

L'APPORT DES TECHNIQUES STATISTIQUES A LA RECHERCHE DES CONDITIONS OPTIMALES DE FABRICATION (*)

par L. SCARNIET-BOLETTE
UCB - Division FABELTA

1. — Introduction.

Les applications de la statistique mathématique dans l'industrie sont fort nombreuses.

Parmi celles que l'on rencontre le plus fréquemment, je citerai : les tests de signification pour juger la différence entre deux moyennes, les analyses de variance, les cartes de contrôle et les plans d'échantillonnage. Ces applications pouvant désormais être considérées comme classiques, j'ai préféré consacrer cet exposé à des techniques statistiques moins connues que nous avons eu l'occasion d'appliquer à UCB, tant dans le domaine de la recherche appliquée que dans le secteur fabrication.

L'exposé comprendra trois parties :

- 1^o Régressions multiples - Application à la fabrication du fil pour pneumatiques.
- 2^o Plans d'expériences du type factoriel - Application en usine-pilote.
- 2^o Méthode EVOP - Application à la fabrication du cyclohexanol.

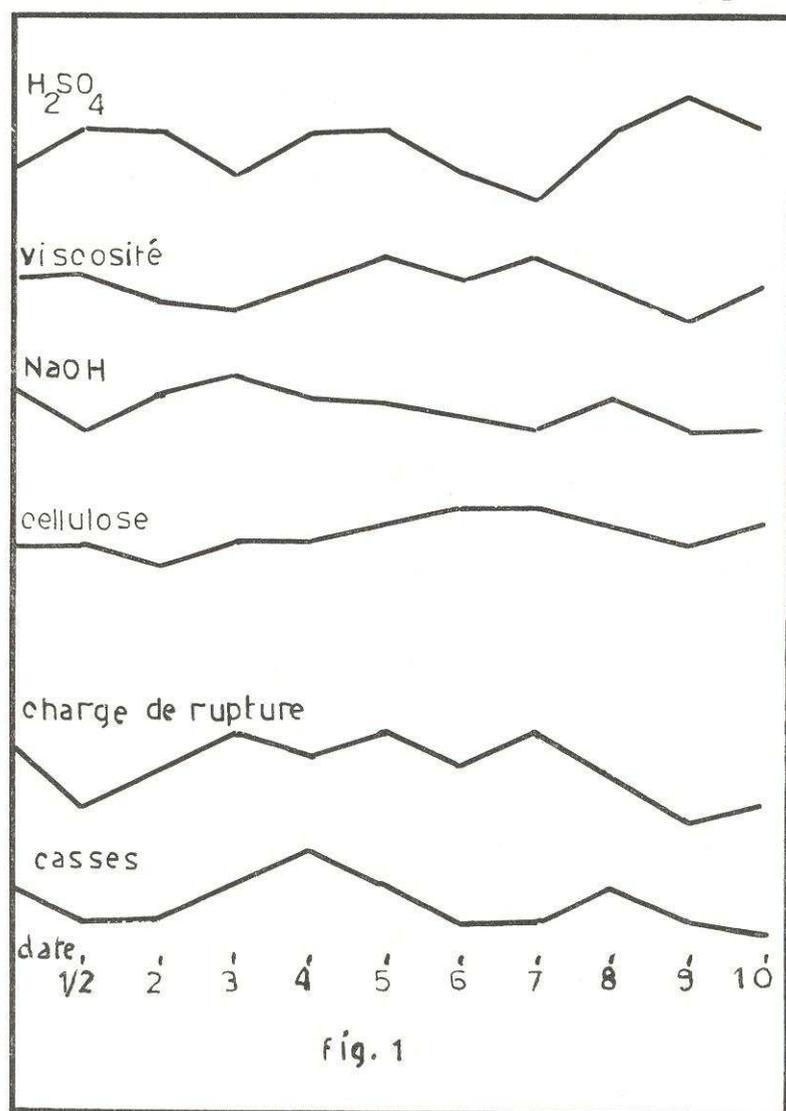
2. — Régressions multiples.

2.1. Cas du fil pour pneumatique - Position du problème.

Nous avons été amenés à utiliser pour la première fois la technique de régression multiple pour résoudre un problème de fabrication en 1965. A cette époque, des fluctuations de qualité avaient été constatées dans notre production de fil pour pneumatiques. Précisons qu'il s'agit d'un fil de rayonne, c'est-à-dire à base de cellulose régénérée. Il est filé par extrusion d'un dope visqueux, appelé « viscose », au travers d'une filière de platine. Cette viscose est une solution, dans de la soude diluée, de xanthate de cellulose obtenu par réaction de sulfure de carbone sur le dérivé sodé de la

(*) Conférence faite à la Faculté Polytechnique de Mons, le 29 novembre 1967.

cellulose. La filière, qui est percée d'un millier de trous de 50 à 60 μ de diamètre, est plongée dans un bain acide. Les filaments sortant de la filière coagulent au contact de ce bain. Ils sont ensuite étirés pour leur



conférer les propriétés dynamométriques requises et passent alors dans une série de bains ayant des actions chimiques diverses. Ces fils sont ensuite séchés après avoir subi un lavage et un huilage.

En assemblant deux de ces fils par torsion, on constitue le « câblé ».

C'était précisément la charge de rupture du câblé qui présentait des fluctuations anormales et avait tendance à descendre en dessous des standards admis. D'autre part, le nombre de casses en cours de filature avait considérablement augmenté, ce qui avait pour effet de réduire la productivité.

Le problème qui se posait était de savoir si ces variations pouvaient être expliquées par les fluctuations des paramètres chimiques de la fabrication, ou bien s'il fallait rechercher d'autres causes, telles que l'état mécanique des métiers, par exemple.

Les paramètres chimiques susceptibles d'avoir une influence sur la charge de rupture du câblé et sur le nombre de casses sont fort nombreux.

Nous citerons notamment :

<u>Au niveau de la viscose</u>	<u>Au niveau des bains</u>
Concentration en cellulose.	Concentration en H_2SO_4 .
Concentration en NaOH.	Concentration en Na_2SO_4 .
Concentration en soufre.	Concentration en $ZnSO_4$.
Concentration en catalyseur.	Concentration en catalyseur.
Viscosité.	Température.
Température.	Néphélométrie.
Néphélométrie, etc.	etc.

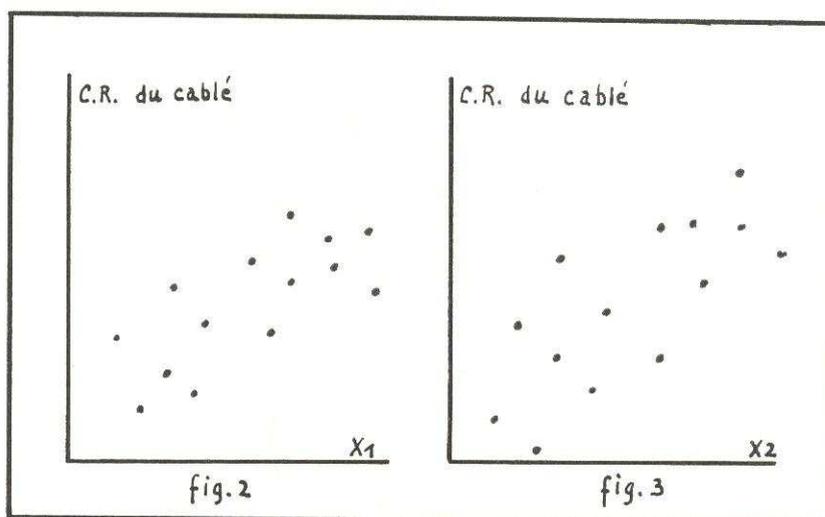
Au total, il existe une vingtaine de « variables explicatives » possibles. Ces variables sont mesurées chaque jour par le Service de Contrôle de l'usine. Les résultats de ces mesures sont portés sur un diagramme (voir fig. 1). Sur la même feuille sont représentées également les caractéristiques dynamométriques journalières du fil et le nombre de casses.

Le Service de Contrôle avait à plusieurs reprises tenté de mettre en évidence le ou les facteurs perturbateurs en confrontant ces différents diagrammes. A certains moments il semblait y avoir une évolution parallèle entre les valeurs de la soude et de la charge de rupture. A d'autres moments, les valeurs basses de la charge de rupture semblaient être associées à des valeurs élevées de l'acide sulfurique. On avait décidé alors d'augmenter NaOH et de réduire H_2SO_4 , mais ces modifications n'avaient pas apporté les effets bénéfiques escomptés.

2.2. Echec des calculs de régression simple.

Ouvrons une parenthèse afin d'expliquer les raisons de ces échecs successifs.

Soient X_1 et X_2 deux variables prises parmi les vingt paramètres chimiques susceptibles d'agir sur la charge de rupture du câblé. Nous avons représenté, sur les figures 2 et 3, les valeurs expérimentales de la charge de rupture correspondant respectivement aux valeurs de X_1 et de X_2 .



On pourrait conclure, en examinant ces deux diagrammes, que la charge de rupture est une fonction croissante à la fois de X_1 et de X_2 . Ceci serait d'ailleurs confirmé par le calcul de deux régressions linéaires de la forme :

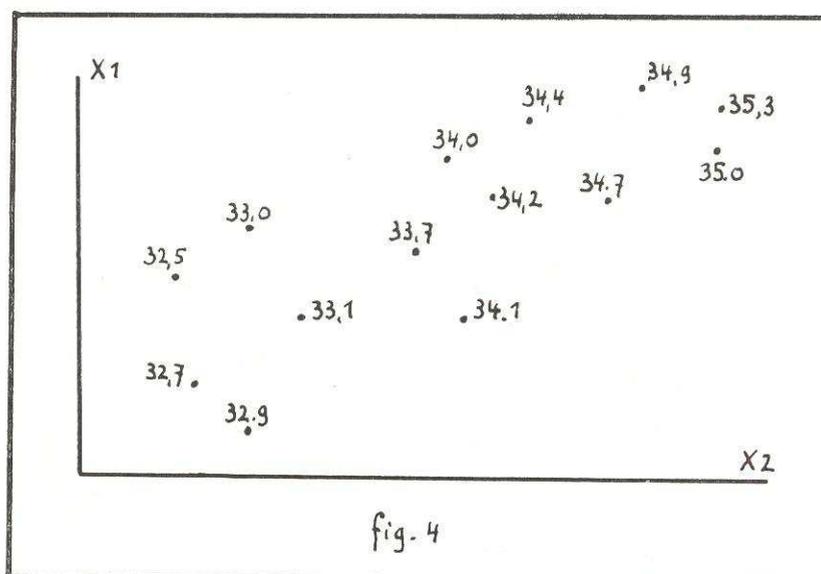
$$\text{C.R.} = b_0 + b_1 X_1$$

$$\text{C.R.} = b'_0 + b_2 X_2$$

En réalité, si cette conclusion est exacte lorsque les variables X_1 et X_2 sont indépendantes l'une de l'autre, nous allons montrer qu'elle peut être fautive lorsqu'il existe une liaison entre X_1 et X_2 , comme celle qui est représentée à la figure 4.

A côté de chaque point nous avons noté la valeur de la charge de rupture correspondante.

On constate que les points ayant des charges de rupture à peu près identiques sont groupés suivant des verticales. Par conséquent, si on maintient X_1 constant tout en augmentant X_2 , on voit que la charge de rupture augmente également. Par contre, lorsque X_2 est constant, la charge de rupture est indépendante de X_1 . La conclusion erronée qui avait été tirée au vu des figures 2 et 3 est due au fait que X_1 et X_2 sont liés (voir fig. 4).



Revenons au cas du fil pour pneumatiques.

Il est certain que les paramètres chimiques ne sont pas indépendants les uns des autres. Ils peuvent être liés soit par des liaisons fortuites, soit par des liaisons fonctionnelles.

La méthode d'investigation utilisée par l'usine et qui consistait à considérer une à une chacune des variables explicatives est donc tout à fait inadéquate.

Toutes les variables doivent être étudiées simultanément. Il s'agit d'un cas où il faut faire appel aux calculs de régressions multiples, et on s'expose à des erreurs d'interprétation si on le traite comme une succession de calculs de régressions simples.

2.3. Régressions multiples. Procédé de calcul.

Le Service Statistique fut alors chargé de l'étude et se mit en devoir d'exploiter les résultats des contrôles journaliers relatifs aux vingt variables explicatives désignées par l'usine, ceci sur une période de plusieurs mois.

Les calculs de régression faisant intervenir un nombre de variables aussi élevé ne peuvent évidemment être effectués avec une machine à calculer de bureau. Tous les calculs ont été exécutés sur ordinateur IBM 1130.

Nous rappellerons brièvement la méthode de calcul dans le cas d'une régression linéaire.

Soit à établir une relations linéaire entre une variable dépendante Y et les variables « explicatives » X_1, X_2, \dots, X_n :

$$Y = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + \dots + b_n X_n.$$

Les coefficients de régression b_1, b_2, \dots, b_n sont obtenus en appliquant la méthode des moindres carrés. Celle-ci conduit à résoudre un système de n équations (équations normales) dont les n inconnues sont les coefficients b_1, b_2, \dots, b_n . Ce système d'équations a la forme suivante :

$$\begin{cases} b_1 C_{11} + b_2 C_{12} + \dots + b_n C_{1n} = C_{y1} \\ b_1 C_{12} + b_2 C_{22} + \dots + b_n C_{2n} = C_{y2} \\ \cdot \\ \cdot \\ \cdot \\ b_1 C_{1n} + b_2 C_{2n} + \dots + b_n C_{nn} = C_{yn} \end{cases}$$

$$\text{avec } C_{11} = \sum (X_i - \bar{X}_1)^2$$

$$C_{ij} = \sum (X_i - \bar{X}_i) (X_j - \bar{X}_j)$$

$$C_{yi} = \sum (y - \bar{y}) (X_i - \bar{X}_i)$$

Le terme indépendant b_0 est donné par :

$$b_0 = \bar{y} - b_1 \bar{X}_1 - b_2 \bar{X}_2 - \dots - b_n \bar{X}_n$$

La méthode la plus élégante pour résoudre le système d'équations normales fait appel au calcul matriciel. Ecrivons le système d'équations sous la forme matricielle :

$$A \cdot \begin{vmatrix} b_1 \\ \vdots \\ b_n \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} C_{y1} \\ \vdots \\ C_{yn} \end{vmatrix} \quad (1)$$

dans laquelle :

$$A = \begin{vmatrix} C_{11} & C_{12} & \dots & C_{1n} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ C_{1n} & C_{2n} & \dots & C_{nn} \end{vmatrix}$$

Si nous multiplions à gauche les deux membres de l'équation (1) par la matrice inverse A^{-1} , nous obtenons :

$$A^{-1} \cdot A \begin{vmatrix} b_1 \\ \vdots \\ b_n \end{vmatrix} = A^{-1} \begin{vmatrix} C_{y1} \\ \vdots \\ C_{yn} \end{vmatrix} \quad \text{ou}$$

$$\begin{vmatrix} b_1 \\ \vdots \\ b_n \end{vmatrix} = A^{-1} \begin{vmatrix} C_{y1} \\ \vdots \\ C_{yn} \end{vmatrix}$$

ce qui sous forme développée peut s'écrire :

$$b_1 = C^{11} C_{y1} + C^{12} C_{y2} + \dots + C^{1n} C_{yn}$$

$$b_2 = C^{21} C_{y1} + C^{22} C_{y2} + \dots + C^{2n} C_{yn}$$

$$\vdots$$

$$b_n = C^{n1} C_{y1} + C^{n2} C_{y2} + \dots + C^{nn} C_{yn}$$

où C^{11} , C^{12} , ..., C^{nn} sont les éléments de la matrice inverse A^{-1} .

Le calcul de b_1, \dots, b_n est donc ramené au calcul de la matrice inverse A^{-1} . Cette méthode de résolution présente plusieurs avantages :

- 1) dès que A^{-1} est connue, elle peut être utilisée pour calculer autant d'équations de régression qu'on le désire (à partir des mêmes valeurs X_1, \dots, X_n). On peut donc étudier simultanément plusieurs variables dépendantes sans avoir à refaire la totalité des calculs. Seuls les $C_{y1}, C_{y2}, \dots, C_{yn}$ sont à modifier;
- 2) l'estimation de la variance des coefficients de régression s'obtient aisément au départ des éléments diagonaux de la matrice A^{-1} :

$$V(b_i) = s^2 C^{ii}$$

dans laquelle s^2 est l'estimation de σ^2 , variance par rapport à la régression. Elle est calculée à partir de la variation « inexpliquée » par la régression.

On peut, en effet, démontrer que la variation totale des y par rapport à leur valeur moyenne, c'est-à-dire $\sum (y - \bar{y})^2$ ou C_{yy} , peut être décomposée en deux parties :

- 1) la *variation expliquée* par la régression et qui est égale à

$$b_1 C_{y1} + b_2 C_{y2} + \dots + b_n C_{yn}$$

- 2) la *variation inexpliquée* ou variation par rapport à la régression. Elle peut être due à plusieurs causes : erreurs expérimentales, existence de facteurs qui n'ont pas été introduits dans l'équation de régression, existence d'effets non linéaires.

L'estimation s^2 de la variance par rapport à la régression est donnée par :

$$s^2 = \frac{C_{yy} - b_1 C_{y1} - b_2 C_{y2} - \dots - b_n C_{yn}}{N - n - 1}$$

dans laquelle N est le nombre de points expérimentaux.

L'erreur standard des coefficients de régression est donnée par :

$$E. S. (b_i) = s \sqrt{C^{ii}}$$

Ceci permet de déterminer le niveau de signification de chaque coefficient de régression en calculant le rapport

$$t = \frac{b_i}{E. S. (b_i)}$$

On consultera la table t de Student pour un nombre de degrés de liberté = $N - n - 1$.

Le coefficient de corrélation multiple R est obtenu en extrayant la racine carrée de l'expression

$$R^2 = \frac{b_1 C_{y1} + b_2 C_{y2} + \dots + b_n C_{yn}}{C_{yy}}$$

R^2 est donc la fraction de la variation totale des y , qui est expliquée par la régression.

Notons que lorsqu'on désire introduire dans l'équation de régression des termes non linéaires, il suffit de les introduire comme s'il s'agissait de variables explicatives supplémentaires.

C'est cette méthode de calcul que nous avons appliquée au cas du fil pour pneumatiques. Le programme, écrit par notre Centre de Calcul, permet de calculer simultanément dix équations de régression contenant chacune vingt-cinq termes.

Ceci nous a permis d'ajouter, aux vingt variables explicatives, cinq termes de la forme $X_i X_j$, de façon à tenir compte de l'interaction possible entre divers paramètres chimiques. (Exemple : interaction $\text{NaOH} - \text{H}_2\text{SO}_4$).

2.4. Résultats.

Nous avons obtenu des coefficients de corrélation dépassant 0,85. Ceci indique donc que la régression permet d'expliquer plus de 70 % des variations de la charge de rupture et du nombre de casses. Ceci nous autorise à croire que nous avons pu cerner la réalité d'assez près et qu'aucun facteur réellement important n'a été négligé.

L'examen des coefficients de régression et de leur niveau de signification a permis de mettre en évidence certains facteurs dont l'action paraissait significative. Ces variables sont les suivantes :

- la concentration en H_2SO_4 dans le bain de filature,
- la concentration en catalyseur dans la viscosse,
- la concentration en catalyseur dans le bain de filature,
- la température de la viscosse,
- la viscosité de la viscosse,
- la néphélométrie de la viscosse.

Les signes des coefficients de régression nous indiquent dans quel sens il y aura lieu de modifier les variables (dans les limites de variation étudiées) pour obtenir un effet bénéfique.

Il ne faut pas s'attendre à ce qu'une telle étude, dans laquelle aucun essai n'a été effectué, puisse fournir autre chose que des résultats qualitatifs.

J'insiste sur le fait qu'à ce stade-ci de l'étude, aucune expérience n'a dû être faite. Nous avons seulement essayé d'exploiter des données existantes — les résultats des contrôles journaliers de l'usine — afin d'en extraire des informations qui s'y trouvaient potentiellement contenues, mais qui n'avaient jamais pu en être extraites.

Je crois que les calculs de régressions multiples constituent certainement un outil puissant lorsqu'on veut dégrossir un problème, car ils permettent de sélectionner parmi un ensemble de variables explicatives possibles, celles qu'il sera le plus intéressant d'étudier de manière plus approfondie, en effectuant des expériences planifiées. C'est d'ailleurs la voie qui a été suivie en ce qui concerne le fil pour pneumatiques. Nous aurons l'occasion d'y revenir dans le chapitre consacré aux plans factoriels.

2.5. Limitations de la méthode.

Mais la technique de régression multiple, appliquée à des données recueillies en cours de fabrication, se heurte aux difficultés suivantes :

- les variables explicatives sont sujettes à des variations naturelles qui sont généralement de faible amplitude. En effet, les consignes de fabrication ont précisément pour but de maintenir ces variables à des niveaux aussi constants que possible. Par conséquent, les effets de ces variables sur la caractéristique étudiée seront généralement faibles et difficilement décelables;
- les variables explicatives sont rarement indépendantes l'une de l'autre. Elles sont liées soit par le hasard de l'échantillonnage, soit par des liaisons fonctionnelles. Il résulte de ceci que les estimations des coefficients de régression b_i sont également liées, ce qui a pour effet d'augmenter leur erreur standard et de réduire le degré de signification du t -test. Certains effets peuvent ainsi être complètement masqués.

2.6. Régression multiple et plan factoriel.

Le calcul des coefficients de régression b_i , au départ des équations normales, devient pratiquement irréalisable avec une machine de bureau dès que le nombre de variables explicatives est supérieur à quatre.

Il est cependant un cas où les calculs se simplifient considérablement : c'est le cas où tous les termes de la matrice A sont nuls, sauf les termes diagonaux.

Les équations normales sont alors extrêmement simples à résoudre puisqu'il n'y a plus qu'une seule variable par équation :

$$b_i C_{ii} = C_{yi}$$

d'où

$$b_i = \frac{C_{yi}}{C_{ii}}$$

Les variances des coefficients de régression sont données par :

$$V(b_i) = \frac{s^2}{C_{ii}}$$

Remarquons que ces formules sont identiques à celles qui permettent de calculer le coefficient de régression et sa variance dans le cas d'une régression simple entre deux variables.

Il est donc indifférent, dans ce cas-ci, de traiter séparément chacune des n variables explicatives (en calculant n corrélations simples) ou de les traiter simultanément par calcul de corrélation multiple. L'estimation de chaque coefficient de régression est absolument indépendante de l'estimation des autres coefficients, ce qui a pour effet d'accroître la précision de ces estimations.

On peut montrer que ceci provient du fait que les valeurs observées pour chacune des variables explicatives sont indépendantes des valeurs observées pour les autres (absence de corrélation entre les variables explicatives).

Le fait que les sommes de produits $\sum (X_i - \bar{X}_i)(X_j - \bar{X}_j)$ (éléments non diagonaux de la matrice A) soient nulles constitue ce qu'on appelle l'orthogonalité. Il est fort improbable que ceci se produise par le fait du hasard. Par contre, lorsque les niveaux des variables explicatives peuvent être délibérément choisis, comme c'est le cas pour les expériences planifiées, on pourra imposer la condition d'orthogonalité. Cette condition est précisément remplie dans le cas des *plans d'expériences du type factoriel*.

3. — Plans d'expériences du type factoriel.

3.1. Comparaison entre conceptions traditionnelle et moderne de la méthode expérimentale.

Considérons une variable dépendante qui est soumise à l'action simultanée de plusieurs facteurs.

La méthode expérimentale traditionnelle, pour étudier l'action de ces facteurs, consiste à les bloquer tous sauf un — celui qui est étudié — à une valeur constante. On effectue la même opération successivement pour tous les facteurs. On ne fait donc varier qu'un seul facteur à la fois.

Par contre, les méthodes modernes consistent à réaliser les expériences les plus complexes possibles, c'est-à-dire dans lesquelles on fait varier simultanément le plus grand nombre de facteurs. C'est l'*analyse factorielle*.

Prenons l'exemple du fil pour pneumatiques. Supposons, pour simplifier l'exposé, que la charge de rupture du fil ne dépende que de deux facteurs : la température de la viscosité et la concentration en acide sulfurique dans le bain de filature. Pour étudier l'influence de ces deux facteurs par la *méthode traditionnelle*, on procédera comme suit :

	T ₁	T ₂
A ₁	(1)	(2)
A ₂	(3)	(4)

l'effet de la température sera évalué dans les conditions d'acidité A₁ en faisant la différence entre la charge de rupture obtenue à la température T₂ et à la température T₁, c'est-à-dire par (2) — (1).

De même, l'influence de l'acidité sera évaluée à la température T₁ par (3) — (1).

Par suite des erreurs expérimentales, une confirmation des résultats est nécessaire et on refera une seconde fois les mêmes essais. L'effet de la température sera donné par :

$$\frac{(2) - (1) + (2)' - (1)'}{2}$$

et l'effet de l'acidité sera donné par :

$$\frac{(3) - (1) + (3)' - (1)'}{2}$$

Dans un *plan d'essais factoriel*, au lieu de faire deux fois les trois essais (1), (2) et (3), on effectuera une fois les quatre essais (1), (2), (3) et (4).

L'effet de la température sera donné par :

$$\frac{(2) - (1) + (4) - (3)}{2}$$

et celui de l'acidité par :

$$\frac{(3) - (1) + (4) - (2)}{2}$$

Cette manière de procéder présente les avantages suivants par rapport à la méthode classique :

- 1° le calcul de chaque effet fait intervenir *toutes* les expériences;
- 2° l'effet d'un facteur est évalué à plusieurs niveaux de l'autre, ce qui élargit le domaine de validité des conclusions;
- 3° la même précision peut être obtenue avec moins d'observations;
- 4° elle permet d'évaluer les interactions éventuelles entre facteurs.

Ce dernier point est, à notre avis, le plus important. Illustrons-le par un exemple :

Supposons que le passage de T_1 à T_2 augmente la charge de rupture de 5 % lorsqu'on travaille à l'acidité A_1 . En l'absence d'interaction, on observera également une augmentation de 5 % si le passage de T_1 à T_2 se fait à l'acidité A_2 .

De même, si la charge de rupture augmente de 3 % en passant de A_1 à A_2 à la température T_1 , on constatera la même augmentation au niveau T_2 . Par conséquent, au vu des trois essais (1), (2) et (3) de la méthode classique, on pourra logiquement s'attendre à ce que la charge de rupture la plus élevée soit obtenue dans les conditions de l'essai (4). (8 % de plus que l'essai (1). Les effets sont additifs).

Par contre, lorsqu'il y a interaction, l'effet de la température dépend du niveau d'acide considéré et vice versa.

Les trois essais de la méthode classique ne permettent donc plus de déduire les conditions de travail les plus favorables. Il est indispensable d'effectuer l'essai n° 4.

3.2. Notation (Analyse factorielle à 2 niveaux).

Pour des raisons de clarté, nous nous limiterons, dans ce qui suit, au cas des plans factoriels dans lesquels chaque facteur est étudié à deux niveaux (= deux valeurs).

Chaque facteur est symbolisé par une lettre majuscule A, B, C, etc.

Les combinaisons telles que AB, AC, ... représentent les interactions du premier ordre entre facteurs pris deux à deux; les combinaisons ABC, BCD, ... représentent les interactions du second ordre entre facteurs pris trois à trois, etc.

Considérons une expérience à trois facteurs A, B et C. Le symbole *ab* représente une expérience où les facteurs A et B sont à leur niveau supérieur et C à son niveau inférieur (l'absence d'une lettre signifiant que le facteur correspondant est étudié à son niveau inférieur).

(1) représente conventionnellement l'expérience où tous les facteurs sont à leur niveau inférieur.

3.3. Calcul des effets.

L'effet du facteur A est donné par la différence entre la somme des observations faites au niveau supérieur de A et la somme des observations faites au niveau inférieur de A :

$$A = abc + ab + ac + a - bc - b - c - (1)$$

L'effet moyen est obtenu en divisant ce résultat par quatre.

L'effet de l'interaction du premier ordre AB est donné par la différence entre l'effet de A au niveau supérieur de B et l'effet de A au niveau inférieur de B.

$$AB = A_{\text{sup.B}} - A_{\text{inf.B}} \quad \text{c'est-à-dire}$$

$$AB = [abc + ab - bc - b] - [ac + a - c - (1)]$$

L'effet moyen est obtenu en divisant ce résultat par quatre.

Les autres effets se calculent de la même façon.

Il existe certaines méthodes qui permettent de faciliter l'élaboration du plan et le calcul des effets. Nous donnons l'une d'elles ci-dessous, pour le cas de trois variables A, B, et C, étudiées chacune à deux niveaux (+1 = niveau supérieur, -1 = niveau inférieur).

Essais	Effets principaux			Interactions du				Y
				1er ordre			2e ordre	
	A	B	C	AB	AC	BC	ABC	
<i>abc</i>	+ 1	+ 1	+ 1	+ 1	+ 1	+ 1	+ 1	10
<i>ab</i>	+ 1	+ 1	- 1	+ 1	- 1	- 1	- 1	9
<i>ac</i>	+ 1	- 1	+ 1	- 1	+ 1	- 1	- 1	8
<i>a</i>	+ 1	- 1	- 1	- 1	- 1	+ 1	+ 1	12
<i>bc</i>	- 1	+ 1	+ 1	- 1	- 1	+ 1	- 1	6
<i>b</i>	- 1	+ 1	- 1	- 1	+ 1	- 1	+ 1	4
<i>c</i>	- 1	- 1	+ 1	+ 1	- 1	- 1	+ 1	13
(1)	- 1	- 1	- 1	+ 1	+ 1	+ 1	- 1	11

Les valeurs notées dans les colonnes « interaction » sont obtenues par multiplication des valeurs contenues dans les colonnes relatives aux effets principaux.

La dernière colonne renseigne les valeurs expérimentales de la variable dépendante.

Calculons l'effet moyen de A, à titre d'exemple. Il suffit de multiplier les valeurs de la colonne A par celles de la colonne Y et de diviser par quatre :
Effet moyen de A = $(10 + 9 + 8 + 12 - 6 - 4 - 13 - 11)/4 = 1,25$.

3.4. Fractionnement.

Le nombre d'essais qu'il est nécessaire d'effectuer dans un plan factoriel complet est égal à p^n si n est le nombre de facteurs étudiés et p le nombre de niveaux de chacun d'eux. Ce nombre d'essais devient très vite élevé lorsque le nombre de facteurs augmente (tout en restant inférieur à ce qu'on devrait effectuer dans un plan classique). Or, ces essais servent, entre autres, à évaluer des interactions d'ordre élevé qui sont sans grand intérêt pratique. C'est la raison pour laquelle on peut se contenter de n'effectuer qu'une partie des essais : c'est un plan factoriel fractionné. On devra évidemment sacrifier la mise en évidence de certains effets, mais on choisira le fractionnement de façon à ne perdre que des interactions d'ordre élevé. Si on n'effectue que la moitié des essais requis pour un plan complet, tous les effets seront confondus deux à deux. Par contre, dans un fractionnement au $1/4$, les effets seront confondus quatre à quatre, etc.

A titre d'exemple, considérons le cas d'un plan factoriel pour cinq facteurs à deux niveaux. Le plan complet exige $2^5 = 32$ essais. En fractionnant ce plan à $1/2$, on n'effectuera que 16 essais, c'est-à-dire le nombre d'essais correspondant à un plan complet à quatre facteurs (A, B, C, D). Le cinquième facteur E sera introduit de telle sorte que l'évaluation de son effet soit confondue avec celle de l'interaction d'ordre le plus élevé : A B C D.

On peut montrer que, dans ce cas, tous les effets principaux sont confondus avec des interactions d'ordre trois. Ces interactions étant généralement négligeables, tout se passe comme si les effets principaux étaient évalués de façon indépendante.

Quant aux interactions du premier ordre, elles sont confondues avec celles du deuxième ordre.

3.5. Tests de signification.

Les effets étant évalués, il faut ensuite tester leur signification, en appliquant le *t*-test de Student :

$$t = \frac{\text{Effet}}{\text{E.S. (Effet)}}$$

L'erreur standard apparaissant au dénominateur de cette expression est donnée, dans le cas d'un plan comportant 2^n essais, par :

$$\text{E.S. (Effet)} = 2 \sqrt{\frac{s^2}{2^n}}$$

dans laquelle s^2 est une estimation de la variance de l'erreur expérimentale.

Si cette variance n'est pas connue a priori (par des essais antérieurs), elle peut être estimée à partir des résultats du plan factoriel. Nous renvoyons à la référence [2] pour plus de détails à ce sujet.

3.6. Plan composite de Box et Wilson.

L'évaluation d'effets quadratiques n'est évidemment possible que si les facteurs sont étudiés au moins à trois niveaux différents. Un plan complet pour n facteurs étudiés chacun à trois niveaux comporte un nombre d'essais relativement important (3^n). C'est la raison pour laquelle on préfère généralement utiliser le plan composite de Box et Wilson. Ce plan, qui permet l'évaluation des effets du second degré, comprend deux parties :

- 1° un plan factoriel complet ou fractionné dans lequel chaque facteur est étudié à deux niveaux, que nous noterons -1 et $+1$. Ce plan

doit permettre l'évaluation de tous les effets principaux (effets linéaires) et de toutes les interactions du premier ordre;

- 2° un groupe de $2n + 1$ essais qui permettent d'évaluer les effets quadratiques. Ces essais sont répartis de la façon suivante :
- 1 essai au centre du plan (tous les facteurs sont étudiés à leur niveau central, que nous noterons 0);
 - $2n$ essais dans lesquels chaque facteur est étudié successivement aux niveaux $+a_i$ et $-a_i$, tous les autres facteurs étant fixés à leur niveau 0.

Les n valeurs a_1, a_2, \dots, a_n ne doivent pas nécessairement être égales et peuvent être choisies de telle sorte que la condition d'orthogonalité soit respectée. Notons que dans un tel plan chaque facteur est étudié à cinq niveaux différents : $-a_i, -1, 0, +1, +a_i$.

Le calcul des effets et de leur erreur standard ne présente pas de difficulté particulière (voir référence [2]).

3.7. Application au fil pour pneumatiques.

Nous avons vu, au chapitre 2, qu'il nous avait été possible, par calcul de régression multiple, de sélectionner un groupe de paramètres chimiques dont l'action sur les caractéristiques du fil pneu paraissait intéressante à étudier de façon plus approfondie. Une telle étude a été engagée en usine-pilote, sur base d'un plan composite de Box et Wilson. Il était en effet indispensable de pouvoir évaluer les effets quadratiques, car certains essais antérieurs laissaient prévoir l'existence de tels effets.

L'usine désigna cinq facteurs et fixa les limites entre lesquelles chacun d'eux devait être étudié. Ce sont :

- le catalyseur dans la viscosse,
- le catalyseur dans le bain de filature,
- la viscosité de la viscosse,
- la concentration en H_2SO_4 dans le bain de filature,
- la température de la viscosse.

Le plan comporte vingt-sept essais ($2^5/2 + (2 \times 5) + 1$). Chaque facteur a été étudié à cinq niveaux : $-2, -1, 0, +1, +2$. Toutes les caractéristiques dynamométriques du fil ont été mesurées pour chaque essai.

Les résultats de ce plan d'expériences ont confirmé les conclusions de l'étude de régression multiple, et nous ont fourni cette fois des renseigne-

ments quantitatifs directement exploitables par l'atelier. Nous résumons ci-après les principales conclusions :

- la charge de rupture du câblé est une fonction croissante de la teneur en catalyseur dans la viscosse et dans le bain de filature;
- il existe une interaction significative entre la température de la viscosse et la concentration en acide sulfurique dans le bain de filature. Une diminution de l'acidité est bénéfique pour les charges de rupture, mais l'effet de ce facteur devient beaucoup moins sensible lorsque la température augmente. Dans les conditions d'acidité habituelles, la charge de rupture du câblé augmente avec la température.

Les standards de fabrication furent alors modifiés en tenant compte des résultats de cette étude, ce qui se traduit par une amélioration sensible des caractéristiques du fil.

4. — Méthode évolutive.

4.1. Introduction.

Préalablement au démarrage d'un nouveau processus de fabrication, on procède à des essais en laboratoire et en usine-pilote afin de déterminer les conditions optimales d'exploitation. Ces conditions déterminées en laboratoire ou en usine-pilote ne seront généralement pas celles qui permettront d'obtenir le meilleur résultat en usine. Il y a de multiples raisons à cela : les transferts de chaleur ne sont pas les mêmes dans un récipient de laboratoire et dans la cuve de l'atelier, les conditions d'agitation et de mixage ne sont pas les mêmes, les températures de la salle sont différentes, etc. Il est bien certain que pour déterminer les conditions optimales d'exploitation en usine, c'est dans l'usine même que les efforts doivent être concentrés. Jusqu'à ces dernières années, les seuls moyens dont nous disposions consistaient à faire des essais en fabrication, de la même manière qu'en laboratoire (par exemple en appliquant un plan d'essais factoriel). Malheureusement, pour obtenir un effet décelable sur le rendement ou sur la qualité de la production, il faut imposer des variations relativement fortes aux standards de fabrication. La production sera donc perturbée pendant un temps plus ou moins long, suivant la complexité du plan. Il en résultera inévitablement un déclassement de certaines productions pour qualité non conforme, ou une diminution sensible du rendement pour certains essais. De tels essais sont donc coûteux, et on ne s'y résoudra qu'en présence d'une fabrication qui marche très mal ou dont les rendements sont très bas. Mais, dans la plupart des cas, les rendements sont déjà relativement proches de l'optimum théorique. On hésite alors à entamer de tels essais dont le coût ne peut se justifier.

C'est la raison pour laquelle une nouvelle méthode a été introduite par Box en 1955 : la méthode évolutive ou méthode « EVOP ». Elle permet de conduire un processus de fabrication en évoluant graduellement vers les conditions optimales d'exploitation. Elle fait appel à des concepts statistiques extrêmement simples et est appliquée pendant le cours normal de la production par le personnel responsable de la fabrication.

4.2. Principe de la méthode évolutive.

Box considère qu'un processus de fabrication doit avoir un double but :

- 1° fournir un produit susceptible d'être vendu,
- 2° fournir, *en même temps* et à tout instant, des informations permettant d'améliorer la production.

Ces informations devront être recueillies sans que cela ne perturbe la production.

Pour obtenir ces informations on imposera de légères variations cycliques aux standards de fabrication, mais l'amplitude de ces variations devra être suffisamment faible pour qu'elles n'entraînent pas de conséquences fâcheuses pour le rendement ou la qualité du produit sortant. Si l'effet de ces variations est faible, il risque d'être complètement masqué par le « bruit », c'est-à-dire par les fluctuations naturelles qui sont présentes dans tout procédé de fabrication. Il faudra donc réduire l'importance relative du « bruit » en répétant les essais un grand nombre de fois. Remarquons ici que lorsqu'il s'agit de répéter des essais en laboratoire ou en usine-pilote, on est généralement limité par le coût de telles expériences. Par contre, dans le cas qui nous occupe, ces essais n'entraînent aucun coût de fabrication supplémentaire : la production se poursuit avec des standards légèrement modifiés. La répétition des essais n'est donc pas limitée par un facteur économique.

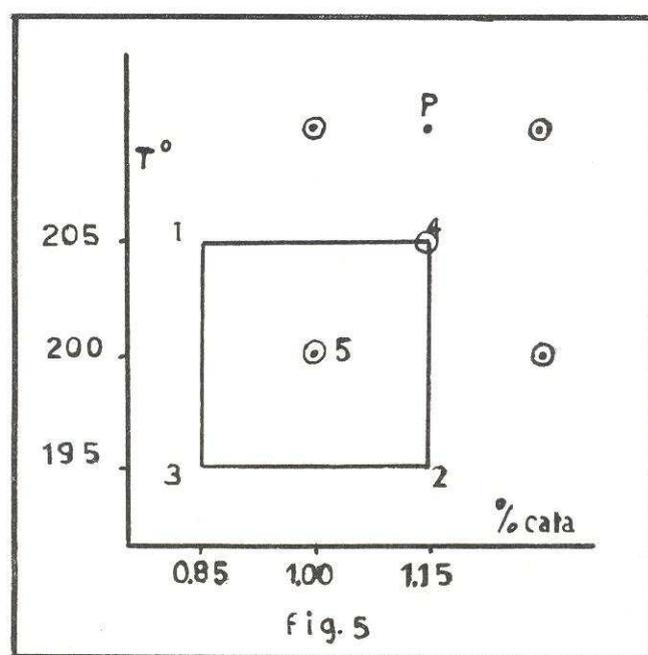
Les variations cycliques des standards seront introduites suivant un plan factoriel. Au voisinage de l'optimum recherché la « surface-réponse » aura généralement une courbure assez accentuée. Néanmoins, puisque seules de petites variations seront imposées aux variables, on pourra considérer que localement cette surface est plane. On pourra donc se limiter à des plans factoriels dans lesquels chaque facteur est étudié à deux niveaux seulement. Le nombre de facteurs étudiés simultanément ne dépassera pas quatre.

4.3. Exemple.

Supposons qu'on veuille optimiser le rendement d'une réaction en agissant sur la température du réacteur et sur le pourcentage du catalyseur. Les conditions normales d'exploitation sont les suivantes :

Température : 200°C.

% de catalyseur : 1,0 %.



Phase I : On fera varier la température et le pourcentage en catalyseur de part et d'autre des conditions normales. On effectuera les cinq essais indiqués sur la figure 5. Ceci constitue le *premier cycle*. A la fin de ce cycle on enregistre les résultats et on calcule les effets. Il n'est pas encore possible, à ce stade, de tester la signification des effets puisque chaque essai n'a été effectué qu'une seule fois et ne fournit donc pas d'estimation de l'erreur expérimentale. On effectue alors un *deuxième cycle* en répétant les essais comme au premier cycle. Si à ce stade, en cumulant les résultats du premier et du deuxième cycle, on constate qu'un effet est significatif, on arrête la Phase I. Si aucun effet n'est significatif, on poursuivra les essais.

Supposons qu'après le n^{e} cycle, on constate qu'il y a intérêt à augmenter la température et le pourcentage de catalyseur (le point 4 donne le rendement le plus élevé). On passera alors à la *Phase II*, en prenant comme point central, le point n° 4. Après avoir effectué un certain nombre de cycles dans les conditions de la Phase II, il apparaîtra, par exemple, que les variations de catalyseur sont sans effet, mais qu'il y a intérêt à augmenter la température. On pourra alors commencer la *Phase III* en prenant comme point central le point P.

On voit donc que la méthode « EVOP » permet d'évoluer de proche en proche en se rapprochant sans cesse de l'optimum.

4.4. Application à la production de cyclohexanol.

Nous avons utilisé la méthode « EVOP » dans une des usines de UCB - Division PROCHIM, qui fabrique du cyclohexanol. Le cyclohexanol est un des produits de base intervenant dans la fabrication du Nylon. Il est obtenu par hydrogénation de phénol, en présence de catalyseur.

L'objectif proposé était de réduire le coût de production du cyclohexanol.

Il fut décidé, suite aux conclusions d'une étude de régression multiple, de concentrer tous les efforts sur trois facteurs, à savoir :

- la température du réacteur,
- la concentration en catalyseur,
- la consommation d'hydrogène.

L'usine fixa elle-même les limites entre lesquelles chacun de ces trois facteurs pouvait varier. Chaque cycle comportait dix essais ($2^3 + 2$ essais dans les conditions normales d'exploitation). Dès le troisième cycle de la Phase I, il apparut que la consommation en hydrogène et la concentration en catalyseur avaient un effet significatif sur le coût de production. La Phase II fut alors engagée en tenant compte des résultats de la Phase I, c'est-à-dire en réduisant l'hydrogène et la concentration en catalyseur.

Après le cinquième cycle de la Phase II, on pouvait conclure qu'il y avait intérêt à diminuer encore l'hydrogène et à augmenter la température, sans modifier la concentration en catalyseur. Ceci permettait donc de fixer les conditions d'essais pour une troisième phase, qui est en cours actuellement.

Le gain effectivement réalisé à ce stade de l'étude s'élève déjà à plus de 1 % du prix de revient du cyclohexanol. Il faut signaler que ce gain

a été obtenu sans que l'usine ait à engager aucune dépense, et ceci pour un procédé de fabrication qui fonctionnait déjà dans des conditions très proches de l'optimum théorique possible.

5. — Conclusions.

Je vous ai présenté, au cours de cet exposé, quelques exemples d'application des méthodes statistiques dans notre Société.

Nous avons vu d'abord comment la technique de régression multiple nous a permis d'exploiter des données existantes et d'en tirer des informations précieuses quant aux variables devant faire l'objet d'une étude plus approfondie.

Nous avons vu ensuite les avantages que les plans d'essais factoriels nous offrent par rapport à la démarche expérimentale classique. Outre les avantages que nous avons cités, il en est un sur lequel il convient d'insister. L'élaboration d'un plan factoriel exige un travail préparatoire au cours duquel les objectifs doivent être clairement définis. En fonction de ces objectifs, un choix judicieux des variables explicatives devra être fait, et les niveaux auxquels ces variables seront étudiées devront être fixés. Ce travail préparatoire est déjà, à lui seul, extrêmement profitable. Il fait parfois apparaître certains aspects du problème auxquels on n'avait pas songé jusqu'alors. La simple nomenclature des facteurs susceptibles d'avoir un effet sur les variables dépendantes peut déjà être fort utile.

Nous avons enfin terminé par la méthode évolutive, spécialement conçue pour être appliquée en fabrication, et qui permet d'évoluer graduellement vers un optimum, sans perturber la production.

Toutes ces techniques constituent sans conteste un outil très puissant qui nous a rendu de multiples services. Mais il faut se garder de croire, au vu de ces résultats encourageants, que les méthodes statistiques constituent une panacée universelle capable de résoudre tous nos problèmes. Il ne suffit pas de faire subir des opérations mathématiques plus ou moins complexes à des données recueillies sans discernement, car les statistiques n'ont jamais dispensé personne de faire usage de sa raison et de son bon sens. Il est important de ne jamais perdre de vue que les méthodes statistiques les plus raffinées sont incapables de sauver une expérience mal conduite ou d'extraire une information valable à partir de données incorrectes.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] *Régressions multiples* : Statistical Methods in Research and Production, par Owen L. DAVIES, Ed. OLIVER and BOYD.
- [2] *Plans d'essais factoriels* : Design and analysis of industrial experiments, par Owen L. DAVIES, Ed. OLIVER and BOYD.
- [3] *Méthode EVOP*.
- Evolutionary Operation : Method of increasing industrial productivity, par G.E.P. BOX. Applied Statistics 1957, n° 2, pp. 81-101.
- Condensed Calculations for Evolutionary Operation Programs, par G.E.P. BOX and J.S. HUNTER. Technometrics, Vol. I, N° 1, février 1959, pp. 77-95.
- For Systematic Process Improvement, par R.S. BINGHAM. Industrial Quality Control, septembre 1963, pp. 17-23.
- Introduction to Evolutionary Operation, par E. HARVEY BARNETT. Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 52, N° 6, juin 1960, pp. 500-503.
- Evolutionary Operation in Chemical Processes, par John C. WHITWELL. Tappi, Vol. 42, N° 6, juin 1959.
- Optimize your Chemical Process with Evolutionary Operations, par J.S. HUNTER. Chemical Engineering, Vol. 55, N° 10, 1959.