Mélange réussi

Optimisation de PVC grâce aux plans d'expériences

Un bon réglage des quantités de la matière première constitue la base de la production d'un produit de matière plastique de grande qualité. Mais se lancer dans des séries d'expériences de taille illimitée est impensable. Par conséquent, pour trouver la composition matérielle optimale avec un nombre étonnamment faible d'expériences, Alcan Airex utilise les avantages de la planification expérimentale statistique lors du développement de PVC durs.

Nikolaus Haselgruber
AICOS Technologies AG, Bâle, Suisse
Dr. Philippe Solot
AICOS Technologies AG, Bâle, Suisse
Erich Wettstein
Alcan Airex AG, Sins, Suisse

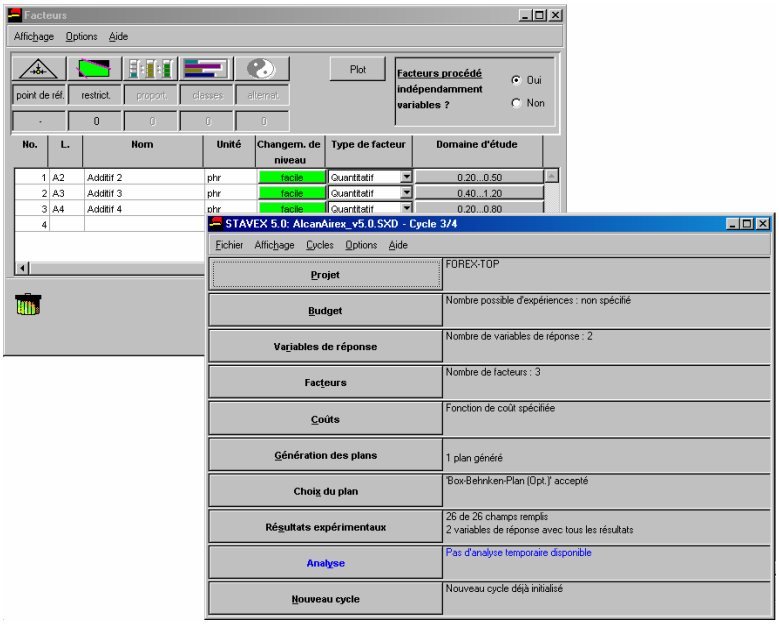

Figure 1. La fenêtre principale de STAVEX guide l'utilisateur à travers toutes les étapes de la planification expérimentale. Les composants du mélange doivent être définis dans la fenêtre des facteurs.

Dans le contexte actuel très concurrentiel, l'utilisation de procédés de production très efficaces est une nécessité dans l'industrie de procédés. Plus encore que la maximisation du rendement, il est surtout important d'atteindre et de pouvoir garantir le niveau de qualité requis par le marché. Pour cela, il est généralement indispensable de procéder une série d'expériences pour déterminer les nombreux paramètres du procédé.

Dans un tel environnement, on effectue trop souvent les expériences en faisant varier un facteur à la fois, les autres étant maintenus constants. En procédant de cette façon, une chose est sûre : il faudra faire un grand nombre d'expériences, et les chances de trouver l'optimum seront très faibles! En d'autres termes, on aura inutilement gaspillé les ressources humaines et de production... Pour ceux qui en revanche désirent obtenir un maximum d'informations précieuses en un minimum d'expériences, la planification expérimentale (Design of Experiments) constitue un outil particulièrement utile.

Cette méthode vous propose des plans d'expériences basés sur la description du problème, c'est à dire sur les variables de réponse à optimiser et sur les facteurs susceptibles de les influencer. D'autre part, les résultats des expériences sont analysés et les valeurs recommandées des paramètres de procédé sont calculées.

Des plans taillés sur mesure

Le PVC se présente sous forme de poudre ou de granulés auxquels on ajoute des additifs lors de la fabrication. Ces additifs sont des stabilisants, lubrifiants, plastifiants, etc. Il est particulièrement important d'obtenir des caractéristiques de gélification optimales pour garantir un comportement parfait du polymère

© AICOS Technologies SA 2005

lors de son utilisation par les machines de traitement (machine à extruder, presse à injecter, etc.). Les caractéristiques de gélification ou de plasticité d'un tel mélange peuvent être évaluées grâce à un « malaxeur à mesure de couple». Celui-ci mesure pendant un certain laps de temps les variations du couple de rotation, donnant ainsi une image de la viscosité. L'objectif est de trouver la composition idoine des additifs qui, après un temps donné de malaxage, permet d'obtenir la viscosité la plus proche possible d'une valeur de consigne prédéfinie.

Avec la planification expérimentale, on peut trouver la relation qui lie la composition du mélange PVC-additifs et son comportement plastique en un nombre minimum d'expériences. Le mélange se compose dans le cas présent d'au total dix composants, dont on pourra en faire varier quatre pour le réglage de la gélification. Cette situation expérimentale est complexe et l'utilisation d'un logiciel adéquat est presque incontournable, car la difficulté du problème s'accroît notablement avec l'augmentation du nombre des composants. Pour déterminer la composition correspondant à une gélification optimale, ce problème a été traité avec le progiciel STAVEX.

Cet outil logiciel guide l'utilisateur à travers toutes les étapes de la planification expérimentale. Les variables de réponse, ainsi que leurs valeurs de consigne, doivent être spécifiées. En outre, l'utilisateur doit introduire les différents facteurs ainsi que leur domaine de variation autorisé. Par exemple, le premier additif, A1, peut varier de 0,4 à 1,2 phr, le second de 0,2 à 0,5 phr, etc. (voir figure 1).

Il est possible d'affiner la caractérisation du mélange, en excluant par exemple certaines combinaisons d'additifs ou en définissant des interactions entre les composants du mélange. Il suffit simplement d'entrer toutes les restrictions possibles sous la forme : «la quantité d'additif 3 doit être plus petite que celle de l'additif 4». En outre, des réglages purement et simplement liés au procédé peuvent être suggérés ; typiquement, une valeur de température ou une durée de traitement.

Sur la base des données spécifiées pour les facteurs, le logiciel propose une série de plans d'expériences. Ici, un plan d'expériences factoriel comprenant huit essais a été choisi.

Une analyse intelligible

Une fois ces expériences menées leurs résultats sont introduits dans STAVEX. En un clic de souris, on effectue l'analyse des données. Dans le cas présent, un modèle de régression linéaire a été estimé. On peut lire dans le rapport HTML, considérablement documenté et rédigé sous forme de phrases complètes, que l'additif A1 n'a pas d'influence sur la viscosité optimale : la polymérisation peut être très bien contrôlée avec les trois autres composants. Par conséquent, le logiciel propose à l'utilisateur de figer la teneur en additif A1 et de mener un cycle d'expériences supplémentaire avec les composants restants. Dans la liste des plans proposés, l'utilisateur a choisi un plan de Box-Behnken comprenant treize expériences. Du fait du nombre d'essais plus élevé, associé à un nombre moindre de composants, il a été possible de modéliser les données avec un modèle de régression plus précis, qui tient compte des interactions et des effets quadratiques. On peut s'attendre à un résultat plus précis.

S'il n'est pas possible de se tenir strictement au plan d'expériences proposé par STAVEX, on peut entrer le plan effectivement employé dans Excel et l'importer ensuite dans STAVEX. On peut procéder de même lorsque l'on possède les résultats d'expériences effectuées par le passé, que l'on veut inclure dans le plan d'expériences. Le logiciel permet d'importer ces plans en tant que plans dits «externes».

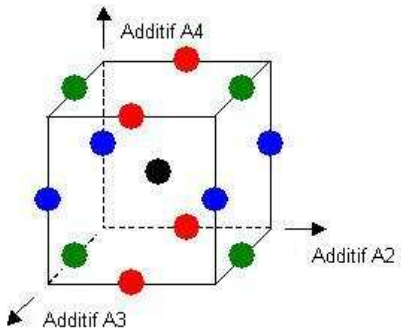

Figure 2. Plan de Box-Behnken-Plan pour 3 facteurs.

L'espace des expériences, à présent limité aux domaines des composants A2, A3 et A4, est représenté par le parallélépipède de la figure 2. Les points de couleur représentent les treize expériences, avec leurs mélanges respectifs. Excepté pour le point représenté en noir au milieu du parallélépipède, la quantité de l'un des additifs (par exemple, A2 pour les 4 points rouges) est à chaque fois fixée à la valeur moyenne de son domaine de variation, tandis que la valeur des autres est affectée à la valeur minimale ou maximale.

Après avoir effectué les treize essais dans le malaxeur mesureur, on renseigne le logiciel avec les valeurs des réponses observées. L'analyse a montré que le couple – donc la viscosité – augmente lorsque la proportion des additifs est faible. L'utilisateur a à sa disposition tout un panel de graphiques qui explicitent les résultats numériques. Sur le graphique de courbes

© AICOS Technologies SA 2005

de niveau, il est très facile de déterminer quelle combinaison des additifs conduit aux meilleures caractéristiques de gélification (voir figure 3).

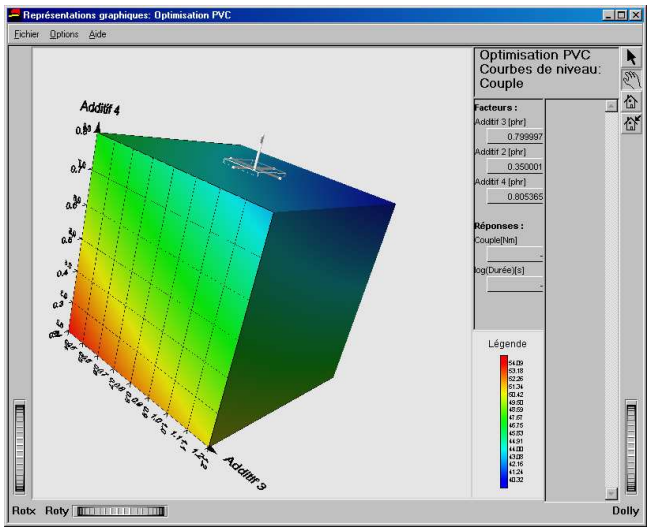

Figure 3. Les résultats numériques peuvent être visualisés grâce à toute une gamme de graphiques, comme par exemple le graphique de courbes de niveaux 4D. À chaque additif correspond une dimension ; la réponse est représentée par un dégradé de couleurs.

De nombreux résultats sont fournis pour effectuer le diagnostic du modèle, comme par exemple, la qualité d'ajustement, une analyse des résidus (test de la répartition normale et graphique des quantiles), la possibilité de transformer des variables de réponse, etc.
Étant donné que, d'après la qualité d'ajustement, plus de 98% de la variance de la réponse peut être expliquée par le modèle et que l'analyse résiduelle n'indique pas que les hypothèses faites pour la régression ont été transgressées, on peut partir du principe que, pour les mélanges optimaux calculés, la valeur de la viscosité sera en effet très proche de la valeur prescrite (voir figure 4).

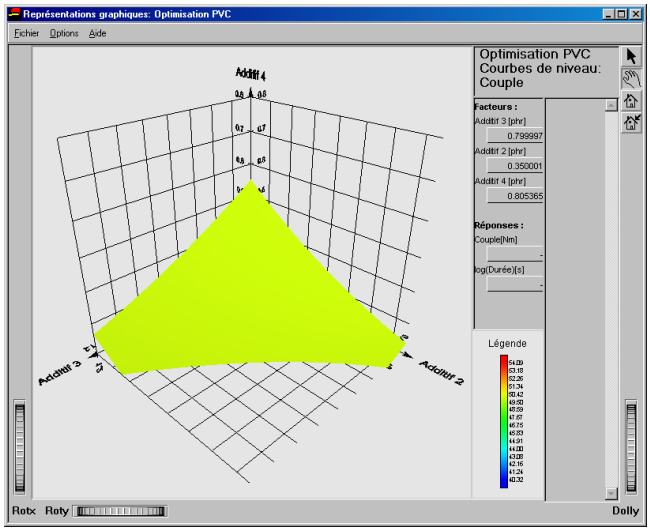

Figure 4. Le graphique de surface montre les points de l'espace qui permettent d'obtenir la valeur de couple optimale.

Pour tester le modèle, deux expériences de confirmation ont été menées avec la composition optimale qui avait été proposée. La viscosité s'est trouvée là encore dans le domaine pronostiqué, ce qui représente une preuve supplémentaire que le résultat est bon.
Ainsi, grâce à un plan d'expériences de 23 expériences seulement, il a été possible d'élaborer une formulation de PVC spécifique, dont la composition a permis un traitement efficace sur les machines de production.
En définitive, on a effectué moins d'expériences et acquis plus de savoir-faire, tout en améliorant la qualité du produit et en diminuant les coûts. Un logiciel convivial met tous ces avantages à la portée de l'utilisateur, même lorsque les données témoignent d'une complexité élevée.

Champs d'application

Plus de 150 entreprises de l'industrie de procédés utilisent actuellement STAVEX dans toute l'Europe ; par exemple : Alcan Airex, Bayer, Ciba, Ems-Chemie, F. Hoffmann-La Roche, Nestlé, Novartis, et Sanofis-Aventis. La version 5.0 est disponible dès à présent, avec de nouveaux diagrammes, une flexibilité encore accrue, une bibliothèque de plans expérimentaux agrandie, et beaucoup d'autres nouvelles fonctionnalités. Le progiciel peut être utilisé aussi bien pour optimiser des expériences de laboratoire que des procédés de production. STAVEX a par exemple été utilisé dans des projets aussi divers que :

- l'analyse de la vitesse de dissolution de préparations retard
- la maximisation du rendement dans des synthèses chimiques ou biotechnologiques
- l'optimisation de la formulation de comprimés
- le thermo soudage de blisters pour comprimés
- l'identification des composants de mélange clés dans la production d'adhésifs.

© AICOS Technologies SA 2005