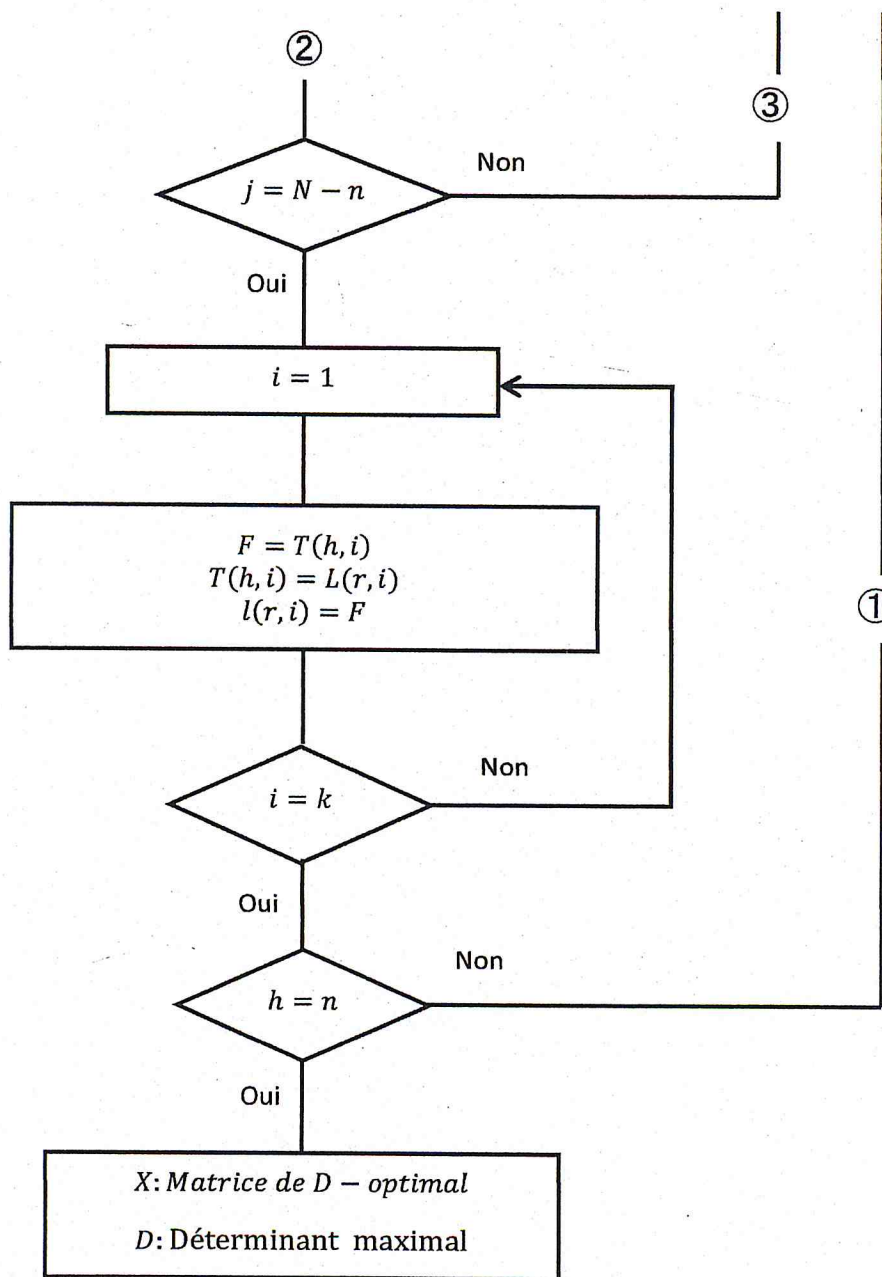
Teste d'arrêt :

La recherche sera stoppée quand aucun échange d'un essai du plan par un essai de l'ensemble des candidats ne permet d'améliorer le critère D.

4.4 .3.2 Organigramme de l'algorithme de Fedorov :

P_0 : Choisir n expériences aléatoirement
 k : Nombre de constituant
 L : Matrice $(N - n, k)$





Chapitre V

Description de l'interface graphique

CHAPITRE 5

DESCRIPTION DE L'INTERFACE GRAPHIQUE

La construction des plans de mélanges est facilitée par l'utilisation de logiciels spécifiques. L'interprétation de ces plans nécessite de nombreux calculs et de nombreux graphiques. Là encore, l'interface que nous avons réalisée (sous langage MATLAB) facilite la construction des plans de mélanges. Elle permet d'effectuer les calculs nécessaires à l'interprétation des résultats et elle donne la possibilité de tracer de nombreux graphiques qui illustrent les résultats. Elle est ainsi possible de se rendre compte des possibilités offertes par un logiciel des plans de mélanges. Le lecteur intéressé pourra l'utiliser, en choisissant un des plans programmés pour différentes études de domaines très variés.

5.1 Description de l'interface

Cette interface est présentée et fonctionne sous langage MATLAB, le lancement de l'exécutable commence par l'affichage d'une fiche principale. Cette dernière contient deux titres des menus principaux (**Fichier**, **Aide**).

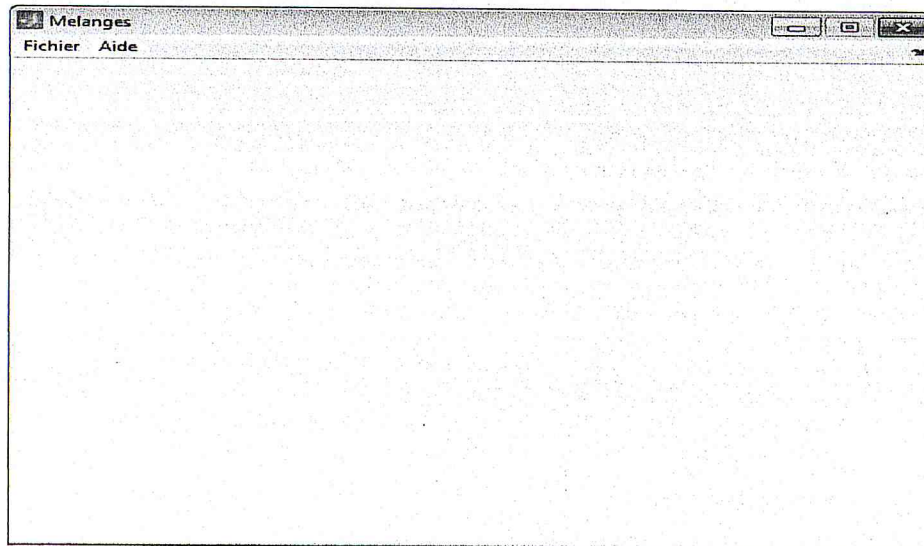


Figure 5.1 : Fenêtre principale.

Le menu **Fichier** est composé de deux sous menus :

- **Nouveau** : pour ouvrir une nouvelle application.

- **Quitter** : pour sortir complètement de l'application.

Afin de simplifier l'utilisation de l'interface, nous allons traiter dans ce chapitre un exemple de plan de mélanges.

5.2 Exemple : La formulation d'un vernis d'émaillage, en utilisant un plan de mélanges centré augmenté

Nous avons étudié les plans de mélanges permettant d'établir des modèles du premier, deuxième et troisième degré. Ces plans comportent des points situés aux sommets, sur les arêtes et au milieu du domaine d'étude (réseaux centré augmenté). Les plans de mélanges centrés augmenté nous offrent cette possibilité. Nous allons illustrer l'établissement des modèles (premier, deuxième et troisième degré) sur un exemple présenté sur le livre « plans d'expériences : les mélanges » voir [7]. La formulation d'un vernis d'émaillage, en utilisant un plan de mélanges centré augmenté.

5.2.1 Description de l'étude et objectif

Dans les voitures automobiles courent plus de 5 kilomètres de fils électriques. Aucune défaillance n'étant tolérée sur les dispositifs électriques, il faut que les fils soient particulièrement résistants et bien protégés. On atteint ce but en les émaillant avec des résines polymères. Les fils de cuivre passent dans une cuve contenant le produit d'émaillage porté à une température pouvant aller de 200 °C à 400 °C. Les fils sont ensuite refroidis pour figer l'email. Après un temps de réticulation, les fils sont à nouveau plongés dans le produit d'émaillage, puis refroidis. On laisse cette deuxième couche se réticuler et on recommence le traitement en déposant une nouvelle couche d'email sur le fil. Les fils reçoivent ainsi une quinzaine de couches avant d'être embobinés et livrés aux constructeurs automobiles. Ce sont ces fils qui constituent le système nerveux des automobiles.

Pour que les dépôts soient réguliers et adhésifs, il faut contrôler de nombreux facteurs : la température de la cuve, le temps de refroidissement du fil, le temps de réticulation, la vitesse d'avancement des fils, etc. Il faut aussi maintenir la viscosité du vernis d'émaillage à une valeur bien définie. La présente étude porte sur ce dernier aspect. Il s'agit de définir les mélanges des principaux constituants du vernis d'émaillage, qui possèdent une viscosité donnée.

5.2.2 Données du problème

L'objectif de la présente étude est d'ajuster la composition du vernis d'émaillage pour que sa viscosité dans la cuve soit comprise entre 1 800 Cst et 2 200 Cst.

- Réponse

La réponse mesurée à chaque essai est la viscosité du mélange étudié. On ne possède pas d'estimation de l'erreur expérimentale.

- Facteurs et domaine

Le vernis d'émaillage est composé de trois polymères, d'un solvant, d'un réticulant, de bakélite et d'un catalyseur. La présente étude porte sur les proportions relatives des trois polymères. Les autres produits sont maintenus à des concentrations identiques pour tous les mélanges. Les trois facteurs de l'étude sont donc :

- Une résine époxy
- Un PVA (acétate de polyvinyle) à chaînes longues,
- Un PVA à chaînes courtes.

Les proportions de chacun de ces produits peuvent varier de 0 à 100 %.

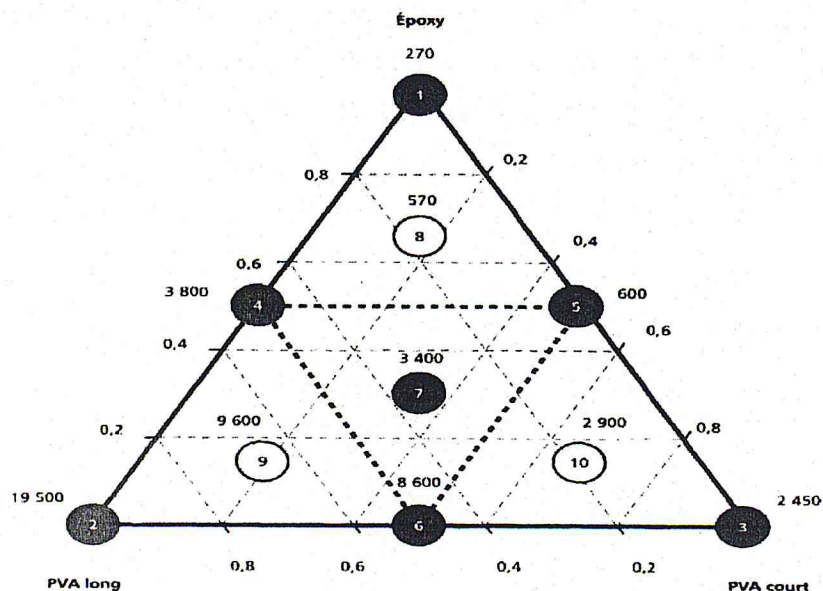


Figure 5.2 : Les points gris et les points blancs serviront à établir le modèle.

5.2.3. Plan choisi

L'expérimentateur suppose que la réponse est modélisable par un polynôme de degré au moins égal à trois. Il décide donc de prendre un plan de mélanges centré augmenté comportant les produits purs, les mélanges moitié-moitié et le centre de gravité et les centre des simplexes unitaires. L'expérimentateur choisit un modèle cubique.

$$y = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3 + e$$

Où y est la réponse

x_1 : est la teneur dans la résine époxy ;

x_2 : est la teneur dans la PVA long ;

x_3 : est la teneur dans la PVA court ;

$b_1, b_2, b_3, b_{12}, b_{13}, b_{23}, b_{123}$: Sont les coefficients inconnues que l'on cherche à déterminer.

e : est le résidu.

Ce modèle comporte sept coefficients et il a été prévu dix points expérimentaux différents pour le plan.

5.2.4 Expérimentation

Les résultats des mesures figurent dans le tableau 5.1. Pour la présentation de ce tableau, les fractions $1/3$, $2/3$ et $1/6$ ont été respectivement écrites 0,33, 0,66 et 0,17. Pour les calculs, il faut conserver les valeurs fractionnaires et ne pas les arrondir avec des nombres décimaux ayant peu de chiffres après la virgule.

N° du mélange	Epoxy	PVA long	PVA court	Viscosité (Cst) Réponses
01	1	0	0	270
02	0	1	0	19500
03	0	0	1	2450
04	0.5	0.5	0	3800
05	0.5	0	0.5	600
06	0	0.5	0.5	8600
07	0.33	0.33	0.33	3400
08	0.66	0.17	0.17	570
09	0.17	0.66	0.17	9600
10	0.17	0.17	0.66	2900

Tableau 5.1 : plan de mélanges centré augmenté.

5.3 Traitement de l'exemple précédent par l'interface graphique

5.3.1 Description de la barre des menus

5.3.1.1 Menu fichier

Il comporte les champs suivants :

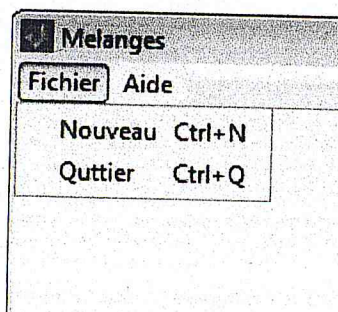


Figure 5.3 : Menu Fichier.

5.3.1.1.1 Nouveau

Il permet le choix de type du problème.

- Cliquer sur nouveau, une zone qui contient trois boutons apparaît dans laquelle on doit choisir le type de mélange à utiliser.

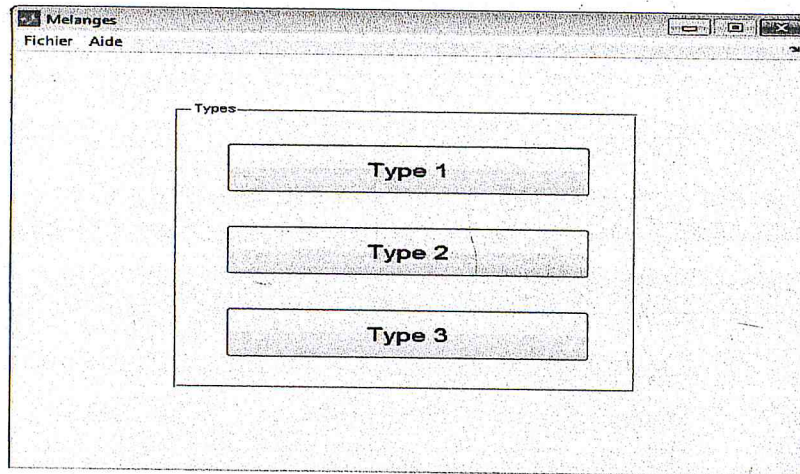


Figure 5.4 choix de type.

- Après le choix de type, une fenêtre apparaît cette dernière est utilisée pour choisir le nombre de constituants.

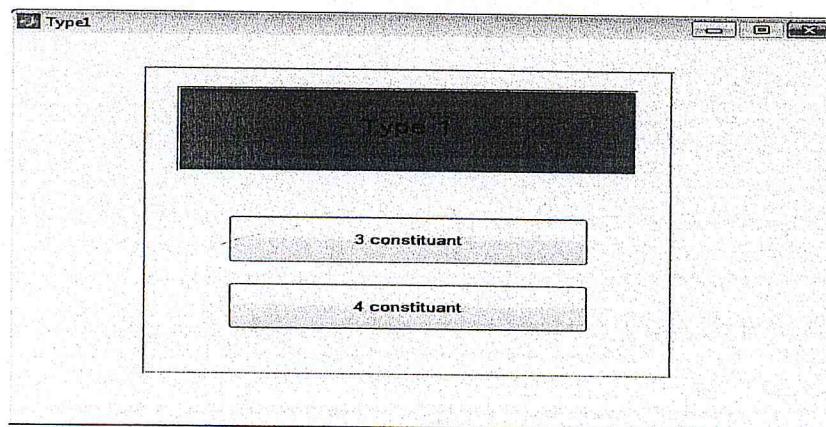


Figure 5.5 Nombre des constituants.

- Lorsqu'on clique sur le qui indique le nombre de constituants une autre fenêtre apparaît (voir la figure ci-dessous).

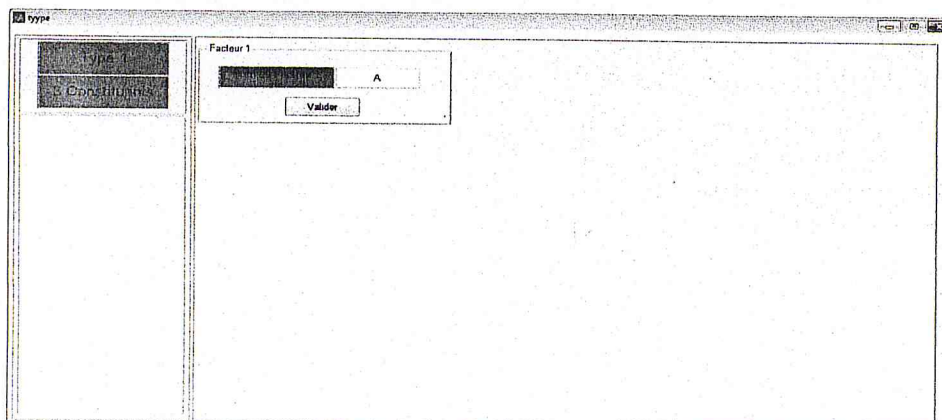


Figure 5.6 : Type 1.

- Dans cette dernière on doit introduire les noms des facteurs à étudier et le nom de la réponse.
- Après la validation une nouvelle fenêtre apparaît permet l'introduire des réponses mesurés par l'expérimentateur, puis on clique sur le bouton «OK».

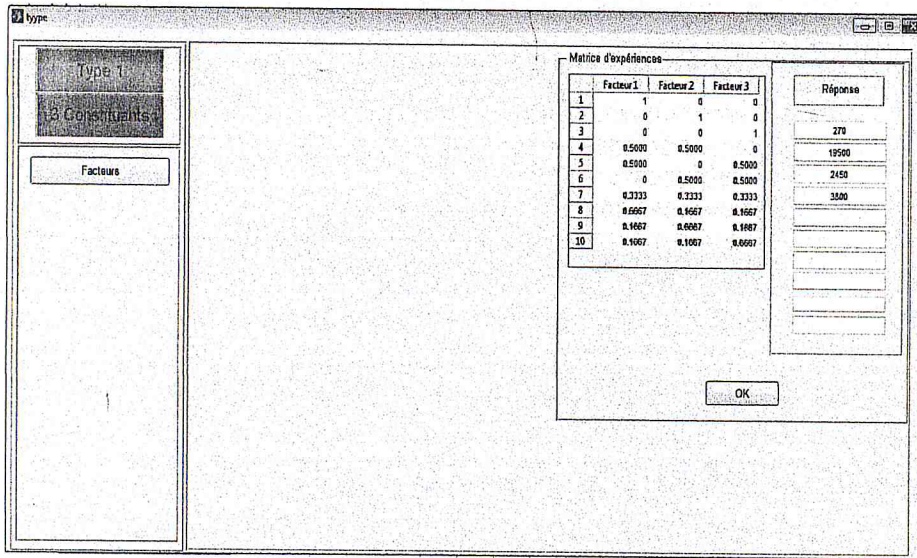


Figure 5.8 : Introduction des réponses

- Lorsqu'on clique sur le bouton OK, un ensemble des boutons vont apparaître et permettent de voir les résultats de l'étude complète.

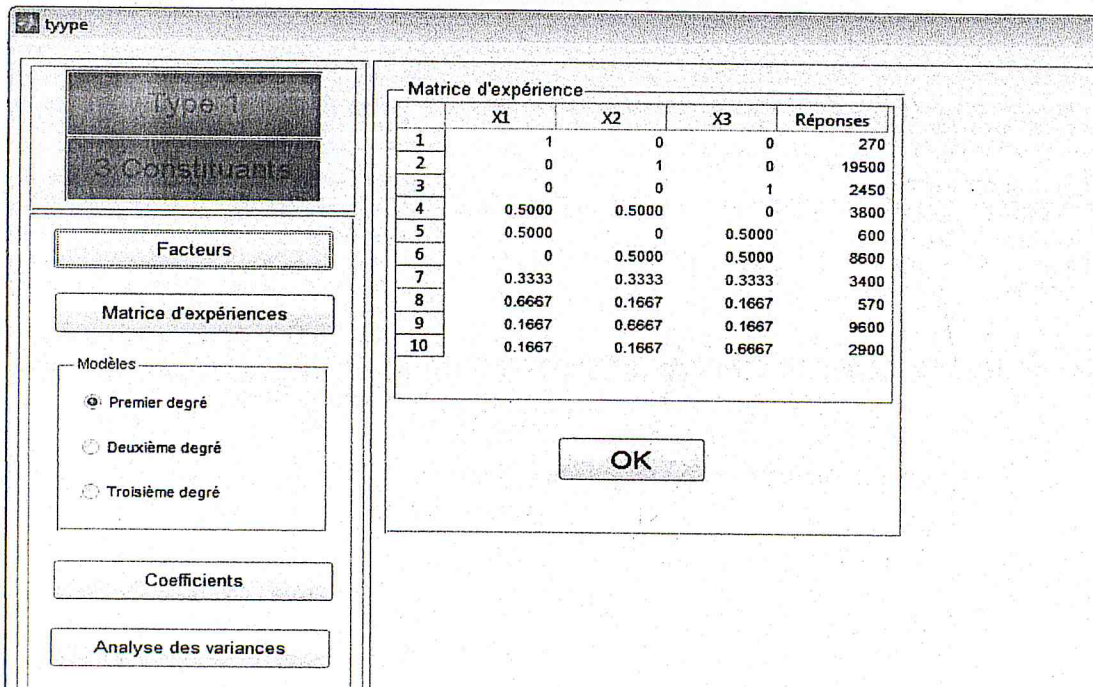


Figure 5.9 : Matrice d'expérience

- A partir de cette étape une fois le modèle est choisi, on doit procéder selon l'ordre suivant :

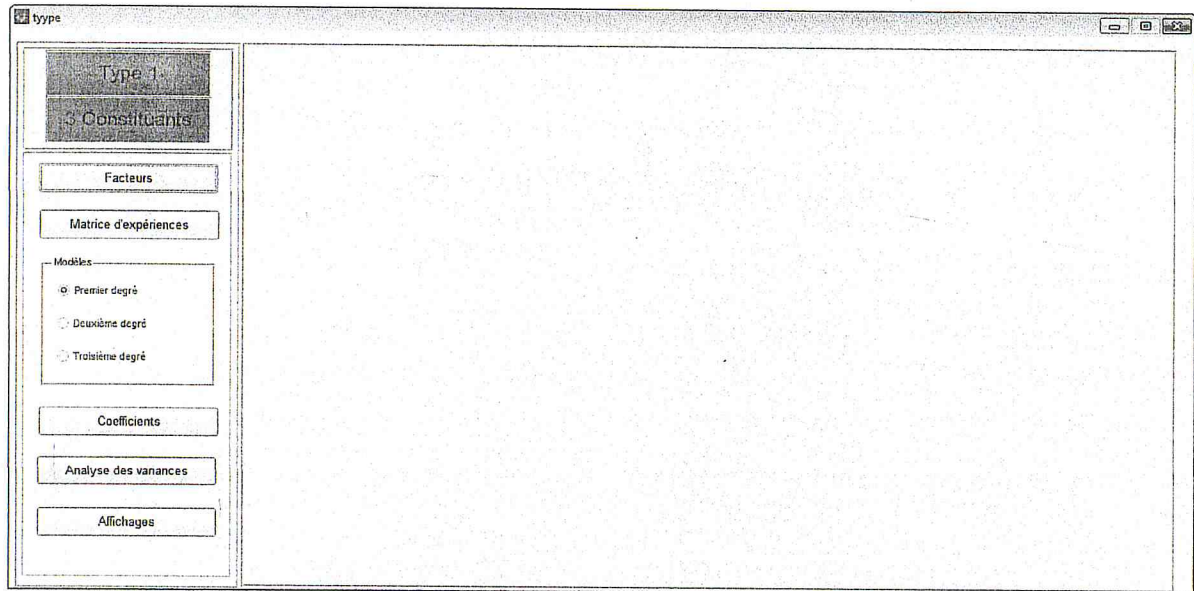


Figure 5.10 : Etude complète

1. Pour le choix du modèle on doit cocher la commande «première degré», ou «deuxième degré», ou bien «troisième degré» si non le premier degré est choisi par défaut.

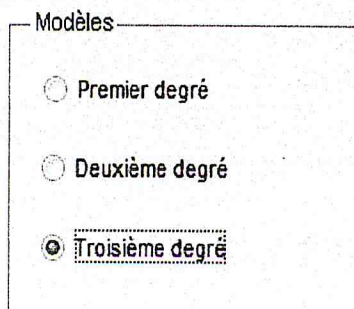


Figure 5.11 : Choix de modèle.

2. Pour voir les coefficients, cliquer sur le bouton coefficients

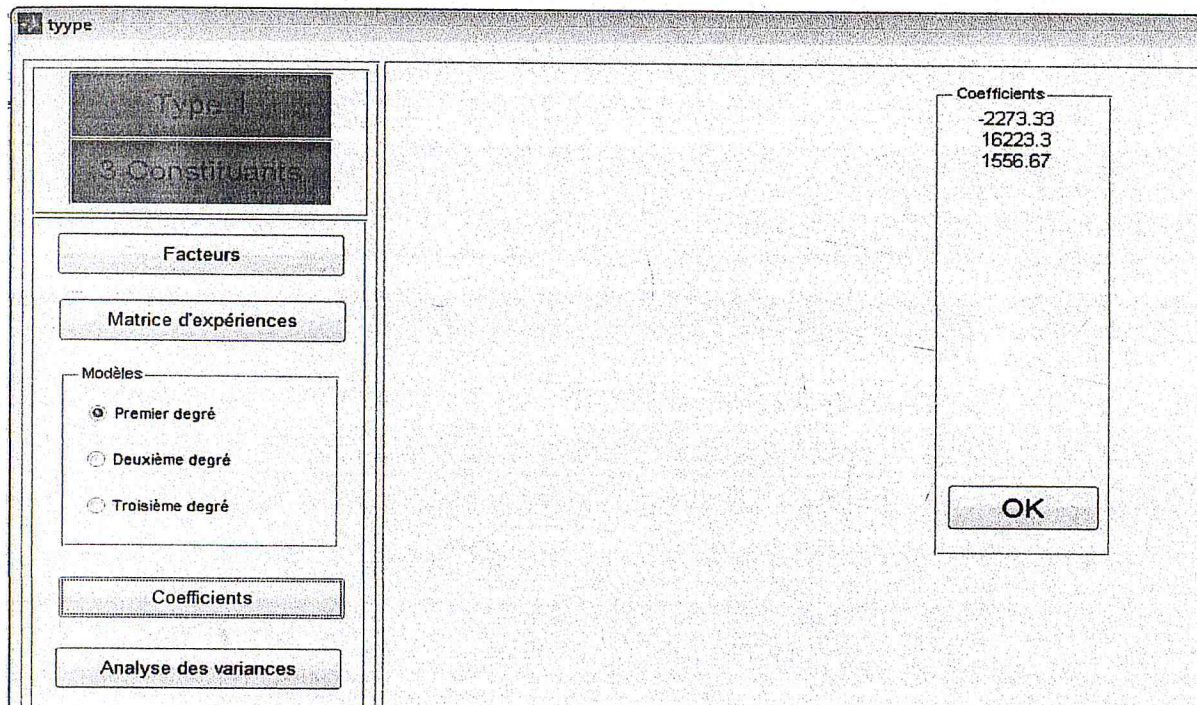


Figure 5.12 : coefficients du modèle de premier degré

En cliquant sur le bouton analyse de variance, une nouvelle fenêtre apparaît et permet d'afficher : les dispersions (résiduelle, totale et expliquée), les variances expliquée par le modèle, les résidus, la valeur de Fisher calculée, le R carré et le R carré ajusté.

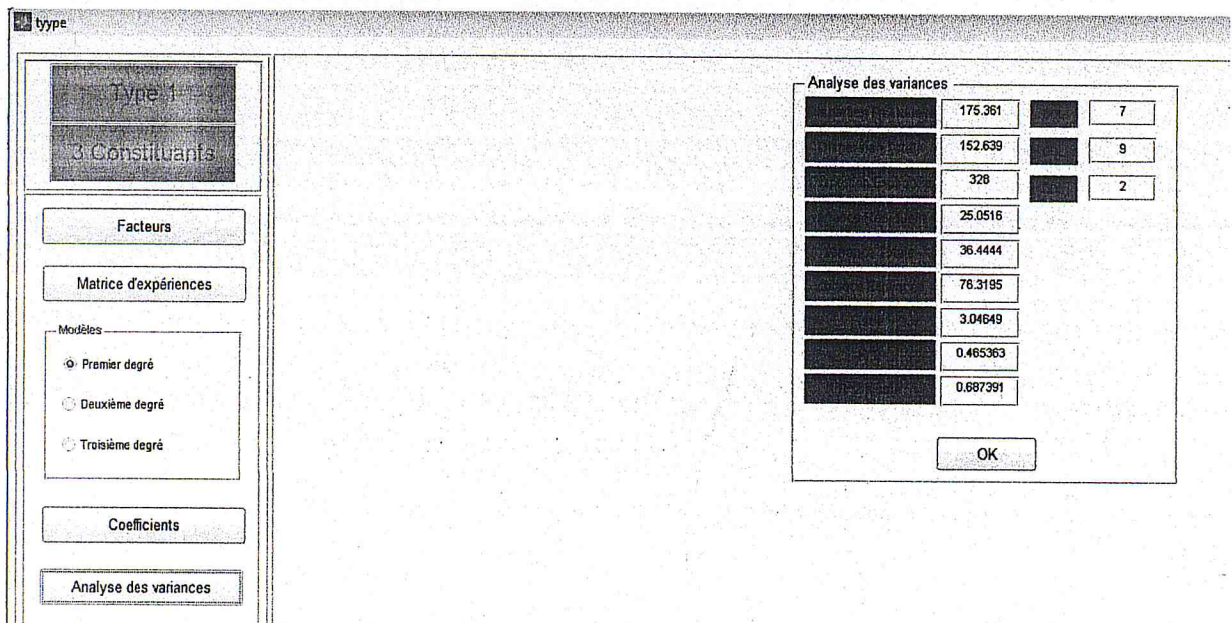


Figure 5.13: analyse de variance

- Si on clique sur le bouton « affichage » une nouvelle fenêtre apparaît, permet d'afficher l'histogramme des coefficients, diagramme des résidus, graphe des réponses mesuré en fonction des réponses prédites et les isoréponses

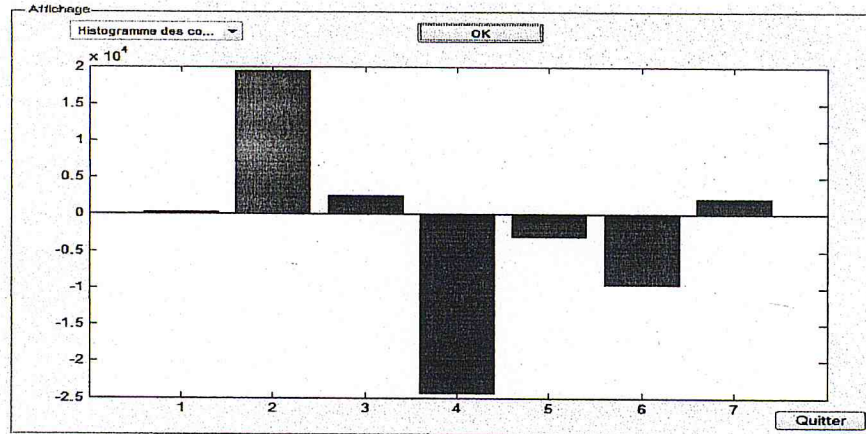


Figure 5.14 : Histogramme des coefficients

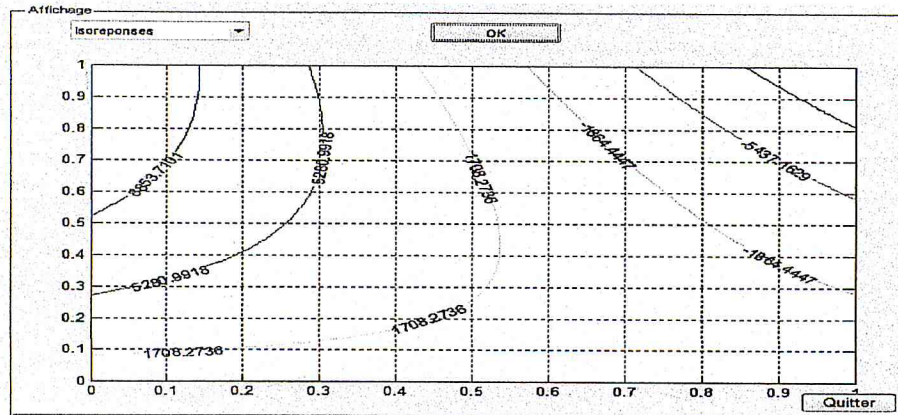


Figure 5.15 : isoréponses

5.3.1.1.2 Quitter

Permet de quitter l'interface.

5.3.1.2 Menu aide

- Il contient un fichier pdf contenant la description du logiciel et la théorie des différents plans étudiés.

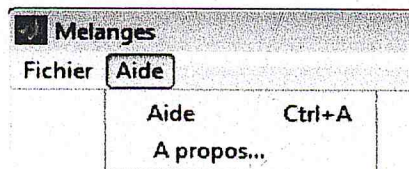


Figure 5.16 : Aide

Le problème de vernis d'émaillage donne une idée générale sur la démarche de notre interface.

Conclusion Générale

CONCLUSION GENERALE

Les plans d'expérience permettent de fournir le meilleur protocole expérimental pour modéliser ou prédire une réponse en fonction de facteurs de variabilité, selon un modèle présumé. Si l'expérimentation est aussi ancienne que la science, la planification expérimentale, destinée à optimiser le processus d'obtention des données, ne date cependant que du XX^e siècle, avec les travaux de Fisher pour l'agronomie, et à donné lieu à des développements algébriques remarquables, essentiellement pour des facteurs qualitatifs.

Les principes des plans d'expériences se sont développés dans diverses branches de la recherche industrielle, en particulier en chimie avec les plans pour surface de réponse du second degré et plans de mélanges, dans ces derniers plans les facteurs sont liés. L'étude est résumée dans une démarche, qui aboutit jusqu'à ce qu'on trouve une fonction (modèle) qui reliant les variables avec la réponse étudiée, et l'obtention de l'optimum. Pour que cette méthodologie soit plus pratique avec aucune difficulté on a besoin de l'outil informatique qui simplifie les calculs, si pour cette raison que nous avons programmé tous les étapes de la démarche dans un logiciel. L'avantage le plus important de ce logiciel est la précision sur les résultats obtenir et le gain de temps.

Références

REFERENCES

- [1] Yann Ledoux, «optimisation Des Précèdes D'emboutissage par Caractérisation Géométrique Et Essais Numériques », Thèse de Doctorat en sciences, Université de Savoie Lméca, Date de soutenance 2005.
- [2] J.Goupy, "Plans d'expériences", Techniques de l'Ingénieur, traité analyse et caractérisation, P 230, P.1-20 (1997).
- [3] J.Goupy, « Plans d'expériences pour surface de réponse», DUNOD Paris (1999).
- [4] J.Goupy, "Modélisation par les plans d'expériences", Techniques de l'Ingénieur, traité mesures et contrôle, R 275, P.1-23 (2000).
- [5] Hichem El Mossaoui, «Proposition De Plans D'expériences Dans La Méthodologie De La Recherche Expérimentale : Etude Et Programmation », Thèse de Magister en sciences, Université SAAD DAHLEB de Blida Décembre 2004.
- [6] J.Goupy, « Plans d'expériences », Revue MODULAD, 2006, Numéro 34.
- [7] J.Goupy, «Plans d'Expériences_Les mélanges_Goupy», DUNOD Paris (1999).
- [8] Sado, G., Sado, M-C., "Les plans d'expériences. De l'expérimentation à l'assurance qualité", AFNOR Paris (2000).
- [9] Mathieu, D., Phan-Tan-Luu, R., Sergent, M., "Méthodologie de la recherche expérimentale", LPRAI Université d'Aix-Marseille (1998).
- [10] Franquart, P., "Optimisation multi-critères et méthodologie de la recherche expérimentale", Thèse en sciences, Université d'Aix-Marseille (1992).
- [11] P.Schimmerling, J.C.Sisson, A.Zaidi, «Pratique des plans d'expériences » Editions Tec Doc, Paris(1998).
- [12] Jean-Christophe Culioli, « Introduction à L'optimisation », Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [13] Peissik, A., "Méthodologie de la Recherche Expérimentale : Propriétés et caractéristiques des matrices d'expériences pour les modèles polynomiaux du second degré", Thèse en sciences, Université d'Aix-Marseille (1995).
- [14] Mathieu, D., Phan-Tan-Luu, R., "Planification d'expériences en formulation", Techniques de l'Ingénieur, traité Génie des procédés, Doc.J242 (2000).

- [15] Stéphane GAZUT, « conception et mise en œuvre de nouvelles méthodes d'élaboration de plans d'expériences pour l'apprentissage de modèles non linéaires », Thèse de Doctorat en physiques, Université Paris XI, Date de soutenance 2007.
- [16] Maurice Pillet «Les plans d'expériences par la méthode de TAGUCHI ».Editions d'organisation, 1997 Chapitre I : Introduction aux plans d'expériences. Page 23,29.
- [17] B.GOVARETS « Plans Optimaux » article, Institut de statistique, université catholique de Louvain.
- [18] Fedorov.V.V [1974], « Theory of optimal Experiments» .
- [19] Hanen HANNA, Pla« Plans d'expériences pour mélanges a deux niveaux et facteurs externes » , Thèse de Doctorat en mathématique appliquées.
- [20] J.Antony, «Design of Experiments for Engineers and Scientists», 2003 .
- [21] B.GOVARETS « Plans d'expériences pour traiter des problèmes de mélange » article, Institut de statistique, université catholique de Louvain.

Site web

- [22] <http://www.ecucnet.education.fr/rnchimie/math/benichou/cour>.
- [23] <http://www.wiKipédia.org/wiki/optimisation>.
- [24] <http://www.wiKipédia.org/wiki/pland'expA©rience>.