

Etude scientifique

Application de la MSPC (Multivariate Statistical Process Control) pour la supervision d'un procédé industriel en chimie

La Maîtrise Statistique des Procédés (MSP / SPC Statistical Process Control) permet le contrôle statistique de tout type de processus, via le suivi de quelques variables d'intérêt, et permet entre autres la détection d'anomalies dans un procédé.

Elle est toutefois insuffisante lorsque l'on considère des procédés industriels, pour lesquels il est nécessaire de surveiller de nombreux paramètres simultanément.

Pour ce type d'analyse, la MSPC (Multivariate Statistical Process Control) est une meilleure alternative. En effet, cette méthode permet le suivi de tous les paramètres, ainsi que de données spectrales, pour une surveillance exhaustive et simplifiée du procédé. Elle permet par ailleurs de prendre en compte la structure de corrélation et les interactions entre les diverses variables. Les différentes applications de cette méthodologie vont de la compréhension du procédé (process understanding), à l'optimisation, la supervision (monitoring) et le contrôle des procédés.

Dans cet article, la MSPC est appliquée à la supervision d'un procédé industriel continu de production de produits chimiques (2. Application de la MSPC).

La méthodologie de mise en œuvre de cette technique est ensuite détaillée (4. La méthode MSPC).

1	Introduction	2
2	Application de la MSPC	2
	2.1 <i>Echantillons et spectres</i>	2
	2.2 <i>Méthodologie</i>	2
3	Construction du modèle MSPC et résultats	2
	3.1 <i>Tri des données par campagne</i>	2
	3.2 <i>Prétraitement des spectres</i>	3
	3.3 <i>Compression des données</i>	3
	3.4 <i>Identification du jeu de calibration</i>	4
	3.5 <i>Construction du modèle MSPC</i>	4
	3.6 <i>Résultats</i>	5
	3.7 <i>Conclusion</i>	5
4	La méthode MSPC	5
	4.1 <i>Qu'est-ce que la MSPC ?</i>	5
	4.2 <i>Méthodologie de mise en œuvre</i>	5
	4.3 <i>Calcul des limites</i>	6
5	Implémentation logicielle	6
6	Remerciements	6
7	Références scientifiques	6

1 Introduction

La société Elkem est un acteur majeur dans le domaine de la chimie, et plus particulièrement pour la production de matériaux avancés à base de silicone.

Afin d'améliorer la qualité de leurs produits et l'efficacité d'un de leurs procédés semi-continu de fabrication de polymères silicones, la MSPC est en cours d'implémentation dans l'une de leurs usines. Cette méthode permet de contrôler un procédé continu ou semi-continu, et ainsi d'intervenir dès qu'une dérive ou une anomalie est détectée, sans attendre la fin de la production.

2 Application de la MSPC

2.1 Echantillons et spectres

Elkem utilise un spectromètre et une sonde Raman, modèle Kaiser RXN4, pour le suivi en ligne d'un procédé de production de polymère silicone. L'acquisition des spectres (Figure 2) est réalisée entre le réacteur et l'étape de traitement du produit (Figure 1), à une fréquence de 3 minutes.

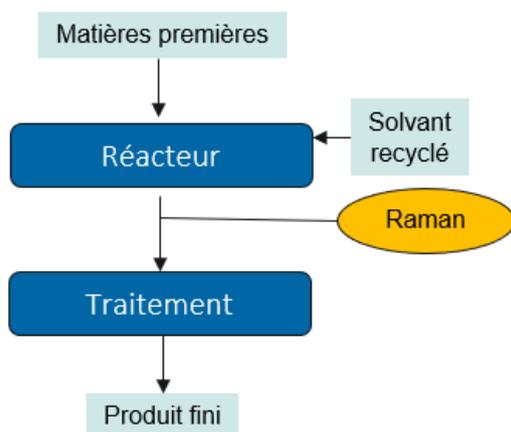


Figure 1 : Schéma du procédé

Le jeu de données est constitué de 28 campagnes de production. Les campagnes durent entre un et trois jours, permettant ainsi de collecter entre 500 et 1000 spectres par campagne.

Deux critères de qualité sont mesurés sur le produit fini obtenu.

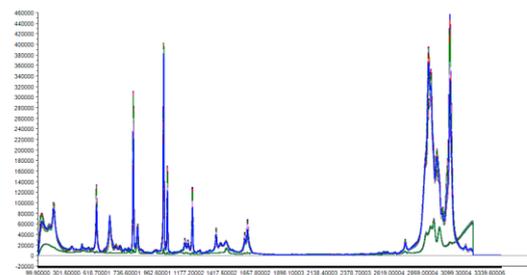


Figure 2: Spectres bruts obtenus sur une campagne

2.2 Méthodologie

Les données doivent être soigneusement préparées pour pouvoir être utilisées dans le modèle MSPC de calibration. Les zones non informatives des spectres – bien visibles Figure 2, parties plates du spectre – sont supprimées. Plusieurs étapes sont ensuite nécessaires :

1. Dans un premier temps, les spectres bruts bruités ou trop différents sont supprimés du jeu de données de calibration à l'aide de modèles ACP (Analyse en Composantes Principales), campagne par campagne, en ayant pris soin d'en comprendre l'origine (C.f. 3.1).
2. Dans un second temps, des prétraitements spectraux sont mis en œuvre, afin de réduire les effets de diffusion Rayleigh et autres artefacts (C.f. 3.2).
3. Ensuite, une compression des données est réalisée, permettant de réduire les temps de calcul sans perdre l'information contenue dans les spectres (C.f. 3.3).
4. Finalement, le lot de calibration final est déterminé à l'aide des campagnes considérées comme « normales » grâce à des critères qualité mesurés sur le produit fini (C.f. 3.4).

3 Construction du modèle MSPC et résultats

3.1 Tri des données par campagne

Une ACP est réalisée sur chaque campagne individuellement, afin de supprimer les spectres acquis en début et fin de campagne, qui ne reflètent pas la marche « normale » du procédé.

Pour supprimer ces spectres, on utilise les graphiques des scores de l'ACP en fonction du

temps. On obtient des graphiques en ligne, permettant de sélectionner facilement les débuts et fins de campagnes (Figure 3). Si nécessaire, on peut vérifier la sélection réalisée via un graphique de visualisation de l'ACP plus classique, présentant la 1^{ère} composante principale obtenue vs la 2^{ème} (Figure 4).

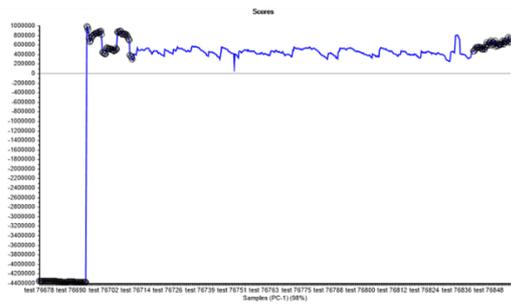


Figure 3 : Sélection des acquisitions en début et fin de campagne - PC1 vs temps

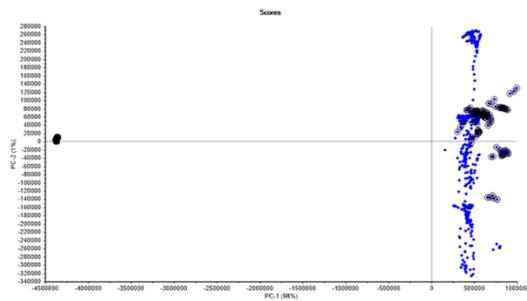


Figure 4 : Sélection des acquisitions en début et fin de campagne - PC1 vs PC2

3.2 Prétraitement des spectres

Certaines campagnes présentent d'importants effets de diffusion Rayleigh et autres artefacts. Cela se traduit par une variation importante des intensités à une même longueur d'onde, et peut ainsi masquer les informations recherchées dans le produit mesuré.

Il est donc nécessaire de mettre en œuvre un prétraitement afin de réduire ou d'éliminer cet effet de ligne de base. Un prétraitement de dérivée 1^{ère} de Savitzky-Golay (SG) a été appliqué.

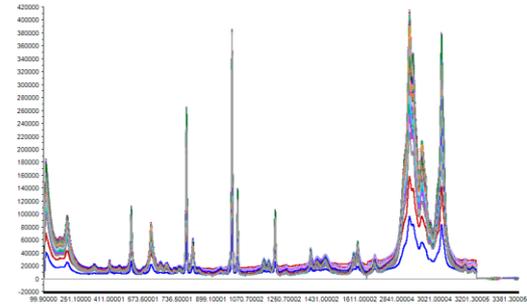


Figure 5 : Spectres bruts

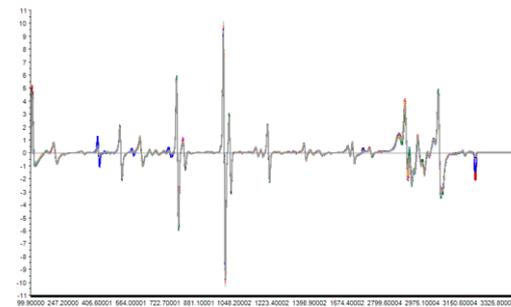


Figure 6 : Spectres avec prétraitement dérivée 1^{ère} SG

3.3 Compression des données

L'analyse de procédés en continu génère un volume très important de données. En outre, dans le cas de spectromètres avec une résolution fine, comme c'est le cas ici, le nombre de points de chaque spectre peut se révéler également très important.

Pour un gain de temps de calcul et de stockage (mémoire machine), il est donc utile de compresser les spectres. La technique du « binning » a été mise en œuvre.

Cette méthode permet une réduction de la dimension des spectres, à l'aide d'un intervalle, ou fenêtre. Les valeurs contenues dans la fenêtre sont remplacées par une valeur unique, représentative de cette fenêtre. Ici, la valeur du centre de la fenêtre est remplacée par la moyenne des points présents dans la fenêtre choisie. Il est nécessaire de bien optimiser la taille de l'intervalle choisi, afin de réduire efficacement les dimensions spectrales sans perdre d'information critique. La visualisation des spectres et le graphique des scores de l'ACP ont été utilisés pour optimiser la taille de la fenêtre, par comparaison des résultats avant et après compression.

Une fenêtre de « binning » de 12 points a été choisie, permettant de réduire le nombre de

nombre d’ondes de plus de 11 000 à 633, sans pour autant perdre d’informations essentielles. La visualisation des spectres avant compression (Figure 6) et après compression (Figure 7) est satisfaisante.

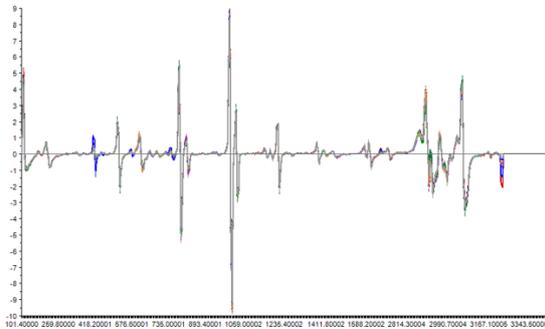


Figure 7 : Spectres prétraités après compression

3.4 Identification du jeu de calibration

L’étape la plus importante de la construction d’un modèle MSPC est la définition du jeu de calibration. Il s’agit de l’identification des lots considérés comme « normaux » : ils sont notés NOC – *Normal Operating Conditions*. Une sélection est également effectuée parmi les observations de ces lots NOC.

- En premier lieu, les critères qualité disponibles des lots sont étudiés. Une corrélation est constatée entre les deux critères. La zone choisie est donc restreinte afin d’en tenir compte. La Figure 8 montre la zone retenue pour les lots NOC, en vert, par rapport aux spécifications usine, en bleu. On note bien ici l’intérêt de travailler en « spécifications multivariées » plutôt qu’en spécifications classiques, paramètre par paramètre, c’est-à-dire de façon univariée.



Figure 8 : Sélection des lots NOC - en vert - à l’aide de la corrélation entre les critères et des spécifications - en bleu

- Dans un second temps, la sélection effectuée via les critères de qualité est vérifiée à l’aide de l’information spectrale. Un modèle ACP est réalisé sur l’ensemble des lots disponibles,

après prétraitement des spectres et compression.

- Enfin, des modèles ACP sont réalisés sur les lots retenus pour le jeu de calibration seulement. Tous les échantillons apparaissant comme atypiques, correspondant à nouveau aux débuts et fins de lots, sont supprimés. Après chaque suppression, les modèles ACP sont recalculés, et les outliers visibles sur les graphiques des scores sont supprimés. Cette étape est répétée autant de fois que nécessaire.

3.5 Construction du modèle MSPC

La sélection finale des lots NOC nettoyés constitue le jeu de calibration. Un modèle ACP est calculé sur ce jeu de calibration, et forme ainsi le modèle MSPC.

Une fois le nombre de composantes choisi, deux distances multivariées et leurs limites statistiques sont calculés : les résidus et le T^2 de Hotelling. Les résultats sont satisfaisants car peu d’observations en calibration sont en dehors des limites statistiques, même si une certaine variabilité est observée selon les lots (Figure 9 et Figure 10).

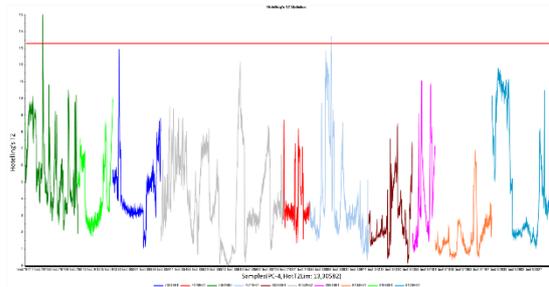


Figure 9 : T^2 de Hotelling – limite à 1% - jeu de calibration

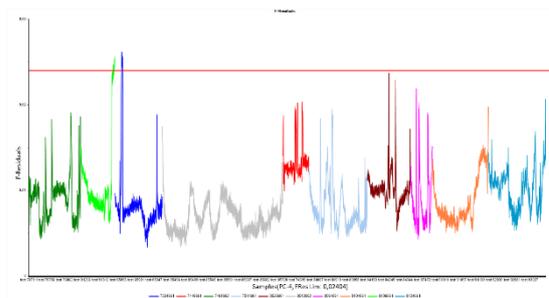


Figure 10 : Résidus F - limite à 1% - jeu de calibration

3.6 Résultats

Les lots n'étant pas retenus dans le jeu de calibration sont considérés comme « *Out Of Specifications* » (OOS). Ces observations constituent l'équivalent d'un jeu de test : ils sont projetés dans le modèle MSPC final afin de vérifier la performance du modèle.

L'utilisation des deux cartes de contrôles multivariées, T^2 de Hotelling et résidus F, est complémentaire, et permet de détecter les périodes pendant lesquelles le process a potentiellement dévié.

La projection d'un lot complet (début et fin de lot conservés) dans le modèle MSPC permet de bien identifier les différentes phases de la production – Figure 11 et Figure 12. Le lot testé a subi une interruption de production, bien détectable en sus des phases de début et de fin de production. Le modèle MSPC identifie donc efficacement les anomalies de la production.

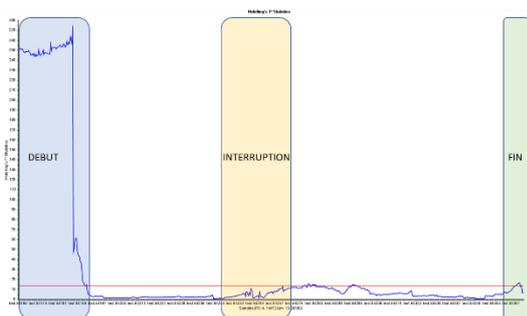


Figure 11 : T^2 de Hotelling - test sur un lot complet

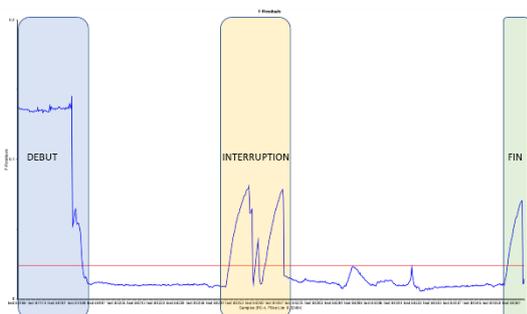


Figure 12 : Résidus F – test sur un lot complet

3.7 Conclusion

Un modèle MSPC a été construit sur un jeu de calibration après une sélection minutieuse d'échantillons représentatifs du procédé lorsqu'il est stable. Les débuts et fins de lots, plus variables, sont supprimés, puis des lots correspondants aux spécifications sont choisis comme NOC, en tenant compte des critères qualité et de leurs corrélations.

Le modèle ainsi construit permet une surveillance en temps réel du procédé, et détecte avec succès les anomalies : les débuts et fins de lots sont bien identifiés, ainsi que les éventuelles interruptions de production.

4 La méthode MSPC

4.1 Qu'est-ce que la MSPC ?

La MSPC est l'application de méthodes statistiques multivariées dans le but d'analyser un procédé, comprenant la mesure de plusieurs variables, éventuellement corrélées entre elles.

Cette technique permet de combiner des informations simples telles que des données de température ou de pression par exemple, avec des données complexes telles que des spectres. Le procédé peut ainsi être suivi en continu, les dérives et anomalies identifiées, et les corrections nécessaires réalisées rapidement.

Pour ce faire, les dimensions des données sont réduites, généralement à l'aide de modèles ACP, afin d'obtenir simplement quelques critères de contrôle – les résidus par exemple. La surveillance du procédé en temps réel est ainsi simplifiée.

4.2 Méthodologie de mise en œuvre

Les étapes de la construction d'un modèle MSPC sont :

- L'analyse exploratoire de chaque paramètre du procédé indépendamment
- Une analyse exploratoire multivariée des paramètres, généralement à l'aide d'une Analyse en Composantes Principales (ACP)
- La sélection des observations NOC – Normal Operating Conditions –, représentant le procédé lorsqu'il est stable. Elles servent de référence.
- La construction d'un modèle ACP sur ces seules observations NOC. Le choix des composantes doit être optimisé. On

observe par ailleurs les graphiques des scores, mais également les cartes de contrôle multivariées du T^2 de Hotelling et des résidus F.

- Enfin, les observations d'un jeu de test sont projetées dans le modèle MSPC construit.

4.3 Calcul des limites

Une sélection adéquate des observations NOC est essentielle afin que le modèle soit capable de détecter des anomalies : ces observations permettent de calculer les limites de contrôle des cartes de contrôle des résidus et du T^2 de Hotelling.

On a ainsi pour chaque échantillon (spectre ici) :

$$T^2 = (\mathbf{x} - \boldsymbol{\tau})' \mathbf{S}^{-1} (\mathbf{x} - \boldsymbol{\tau})$$

Avec \mathbf{x} le spectre considéré, $\boldsymbol{\tau}$ le spectre moyen des observations NOC, et \mathbf{S}^{-1} la matrice de variances-covariances des observations NOC.

La limite de contrôle supérieure pour le T^2 de Hotelling (*Upper Control Limit*, UCL) est :

$$UCL_{T^2} = \frac{(m-1)(m+1)p}{m(m-p)} F_{1-\alpha, p, m-p}$$

Avec m le nombre d'échantillons NOC, p le nombre de variables, et α le risque.

En réalité, les variables p sont la plupart du temps fortement corrélées entre elles. Le calcul du T^2 de Hotelling s'effectue donc sur les scores d'une ACP, et les résidus constituent donc la partie complémentaire, non modélisée dans l'ACP.

5 Implémentation logicielle

Pour permettre un suivi de procédé en continu, plusieurs solutions logicielles existent :

- Camo Analytics : Unscrambler® pour le développement des modèles, puis Process Pulse® II pour le suivi en temps réel – tous les graphiques présentés dans cet article sont issus du logiciel Unscrambler.
- EigenVector Research Inc : PLS_Toolbox® ou SOLO® pour le développement des modèles, puis Solo_Predictor pour l'implémentation en temps réel

- Umetrics : SIMCA® pour le développement des modèles, puis SIMCA-online® pour le suivi en temps réel.

6 Remerciements

La plateforme d'innovation collaborative Axel'One à Lyon a financé cette étude scientifique.

7 Références scientifiques

Tracy, N. D., J. C. Young, et al. (1992). *Multivariate control charts for individual observations*. Journal of Quality Technology 24: 88-95.

Montgomery, D. C. (1997). *Multivariate quality control*. Introduction to statistical quality control. New York, John Wiley & Sons Inc.: 360-373.