

# T. D. n° 3

## Plans fractionnaires pour des facteurs ayant deux modalités

Ces exercices sont issus du livre d'exercices de François Husson et de Jérôme Pagès intitulé *Statistiques générales pour utilisateurs*, éditions PUR et du livre de André I. Khuri et John A. Cornell intitulé *Response Surfaces*, éditions Marcel Dekker.

### Exercice 1. Dépouillement d'un plan $2^{4-1}$

On étudie l'influence de quatre facteurs  $A$ ,  $B$ ,  $C$  et  $D$  à deux modalités, notées 1 et 2, sur une variable réponse  $Y$ . Dans cet exercice, un effet sera négligé s'il est inférieur à 3 (en valeur absolue). On réalise 8 essais en utilisant un plan fractionnaire  $2^{4-1}$ . Les conditions et les résultats de l'expérience sont regroupés dans le Tableau 1.

Essai	$A$	$B$	$C$	$D$	$Y$
1	1	1	1	1	35
2	1	1	2	2	33
3	1	2	1	2	27
4	1	2	2	1	9
5	2	1	1	2	29
6	2	1	2	1	11
7	2	2	1	1	5
8	2	2	2	2	11

TABLE 1 – Conditions et résultats expérimentaux

Proposer une combinaison des quatre facteurs en vue de rendre  $Y$  maximum. Des essais complémentaires sont-ils nécessaires? Vous pourrez utiliser le package `FrF2` pour vous aider dans votre analyse.

### Exercice 2. Dépouillement d'un plan $2^{5-2}$

On étudie l'influence de quatre facteurs  $A$ ,  $B$ ,  $C$ ,  $D$  et  $E$  à deux modalités, notées 1 et 2, sur une variable réponse  $Y$ . On réalise 8 essais en utilisant un plan fractionnaire  $2^{5-2}$ , dans lequel on considère les facteurs  $A$ ,  $B$  et  $C$  comme facteurs de base. Dans cet exercice, un effet sera négligé s'il est inférieur à 3 (en valeur absolue). Les interactions d'ordre supérieur à 2 sont a priori négligées. Les conditions et les résultats de l'expérience sont regroupés dans le Tableau 2 page suivante.

Essai	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>	<i>D</i>	<i>E</i>	<i>Y</i>
1	1	1	1	1	1	30
2	1	1	2	2	1	-4
3	1	2	1	2	2	-6
4	1	2	2	1	2	0
5	2	1	1	2	2	-10
6	2	1	2	1	2	12
7	2	2	1	1	1	-10
8	2	2	2	2	1	-12

TABLE 2 – Conditions et résultats expérimentaux

1. Construire la matrice des effets associée à ce modèle.
2. Estimer les coefficients.
3. Conclure en indiquant les facteurs influents.

Faire l'analyse selon un modèle restreint.

4. Écrire le modèle contenant les effets sélectionnés à l'étape précédente.
5. Estimer ses coefficients.
6. Estimer la variance résiduelle.
7. Réaliser les tests de signification des coefficients. Conclure en adoptant un modèle.

### Exercice 3. Optimisation de la précipitation de la pectine à l'aide d'un plan fractionnaire

Les substances pectiques sont des polymères d'acide galacturonique présents dans la paroi de toutes les cellules de végétaux supérieurs. Au cours de l'extraction des fruits ou des légumes, une partie de ces pectines est entraînée dans le jus. On souhaite optimiser la précipitation de la pectine et on a relevé, à partir des connaissances bibliographiques et techniques, six facteurs qui peuvent intervenir sur la précipitation de substances pectiques.

La Tableau 3 page suivante donne les différents facteurs et les 2 modalités avec lesquelles ces facteurs sont étudiés.

1. On veut étudier les effets de ces facteurs en 16 essais. Quel plan décidez-vous de construire ?
2. Construisez ce plan (donnez la matrice des essais). Détaillez à l'expérimentateur le premier essai qu'il doit effectuer.
3. Quelle est la résolution de ce plan ? Peut-on estimer sans ambiguïté les effets principaux et les interactions d'ordre 2.

Facteur	Nom du facteur	Niveau bas	Niveau Haut
1	Température de précipitation	5°C	70°C
2	Acide chlorhydrique	0,5	2
3	Degré d'alcool (Gay-Lussac final)	65°GL	85°GL
4	Temps de contact à froid	10 min	12 h
5	Concentration préalable du jus ou de la solution	1 fois	4 fois
6	Nature de l'alcool	Éthanol	Methanol

TABLE 3 – Variables et niveaux des facteurs étudiés

On sait par expérience que la plupart des interactions d'ordre 2 et plus sont négligeables. Cependant les interactions entre les facteurs 1 et 2, entre les facteurs 3 et 5 et entre les facteurs 3 et 6 ne peuvent être négligées a priori. On souhaite donc estimer les effets principaux ainsi que ces 3 interactions.

4. Votre plan permet-il d'estimer sans ambiguïté ces trois interactions? Sinon, proposer de nouvelles confusions permettant de construire un plan qui permet d'estimer ces interactions (vous pourrez vous contenter de donner les générateurs d'alias).

#### Exercice 4. La casse des galettes

Une entreprise agro-alimentaire bretonne cherche à améliorer la texture des galettes de sarrasin. En effet, avec la recette actuelle, de nombreuses galettes se déchirent lorsqu'on les déplie.

On cherche à étudier l'impact de plusieurs variables intervenant dans le processus de fabrication sur la déchirabilité de la galette. On mesure cette déchirabilité par le pourcentage de galettes déchirées. On fabrique 20 galettes pour chaque recette (i.e. pour chaque combinaison des variables) et on comptabilise le nombre de galettes qui se déchirent.

Les variables en jeu sont les suivantes :

- Quantité d'eau (45 %, 55 %) ;
- Température de la plaque (180°C, 220°C) ;
- Étalement de la pâte (automatique, à la main) ;
- Quantité de pâte par galette (55g, 65g) ;
- Farine (bio, non bio) ;
- Pliage (à chaud, à froid) ;
- Température de stockage (6°C, 15°C).

L'industriel sait par expérience que les interactions sont négligeables à l'exception de l'interaction quantité d'eau - température de la plaque et de l'interaction quantité de pâte - pliage.

La mise en œuvre d'une nouvelle recette (i.e. d'une combinaison des variables) étant longue et complexe, l'industriel décide de faire le moins d'essais possibles.

1. Combien d'essais proposez-vous de réaliser ?
2. Quels essais lui proposez-vous de faire (donner la matrice des essais et décrire la dernière recette).

### Exercice 5. Plan de Plackett-Burman

Une grande variété de nourriture frite, y compris les chips, est produite à partir d'une friture dans l'huile ou la graisse. Ce type de préparation provoque l'absorption d'une quantité importante d'huile ou de graisse par tous ces produits. Typiquement, les chips contiennent 30 à 40% d'huile/graisse, 5% de fibres, 55 à 58% de protéines et carbohydate et 2% d'eau.

La demande pour des produits, tels que les chips, allégés en graisse, et donc en calories, a augmenté de manière régulière et stable au cours des dernières années. De plus, le stockage d'aliments à forte teneur en huile/graisse pose de sérieux problèmes car ils deviennent rapidement rances suite à l'oxydation de l'huile ou la graisse. Par conséquent, une étude a été menée afin d'étudier la possibilité de proposer un procédé industriel commercialisable qui permettrait de retirer une quantité contrôlée d'huile ou de graisse de chips ou d'autres produits frits.

Six facteurs de ce procédé ont été identifiés comme potentiellement importants pour cette élimination de l'huile ou la graisse présente dans des chips salées ou non salées.

Ces facteurs, possédant tous deux modalités, sont les suivants :

- Extraction de l'huile : Pression ( $X_2$ ) à 30 et 50 MPa
- Température ( $X_3$ ) à 50 et 70 °C
- Durée ( $X_4$ ) à 45 et 75 min
- Séparation de l'huile : Pression ( $X_5$ ) à 5 et 15 MPa
- Température ( $X_6$ ) à 25 et 40 °C
- Volume de  $\text{CO}_2$  ( $X_7$ ) à 600 et 800 kg/hr

Un plan de Plackett-Burman avec  $N = 8$  essais pour les six facteurs précédents plus le facteur Sel ( $X_1$ ), a été reproduit dans le Tableau 4.

1. Ajuster aux données du Tableau 4 un modèle comportant les sept facteurs et réduit aux effets principaux. Que conclure ?
2. Quatre essais supplémentaires ont été réalisés pour pouvoir estimer  $\sigma^2$  la variance des erreurs. Le plan utilisé ainsi que les valeurs de la réponse ont été reproduit dans le Tableau 5. À quels niveaux les facteurs ont-ils été fixés ? Utiliser ces quatre essais, et seulement ceux-là, pour obtenir une estimation  $\hat{\sigma}^2$  de la variance des erreurs du modèle. En déduire la valeur des réalisations des statistique des tests de student pour chacun des effets présents dans le modèle. Quels sont les effets significatifs au seuil global de  $\alpha = 5\%$  ? Vous pourrez utiliser une procédure séquentielle de Bonferroni (Holm-Bonferroni) ou de Sidak (Holm-Sidak) dans ce contexte de tests multiples.
3. Ajuster le même modèle qu'à la question 1. en combinant ces valeurs avec les précédentes. Les estimations diffèrent-elles et si oui, comment ?

Sel $X_1$	Pression $X_2$	Temp. $X_3$	Durée $X_4$	Pression $X_5$	Temp. $X_6$	Vol. CO <sub>2</sub> $X_7$	% huile sup. $Y$
Salted	50	70	45	15	25	600	65,3
Unsalted	50	70	75	5	40	600	70,4
Unsalted	30	70	75	15	25	800	47,2
Salted	30	50	75	15	40	600	48,4
Unsalted	50	50	45	15	40	800	58,0
Salted	30	70	45	5	40	800	39,1
Salted	50	50	75	5	25	800	54,6
Unsalted	30	50	45	5	25	600	20,3

TABLE 4 – Plan de Plackett-Burmann en sept facteurs et pourcentage de la masse d’huile éliminée pour chaque combinaison de traitement

Sel $X_1$	Pression $X_2$	Temp. $X_3$	Durée $X_4$	Pression $X_5$	Temp. $X_6$	Vol. CO <sub>2</sub> $X_7$	% huile sup. $Y$
Salted	40	60	60	10	32,5	700	38,6
Salted	40	60	60	10	32,5	700	48,0
Unsalted	40	60	60	10	32,5	700	45,2
Unsalted	40	60	60	10	32,5	700	53,3

TABLE 5 – Essais supplémentaires et pourcentage de la masse d’huile éliminée pour chaque combinaison de traitement

- Nous avons estimé à 38,49 la variance des erreurs à la question 2 avec deux degrés de liberté. Le carré moyen résiduel pour le modèle obtenu à la question 3. est  $CM_R=43,64$  pour quatre degrés de liberté. De quelle quantité ce carré moyen résiduel est-il une estimation ?

Une seconde expérience a été mise en place, selon un plan de Plackett-Burman avec  $N = 8$  essais, pour laquelle les quatre premiers facteurs ( $X_1$ - $X_4$ ) ont été conservés et deux nouveaux facteurs introduits : le débit de CO<sub>2</sub> ( $X_8$ ) 6 et 10 L/min et la forme de la chips ( $X_9$ ) plate et ronde ou incurvée et elliptique. Le plan utilisé ainsi que les valeurs de la réponse ont été reproduits dans le Tableau 6.

- Ajuster un modèle comportant les six facteurs et réduit aux effets principaux à ces nouvelles données. Combiner les estimations de la variance des erreurs obtenues à cette question et à la question 2. pour en obtenir une avec trois degrés de liberté.
- Utiliser cette estimation pour procéder aux tests des hypothèses  $\mathcal{H}_0 : \beta_i = 0$  contre  $\mathcal{H}_0 : \beta_i \neq 0$ ,  $1 \leq i \leq 7$ , dans le modèle de la question 1. et les hypothèses  $\mathcal{H}_0 : \beta_i = 0$  contre  $\mathcal{H}_0 : \beta_i \neq 0$ ,  $1, 2, 3, 4, 8, 9$  dans le modèle de la question 5.
- En vous basant sur l’ensemble des 20 essais qui ont été réalisés, que pouvez-vous conclure quant à l’importance relative des neuf facteurs ?

Sel $X_1$	Pression $X_2$	Temp. $X_3$	Durée $X_4$	Débit $X_8$	Forme $X_9$	% huile sup. $Y$
Salted	50	70	45	10	Plate	61,4
Unsalted	50	70	75	6	Incurvée	79,8
Unsalted	30	70	75	10	Plate	50,1
Salted	30	50	75	10	Incurvée	48,2
Unsalted	50	50	45	10	Incurvée	57,6
Salted	30	70	45	6	Incurvée	46,0
Salted	50	50	75	6	Plate	65,3
Unsalted	30	50	45	6	Plate	40,2

TABLE 6 – Seconde expérience suivant un plan de Plackett-Burmann et pourcentage de la masse d’huile éliminée pour chaque combinaison de traitement

### Exercice 6. Plans $L_82^{34}$ et $L_82^{44}$

On étudie un processus au travers d’une variable réponse  $Y$ . A priori, 4 facteurs influent sur  $Y$  :

- 3 facteurs ( $F1$ ,  $F2$  et  $F3$ ) à deux modalités chacun ;
- 1 facteur ( $F4$ ) à 4 modalités.

On néglige a priori toutes les interactions.

On cherche à construire un plan en 8 essais permettant d’étudier simultanément ces 4 facteurs. Pour que ces 4 facteurs soient orthogonaux, on se fonde sur la matrice des effets (du modèle complet) du plan combinant  $F1$ ,  $F2$  et  $F3$ . On sait que deux colonnes de cette matrice définissent un facteur à 4 modalités (par exemple en notant :  $-- = 1$  ;  $-+ = 2$  ;  $+ - = 3$  et  $++ = 4$ ).

1. À partir de ce principe, construire un plan tel que les effets principaux des 4 facteurs  $F1$ ,  $F2$ ,  $F3$  et  $F4$  sont orthogonaux.
2. Ce plan est noté  $L_82^{34}$  car il a 8 essais, 3 facteurs à deux niveaux et un facteur à 4 niveaux. Le plan  $L_82^{44}$  existe-t-il ? Si oui, comment le construire ?