

---

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

---

Université Ziane Achour de Djelfa

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Génie Civil



جامعة زيان عاشور بالجلفة

كلية العلوم والتكنولوجيا

قسم الهندسة المدنية

---

Polycopié de:

# Cours de La Méthode des Plans d'Expériences

Master 2 Matériaux en Génie Civil

Rédigé par:

Dr. Tarek HADJI

**Année Universitaire: 2025-2026**

## Avant-propos

La méthode des plans d'expériences, ou *Design of Experiments (DoE)*, constitue aujourd'hui un pilier essentiel dans la conduite des essais scientifiques et techniques, en particulier dans les domaines liés aux matériaux de construction. Elle permet non seulement d'optimiser les ressources expérimentales, mais aussi de mieux comprendre les interactions complexes entre les paramètres influençant le comportement des matériaux. Ce polycopié s'adresse aux étudiants du *Master 2 Génie Civil, spécialité Matériaux en génie civil*, et vise à leur fournir une formation structurée et progressive à cette méthode, en lien direct avec les besoins de la recherche appliquée et de l'ingénierie.

Le **Chapitre I** introduit les fondements de la méthode des plans d'expériences. Il retrace l'évolution des stratégies expérimentales, définit les objectifs des plans, et souligne leur importance dans la compréhension des phénomènes, la réduction des essais, l'identification des facteurs influents, et l'optimisation dans un contexte industriel. Ce chapitre place ainsi le DoE comme un levier stratégique pour améliorer la compétitivité et la qualité des matériaux en génie civil.

Le **Chapitre II** s'attache à poser les bases terminologiques et conceptuelles : les notions de réponse (Y), de facteurs (X), d'interactions, d'espace expérimental et de surface de réponse sont introduites. Les bases de la modélisation mathématique et du système d'équations utilisé par l'expérimentateur sont également abordées, afin de préparer à la formalisation des phénomènes étudiés.

Le **Chapitre III** approfondit la modélisation de la réponse expérimentale. On y explore le concept de surface de réponse, les critères de sélection du plan adapté, l'estimation des coefficients de régression et les méthodes d'optimisation des conditions expérimentales. La validation du modèle et la vérification des prédictions complètent cette démarche rigoureuse.

Le **Chapitre IV** constitue le cœur méthodologique du document. Il présente les différents types de plans d'expériences : des plans factoriels complets à deux niveaux aux plans fractionnaires, en passant par les plans de Plackett-Burman, les tableaux de Taguchi, les plans à plusieurs niveaux, les plans composites, les plans de Doehlert, Box-Behnken, les plans de mélange, et bien d'autres. Chaque catégorie de plan est illustrée par des cas d'usage

pertinents au domaine des matériaux, avec une attention particulière portée à leur construction et à leur interprétation.

Le **Chapitre V** introduit des notions de statistiques fondamentales appliquées aux plans d'expérience. L'erreur expérimentale, la moyenne, la variance, l'écart type, ainsi que les concepts de population, échantillon, degré de liberté et transmission des erreurs y sont abordés. Ces éléments permettent d'ancrer la démarche expérimentale dans un cadre rigoureux d'analyse des données.

Le **Chapitre VI** se concentre sur la signification statistique des résultats issus de la régression. Les tests F et t, l'interprétation du coefficient de détermination  $R^2$ , ainsi que l'analyse des résidus permettent d'évaluer la robustesse des modèles obtenus.

Le **Chapitre VII** présente les logiciels les plus couramment utilisés pour la mise en œuvre des plans d'expériences. Design-Expert®, Minitab, JMP, Statgraphics, DOE++, ainsi que R (et ses packages spécialisés comme DoE.base, FrF2, rsm) sont introduits, avec un focus sur leurs fonctionnalités, leurs étapes d'utilisation, ainsi que leurs avantages et limites.

Le **Chapitre VIII** propose plusieurs *exemples pratiques* d'application dans le contexte du génie civil. On y trouve des études concrètes telles que l'optimisation d'un ciment équilibré, la formulation d'un béton à haute résistance, ou encore l'effet de la pouzzolane et du calcaire broyé sur les propriétés des bétons à hautes performances. Ces exemples guident l'étudiant dans la mise en œuvre complète d'un plan d'expérience, de la définition des objectifs jusqu'à l'interprétation des résultats via un logiciel spécialisé.

Ce document se veut avant tout un *guide pratique et pédagogique*. Il ne prétend pas à l'exhaustivité : la méthode des plans d'expériences est un domaine *vaste, en constante évolution*, et riche en approches méthodologiques et applications spécifiques. Ce support constitue donc une *introduction structurée*, qui permettra à l'étudiant d'acquérir les bases nécessaires avant d'approfondir, selon ses besoins ou son domaine d'étude, les aspects plus avancés de la conception expérimentale.

## Liste des Figures

Figure 1. Domaine et niveaux d'un facteur	21
Figure 2. Domaine expérimental en cas de deux facteurs	22
Figure 3. Point expérimental	22
Figure 4. Points expérimentaux choisis par l'expérimentateur	23
Figure 5. Surface de réponse	23
Figure 6. L'emplacement des points d'expérience	31
Figure 7. L'emplacement des points choisis pour un plan fractionnaire $2^3$	34
Figure 8. Plan de carré latin	40
Figure 9. Plan composite de 2 facteurs	42
Figure 10. Plan de Doehlert	43
Figure 11. Plan non conventionnel	46
Figure 12. Présentations des mélanges à trois constituants	48
Figure 13. Plan de mélange ne comportant que les trois produits purs Présentations des mélanges à trois constituants	48
Figure 14. Plan de mélanges en réseaux (Simplex lattice designs) comportant les trois produits purs et les mélanges $1/3, 2/3$ et $1/3, 1/3, 1/3$ ce plan est noté $\{3,3\}$	49
Figure 15. Plan de mélange centré	49
Figure 16. Plan de mélange centré augmenté	50
Figure 17. Résidus VS réponses prévues	59
Figure 18. Schéma du montage de mesure avec le cône d' Abrams	64
Figure 19. Introduction des réponses et des facteurs	68
Figure 20. Menu déroulant permettant, entre autres, de déplacer une ou plusieurs lignes	69
Figure 21. Le plan « Ciment_MT.jump » réorganisé pour correspondre au Tableau 11	70
Figure 22. Les résultats des essais sont entrés dans les colonnes des réponses	72
Figure 23. Le tableur est prêt pour réaliser les calculs	73
Figure 24. La fenêtre de modélisation est remplie	74
Figure 25. Coefficients du modèle de la réponse Plasticité	75
Figure 26. Coefficients du modèle de la réponse Vitesse de prise	76

<i>Figure 27. P-value : affaissement</i>	80
<i>Figure 28. Profileur de prévision</i>	80
<i>Figure 29. Désirabilité maximale : affaissement</i>	81
<i>Figure 30. P-value : Rc28</i>	82
<i>Figure 31. Profileur de prévision : Rc28</i>	82
<i>Figure 32. La substitution du ciment par les ajouts minéraux</i>	83
<i>Figure 33. Position des 21 Formulations selon le dosage en CP, LF et PF</i>	85
<i>Figure 34. Cs mesurées VS Cs prévues à 7, 28 et 90 jours</i>	90
<i>Figure 35. Résidus VS Cs prévus à 7, 28 et 90 jours</i>	90
<i>Figure 36. Fs mesurées VS Fs prévues à 7, 28 et 90 jours</i>	92
<i>Figure 37. Résidus VS Fs prévues à 7, 28 et 90 jours</i>	93
<i>Figure 38. Résidus Vs. affaissements prévus</i>	94
<i>Figure 39. Affaissements mesurés Vs. affaissements prévus</i>	94
<i>Figure 40. Courbes iso réponses de Cs7 et Fs7</i>	95
<i>Figure 41. Courbes iso réponses de Cs28 et Fs28</i>	95
<i>Figure 42. Courbes iso réponses de Cs90 et Fs90</i>	96
<i>Figure 43. Courbes iso réponses de Aff</i>	96
<i>Figure 44. Profileur de prédiction de Fs7</i>	97
<i>Figure 45. Profileur de prédiction de Fs28</i>	98
<i>Figure 46. Profileur de prédiction de Fs28</i>	99
<i>Figure 47. Profileur de prédiction de Cs7</i>	99
<i>Figure 48. Profileur de prédiction de Cs28</i>	100
<i>Figure 49. Profileur de prédiction de Cs90</i>	101
<i>Figure 50. Profileur de prédiction d’AFF</i>	101

## **Liste des Tableaux**

<i>Tableau 1. Plan d'expérience</i>	31
<i>Tableau 2. Plan d'expérience et résultats expérimentaux</i>	32
<i>Tableau 3. Plan d'expérience du plan fractionnaire 25-2</i>	35
<i>Tableau 4. Nombre maximum de facteurs étudiés sur un plan de base donné</i>	38
<i>Tableau 5. Plan de Box- Behnken pour 3 facteurs</i>	44
<i>Tableau 6. Plan hybride 311B</i>	44
<i>Tableau 7. Plans de mozzo pour 2,3 ou 4 facteurs</i>	45
<i>Tableau 8. Analyse de la variance</i>	56
<i>Tableau 9. Sites internet des Principaux logiciels des plans d'expérience</i>	60
<i>Tableau 10. Facteurs retenus et domaine d'étude</i>	66
<i>Tableau 11. Plan d'expériences pour l'étude« Un ciment équilibré</i>	67
<i>Tableau 12. Résultats du plan d'expériences« Ciment ».</i>	70
<i>Tableau 13. Valeurs des paramètres</i>	77
<i>Tableau 14. Tableau d'expérimentation</i>	77
<i>Tableau 15. Dosages des différentes formulations</i>	78
<i>Tableau 16. Matrice des effets et interactions en variables codés</i>	78
<i>Tableau 17. Résultats</i>	79
<i>Tableau 18. Résultats des formulations 9 et 10</i>	79
<i>Tableau 19. Estimation des coefficients : affaissement</i>	79
<i>Tableau 20. Estimation des coefficients : Rc28</i>	81
<i>Tableau 21. Les valeurs des facteurs en variables codées</i>	84
<i>Tableau 22. Compositions étudiées</i>	86
<i>Tableau 23. Les résultats mesurés des compositions étudiées</i>	87
<i>Tableau 24. Estimation des paramètres des modèles des réponses étudiées</i>	89
<i>Tableau 25. Matrice d'expériences</i>	103
<i>Tableau 26. Résultats des mesures</i>	104
<i>Tableau 27. ANOVA pour fc28</i>	105
<i>Tableau 28. Facteurs étudiés</i>	107

<i>Tableau 29. Matrice d'expériences</i>	<i>108</i>
<i>Tableau 30. Résultats des mesures</i>	<i>109</i>
<i>Tableau 31. ANOVA pour fc28</i>	<i>110</i>
<i>Tableau 32. ANOVA pour slump</i>	<i>111</i>

## ***Table des matières***

<b>Avant-propos</b>	<b>II</b>
Liste des Figures	IV
Liste des Tableaux	VI
<b>Chapitre I: Introduction à la Méthode des Plans d'Expériences</b>	<b>13</b>
I.1. Introduction	13
I.2. L'évolution des stratégies expérimentales et la conception d'expériences	14
I.3. Le rôle de la Conception d'Expériences	14
I.4. Objectif des Plans d'Expérience	15
I.4.1. Définition et Importance	15
I.4.2. Approche Méthodique et Systématique	15
I.4.3. Avantages Clés	15
I.5. Applications Pratiques	15
I.6. Optimisation des Essais : Réduire pour Mieux Comprendre	16
I.7. Identifier et Quantifier les Effets des Variables	16
I.8. Productivité et Optimisation dans le Contexte Industriel	17
I.9. Conclusion : Un Outil Incontournable pour la Compétitivité	17
<b>Chapitre II : Terminologie et Concepts de Base</b>	<b>19</b>
II.1. La Réponse (Y)	19
II.2. Les Facteurs (X)	19
II.3. Interaction entre Facteurs	20
II.4. Notion d'espace expérimental	21
II.5. Notion de surface de réponse	23
II.6. Notion de modélisation mathématique	23
II.7. Le modèle de l'expérimentateur	24
II.8. Système d'équations	24
<b>Chapitre III : Modélisation et Optimisation de la Réponse</b>	<b>26</b>
III.1. La Surface de Réponse MSR	26
III.1.1. Le Processus de MSR	27

<i>III.2. Sélection du Plan Expérimental Approprié</i>	27
<i>III.3. Estimation des Coefficients de Régression</i>	28
<i>III.3.1. Analyse et Validation du Modèle</i>	28
<i>III.3.2. Optimisation des Conditions Expérimentales</i>	28
<i>III.3.3. Vérification des Prédictions du Modèle</i>	29
<b>Chapitre IV: Types de Plans d'Expériences</b>	<b>30</b>
<i>IV.1. Plans factoriels complets a deux niveaux</i>	30
<i>IV.1.1. Plan à deux facteurs</i>	30
<i>IV.1.2. Plans factoriels à k facteurs à 2 niveaux</i>	32
<i>IV.2. Plans factoriels fractionnaires a deux niveaux 2k-q</i>	33
<i>IV.2.1. Notation des plans factoriels fractionnaires</i>	33
<i>IV.2.2. Application au plan factoriel fractionnaire 23-1</i>	33
<i>IV.2.3. Application au plan factoriel fractionnaire 25-2</i>	34
<i>IV.2.4. Construction pratique d'un plan fractionnaire</i>	36
<i>IV.2.5. Nombre maximum de facteurs étudiés sur un plan de base</i>	36
<i>IV.3. Autres plans a deux niveaux</i>	38
<i>IV.3.1. Objectifs des autres plans à deux niveaux</i>	38
<i>IV.3.2. Les plans de Plackett et Burmann</i>	39
<i>IV.3.3. Les tables de Taguchi</i>	39
<i>IV.4. Plans a plusieurs niveaux</i>	39
<i>IV.4. 1. Plans complets à trois niveaux</i>	40
<i>IV.4. 2. Carrés latins</i>	40
<i>IV.4. 3. Carrés gréco-latins</i>	40
<i>IV.4. 4. Carrés de Youden</i>	40
<i>IV.4. 5. Plans à niveaux mixtes</i>	40
<i>IV.4. 6. Les plans de second degré</i>	41
<i>IV.4. 7. Les plans composites</i>	41
<i>IV.4. 8. Les plans de Doehlert</i>	42
<i>IV.4. 9. Les plans de Box-Behnken</i>	43
<i>IV.4. 10. Les plans hybrides</i>	44
<i>IV.4. 11. Les plans de Mozzo</i>	45
<i>IV.4. 12. Les plans de D-optimaux</i>	45

<i>IV.4. 13. Les plans non conventionnels et leur éventuelle réparation</i>	45
<i>IV.5. Les plans de mélange</i>	46
<i>IV.5. 1. Contrainte fondamentale des mélanges</i>	47
<i>IV.5. 2. Représentation géométrique des mélanges</i>	47
<i>IV.5. 3. Modèles mathématiques des plans de mélanges</i>	50
<b>Chapitre V: Notions de statistiques appliquées aux plans d'expérience</b>	<b>52</b>
<i>V.1. Erreur expérimentale</i>	52
<i>V.1.1. Moyenne</i>	52
<i>V.1.2. Variance</i>	52
<i>V.1.3. Ecart type</i>	52
<i>V.2. Population</i>	53
<i>V.3. Echantillon</i>	53
<i>V.4. Degré de liberté (ddl)</i>	53
<i>V.5. Transmission des erreurs</i>	53
<b>Chapitre VI: La signification statistique de la régression</b>	<b>55</b>
<i>VI.1. Analyse de la variance (le test f)</i>	55
<i>VI.2. Le test t</i>	56
<i>VI.3. Coefficient de détermination R<sup>2</sup></i>	57
<i>VI.4. Analyse des résidus</i>	58
<b>Chapitre VII : Les logiciels de plans d'expériences</b>	<b>60</b>
<i>VII.1. Design-Expert©</i>	60
<i>VII.1.1. Fonctionnalités principales</i>	60
<i>VII.1.2. Étapes dans Design-Expert©</i>	61
<i>VII.1.3. Avantages et Limitations de l'utilisation de Design-Expert©</i>	62
<i>VII.2. Minitab</i>	62
<i>VII.3. JMP</i>	63
<i>VII.4. Statgraphics</i>	63
<i>VII.5. DOE++</i>	63
<i>VII.6. R (avec des packages dédiés comme DoE.base, FrF2, rsm)</i>	63
<b>Chapitre VIII : Exemples</b>	<b>64</b>
<i>VIII.1. Exemple1 : Un ciment équilibré</i>	64
<i>VIII.1. 1. Préparation du plan d'expérience</i>	64

VIII.1. 2. Objectif de l'étude	65
VIII.1. 3. Réponses	65
VIII.1. 4. Facteurs et domaine d'étude	65
VIII.1. 5. Choix du plan d'expériences	66
VIII.1. 6. Construction du plan avec le logiciel	66
VIII.1. 6. 1. Entrer les réponses et les facteurs	66
VIII.1. 7. Réalisation des essais	69
VIII.1. 8. Modélisation mathématique	70
VIII.1. 9. Interprétation du plan avec le logiciel	71
VIII.2. Exemple 2 : l'optimisation de la formulation d'un béton à haute résistance BHR	77
VIII.2.1. Niveaux des facteurs	77
VIII.2.2. Résultats et analyses	77
VIII. 3. Exemple 3 : Etude de l'effet de la pouzzolane naturelle et du calcaire broyés sur les propriétés physico-mécaniques des bétons à hautes performances	83
VIII. 3. 1. L'approche du plan de mélange	83
VIII. 3. 2. La formulation du BHP de base	85
VIII. 3. 3. Résultats et discussion	86
VIII. 3. 4. Modélisation de la résistance mécanique	87
VIII. 3. 5. Modélisation de L'affaissement	93
VIII. 4. Exemple 4 : Optimisation de la formulation d'un béton autoplaçant (BAP) à l'aide de la Méthode des Surfaces de Réponse (RSM)	102
VIII. 4. 1. Objectifs de l'étude	102
VIII. 4. 2. Méthodologie	102
VIII. 4. 2.1. Facteurs d'étude sélectionnés	102
VIII. 4. 2.2. Réponses mesurées	103
VIII. 4. 3. Plan d'expérience	103
VIII. 4. 3. 1. Choix du plan	103
VIII. 4. 3. 1. Matrice d'expériences	103
VIII. 4. 3. 2. Formulation de base (le point central)	104
VIII. 4. 3. Résultats expérimentaux	104
VIII. 4. 4. Modélisation mathématique	105
VIII. 4. 4. 1. Équations de régression (variables codées)	105

VIII. 4. 4. 2. Analyse de la variance (ANOVA) pour fc28	105
VIII. 4. 5. Analyse des résultats	106
VIII. 4. 5. 1. Effets principaux	106
VIII. 4. 6. Optimisation multi-réponses	106
VIII. 4. 6. 1. Critères d'optimisation	106
VIII. 4. 6. 3. Solutions optimales proposées	107
VIII. 5. Exemple 5 : Estimation des Effets des Paramètres : E/C, G/S et le dosage en Ciment sur les caractéristiques des Mortiers de Ciment	108
VIII. 5. 1. Paramètres d'étude et leurs niveaux	108
VIII. 5. 1.1. Facteurs étudiés	108
VIII. 5. 1.2. Variables étudiés	108
VIII. 5. 2. Domaine d'étude	108
VIII. 5. 2. Matrice d'expérience	108
VIII. 5. 3. Résultats des mesures	109
VIII. 5. 3. Modèles de prédiction	110
VIII. 5. 4. Analyse de la variance ANOVA	110
VIII. 5. 4. 1. Le modèle de fc28	110
VIII. 5. 4. 2. Le modèle slump	111
VIII. 5. 5. Analyse des effets	112
VIII. 5. 5.1. Les effets principaux (linéaires)	112
VIII. 5. 5.2. Les effets quadratiques	112
VIII. 5. 5.3. Les effets des interactions	113
<b>Références bibliographiques</b>	<b>114</b>

# Chapitre I: Introduction à la Méthode des Plans d'Expérience

## I.1. Introduction

Les procédés de fabrication modernes, ainsi que les expériences scientifiques en laboratoire, évoluent dans un environnement de plus en plus complexe, marqué par une multitude de variables dont les interactions influent directement sur les résultats finaux. Dans les secteurs industriels comme dans la recherche, cette complexité croissante rend cruciale la compréhension et la maîtrise de ces interactions, non seulement pour garantir la qualité des produits, mais également pour obtenir des résultats de recherche fiables et reproductibles. Ainsi, la gestion rigoureuse de cette complexité devient un levier essentiel dans la démarche scientifique et industrielle.

La complexité inhérente à ces procédés implique que chaque facteur peut affecter le résultat de manière distincte, souvent difficilement prévisible, et l'effet d'un facteur peut dépendre de celui d'un autre. Cette situation entraîne des défis majeurs en matière de modélisation et de contrôle des procédés. Par exemple, dans la fabrication de semi-conducteurs, où des variables comme la température, la pression et la composition chimique se combinent de manière complexe, une erreur dans l'un de ces paramètres peut compromettre la performance du produit final. De même, en laboratoire, une expérience qui étudie l'interaction entre un nouveau médicament et diverses variables biologiques (comme le pH ou la température corporelle) peut devenir inutilisable sans un cadre méthodologique robuste pour isoler et évaluer l'impact de chaque facteur.

Pour répondre à ces défis, les expérimentations scientifiques jouent un rôle central. Elles permettent de disséquer et de comprendre les phénomènes complexes en laboratoire ou sur les lignes de production, en fournissant des données précises pour établir des relations de cause à effet. Cependant, les expérimentations elles-mêmes ne sont véritablement efficaces que lorsqu'elles s'appuient sur des méthodologies rigoureuses et bien structurées. Sans une organisation minutieuse des essais et une analyse rigoureuse des résultats, les chercheurs s'exposent non seulement à des résultats incohérents, mais aussi à des modèles inefficaces, voire trompeurs, qui pourraient entraîner des erreurs coûteuses en production ou des biais dans les recherches.

C'est dans ce contexte que les plans d'expériences, ou *Design of Experiments* (DoE), deviennent indispensables. Cette méthodologie permet aux chercheurs et ingénieurs de planifier et d'organiser leurs essais de manière systématique, en tenant compte des interactions potentielles et en maximisant l'information obtenue tout en minimisant le nombre

d'essais nécessaires. En adoptant une approche structurée, le DoE offre la possibilité de mieux comprendre et maîtriser les processus complexes, en transformant des variables incertaines en éléments contrôlés et mesurables, contribuant ainsi à l'amélioration continue de la qualité des produits et de la validité des résultats de recherche.

## **I.2. L'évolution des stratégies expérimentales et la conception d'expériences**

Il n'y a pas si longtemps, le principe fondamental de l'expérimentation reposait sur l'idée de faire varier un seul facteur à la fois, en maintenant toutes les autres variables constantes. Cette approche, bien que simple et rassurante en apparence, menait souvent à des résultats médiocres et limités. Au fil du temps, les chercheurs ont démontré que la variation simultanée de plusieurs facteurs, lorsqu'elle est réalisée selon des règles méthodologiques précises, permet d'obtenir des résultats plus fiables et plus riches en informations. Cette leçon se concentre sur ces règles et sur la manière de les appliquer efficacement.

Dans les études expérimentales multiparamétriques, le nombre de variables impliquées peut être très important. Les stratégies traditionnelles, souvent informelles et non structurées, se révèlent alors inefficaces et produisent des résultats difficiles à interpréter et à exploiter. Afin d'optimiser l'organisation des expériences et de maximiser la valeur des résultats obtenus, les scientifiques ont recours à des méthodologies systématiques telles que la Conception d'Expériences (Design of Experiments, DOE).

## **I.3. Le rôle de la Conception d'Expériences**

Le principe fondamental du DOE consiste à étudier de manière stratégique des points spécifiques dans le domaine expérimental afin de mieux comprendre l'ensemble du phénomène physique étudié. L'un des défis majeurs de cette méthodologie est la sélection optimale de ces points d'étude, qui doit permettre de couvrir efficacement le domaine tout en réduisant le nombre d'expériences nécessaires.

Dans le milieu industriel, la connaissance et l'application de la DOE sont devenues essentielles pour améliorer la qualité des produits et des procédés, tout en réduisant le temps de développement. En effet, la méthodologie DOE permet aux chercheurs d'extraire un maximum d'informations avec un minimum d'efforts expérimentaux. Parmi les avantages les plus reconnus de la DOE, on peut citer :

*Efficacité* : Seules les expériences les plus essentielles sont réalisées, ce qui réduit considérablement le nombre d'essais inutiles et permet d'économiser du temps et

des ressources.

*Précision* : Pour un effort expérimental donné, la méthodologie garantit la plus haute précision possible des résultats, grâce à une meilleure planification des essais et à une analyse statistique rigoureuse.

*Compréhension des Interactions* : La DOE permet d'identifier et d'analyser les interactions entre différents facteurs, offrant ainsi une compréhension plus profonde de l'influence de chacun sur le système global.

En résumé, l'utilisation d'un modèle mathématique postulé ou a priori dans le cadre de la DOE permet de prédire le comportement d'un système dans un domaine donné sans avoir à réaliser un nombre excessif de tests. Ce modèle, élaboré à partir de principes théoriques et validé par quelques essais clés, devient un outil puissant pour simuler, optimiser et contrôler les processus industriels, tout en minimisant les coûts et en accélérant le développement.

## **I.4. Objectif des Plans d'Expérience**

### **I.4.1. Définition et Importance**

Les plans d'expérience, ou *Design of Experiments* (DoE), constituent une méthodologie statistique sophistiquée conçue pour organiser et structurer les essais de manière optimale. Leur principal objectif est de réduire le nombre d'expériences nécessaires tout en maximisant la quantité et la qualité des informations obtenues.

### **I.4.2. Approche Méthodique et Systématique**

Le DoE offre un cadre rigoureux qui permet d'étudier de manière simultanée et précise l'influence de plusieurs variables sur la réponse étudiée. Cette méthodologie aide à comprendre les interactions complexes entre ces variables et leur impact global, offrant ainsi des conclusions claires et exploitables.

### **I.4.3. Avantages Clés**

Parmi les nombreux atouts du DoE, l'un des plus significatifs est la capacité de tirer des résultats fiables tout en limitant le nombre d'expériences. Cette optimisation permet de réaliser des économies en termes de temps et de ressources, et soutient une prise de décision éclairée dans divers contextes.

## **I.5. Applications Pratiques**

Les plans d'expérience trouvent des applications dans des secteurs variés,

notamment :

*Recherche scientifique* : où une analyse approfondie et précise est essentielle ;

*Développement de produits* : pour tester et améliorer les performances des produits ;

*Amélioration des procédés industriels* : afin de garantir l'efficacité et la qualité des opérations.

## **I.6. Optimisation des Essais : Réduire pour Mieux Comprendre**

La réduction des essais expérimentaux représente un enjeu majeur en recherche scientifique et en génie industriel, où chaque essai mobilise des ressources matérielles, humaines et temporelles considérables. La méthodologie du Design of Experiments (DoE) constitue une réponse efficace à cette problématique en proposant des plans d'expérimentation optimisés, permettant de diminuer significativement le nombre d'essais tout en obtenant des informations cruciales sur les interactions et les effets des variables étudiées.

Par exemple, dans l'industrie pharmaceutique, cette approche prend une importance particulière. Le développement de médicaments implique d'évaluer des milliers de combinaisons potentielles d'ingrédients actifs, d'excipients et de conditions de traitement, ce qui rend les tests exhaustifs non seulement coûteux mais aussi chronophages. Grâce au DoE, il devient possible d'identifier rapidement les combinaisons les plus prometteuses, de modéliser les interactions complexes et de prédire les performances des formulations, tout en réduisant les essais superflus. Cette optimisation non seulement accélère le processus de développement, mais contribue également à une meilleure gestion des ressources, tout en maintenant des résultats fiables et scientifiquement robustes. En combinant rigueur méthodologique et efficacité, le DoE s'impose comme un outil incontournable pour relever les défis de la recherche moderne et de l'innovation industrielle.

## **I.7. Identifier et Quantifier les Effets des Variables**

Le DoE met en avant l'identification et l'analyse des effets principaux ainsi que des interactions entre différentes variables influentes. Ces variables, qu'elles soient quantitatives (telles que la température, la pression ou le pH) ou qualitatives (comme le type de matériau ou la couleur), peuvent être étudiées simultanément pour évaluer leur impact sur une réponse cible. Cette approche permet de comprendre les relations complexes entre les paramètres, contribuant ainsi à une optimisation plus précise et efficace.

Un exemple frappant se trouve dans l'industrie automobile, où le développement de moteurs nécessite la prise en compte de multiples paramètres de contrôle, tels que la

composition du carburant, la pression d'injection et la température de combustion. Ces facteurs influencent directement les performances en termes de puissance, d'efficacité énergétique et d'émissions polluantes. Grâce au DoE, les ingénieurs peuvent identifier les paramètres les plus critiques, comprendre leurs interactions, et ajuster ces variables pour atteindre un équilibre optimal entre performance, durabilité et conformité environnementale. Cette méthodologie accélère les processus de conception tout en garantissant des résultats fiables et innovants.

### **I.8. Productivité et Optimisation dans le Contexte Industriel**

Dans un environnement industriel de plus en plus compétitif, où l'efficacité opérationnelle et la maîtrise des coûts sont des impératifs, le Design of Experiments (DoE) s'impose comme un outil stratégique. En proposant des plans d'essais optimisés, le DoE permet de réduire significativement le nombre d'expériences nécessaires pour atteindre les objectifs fixés, tout en garantissant la précision et la qualité des résultats obtenus. Cette réduction se traduit par une économie substantielle en ressources financières, humaines et matérielles, ce qui est essentiel dans des secteurs où chaque test représente un coût élevé.

Au-delà de l'aspect économique, le DoE contribue à améliorer la stabilité des processus industriels. En identifiant et en contrôlant les facteurs influents, il aide à réduire la variabilité des procédés, garantissant ainsi une uniformité accrue dans la production. Cela permet non seulement d'assurer une qualité constante des produits, mais également de prévenir les écarts ou les défaillances qui pourraient compromettre la satisfaction des clients ou la conformité aux normes.

Un exemple concret de l'application du DoE se trouve dans l'industrie agroalimentaire, où l'innovation et la sécurité sont primordiales. Lors de la mise au point de nouveaux produits, le DoE offre la possibilité de tester de nombreuses combinaisons d'ingrédients et de paramètres pour optimiser des propriétés telles que la texture, le goût et la durée de conservation. Par exemple, dans la formulation d'un yaourt, les interactions entre les types de cultures bactériennes, les quantités de sucre et les conditions de fermentation peuvent être étudiées simultanément pour identifier la meilleure composition. En outre, le DoE aide à ajuster les proportions et les paramètres de fabrication pour produire des lots homogènes, minimisant les variations d'un lot à l'autre, même à grande échelle.

### **I.9. Conclusion : Un Outil Incontournable pour la Compétitivité**

Le Design of Experiments (DoE) s'affirme comme un outil essentiel dans les secteurs industriels et la recherche, offrant une méthodologie puissante pour relever les défis liés à la

complexité croissante des procédés modernes. En structurant et en optimisant les expérimentations, le DoE permet de mieux comprendre les interactions complexes entre variables, de modéliser les phénomènes de manière précise et de transformer les données en solutions concrètes et exploitables.

Son efficacité réside non seulement dans la réduction significative du nombre d'essais nécessaires, mais également dans la capacité à produire des résultats fiables, reproductibles et scientifiquement robustes. Cette double compétence – *gain d'efficacité et précision des conclusions* – contribue directement à l'amélioration de la qualité des produits, tout en minimisant les coûts opérationnels et les délais de mise sur le marché.

Au-delà de ces avantages techniques, le DoE s'inscrit dans une vision stratégique. Il favorise une prise de décision éclairée, soutient l'innovation en permettant une exploration approfondie des paramètres critiques et renforce la compétitivité des organisations en leur donnant les moyens de s'adapter rapidement aux évolutions du marché et aux exigences des consommateurs.

En résumé, le DoE ne se limite pas à être un simple outil statistique ; il constitue un levier stratégique pour la performance industrielle et scientifique, garantissant un équilibre optimal entre innovation, efficacité et durabilité. *Adopter le DoE, c'est investir dans une méthodologie qui transforme les défis complexes en opportunités de progrès mesurables et durables.*

## Chapitre II : Terminologie et Concepts de Base

Dans le cadre de la planification d'expériences, la maîtrise des concepts de base est essentielle pour structurer des essais efficaces et tirer des conclusions valides. Les notions de réponse, de facteur, d'interaction entre facteurs, et de domaine expérimental sont au cœur de cette méthodologie et permettent d'optimiser les résultats expérimentaux.

### II.1. La Réponse (Y)

Dans un plan d'expérience, la *réponse* (notée souvent Y) est la mesure principale que l'on souhaite étudier, contrôler, ou optimiser. Elle représente la variable d'intérêt qui varie en fonction des changements des facteurs (paramètres d'entrée du processus). Par exemple, dans une expérience visant à améliorer la résistance d'un matériau, la résistance mesurée serait la réponse.

L'objectif d'un plan d'expérience peut être soit de *maximiser* (ex. améliorer l'efficacité d'un procédé), *minimiser* (ex. réduire les déchets), soit de *stabiliser* cette réponse. Une compréhension approfondie du phénomène étudié est cruciale pour fixer des *domaines d'étude* pertinents, c'est-à-dire les valeurs acceptables que la réponse peut atteindre sans compromettre la validité ou l'utilité des conclusions.

*Exemple* : Dans un processus de cuisson industrielle, la réponse pourrait être la "texture" du produit fini, mesurée en termes de fermeté ou de souplesse. L'objectif serait alors de définir des conditions optimales pour atteindre une texture souhaitée de façon constante.

### II.2. Les Facteurs (X)

Un *facteur* représente une variable contrôlable dont les niveaux (valeurs ou états) peuvent être ajustés et qui est susceptible d'influencer la réponse. Les facteurs sont notés X et peuvent être :

*Quantitatifs* : Ces facteurs sont mesurables et prennent des valeurs numériques continues ou discrètes, comme la température, la durée, ou la pression. Par exemple, dans une expérience de fermentation, la température de la solution serait un facteur quantitatif influençant la croissance microbienne (réponse).

*Qualitatifs* : Ces facteurs ne sont pas directement mesurables par des valeurs numériques, mais désignent des caractéristiques de type binaire ou catégoriel, comme le type de matière première ou la couleur d'un produit. Afin d'intégrer les facteurs qualitatifs dans les modèles, ils sont codés numériquement (par exemple, type de matériau = [A, B] devient [1, 2]). Ce processus de codage facilite le calcul

statistique.

Le choix des facteurs est essentiel pour le succès d'une étude. Il est recommandé d'identifier ceux qui ont un effet potentiel important sur la réponse afin de minimiser le nombre d'essais nécessaires tout en maximisant l'information utile.

*Exemple* : Dans une expérience de mélange de matériaux, les facteurs pourraient inclure :

*Quantitatif* : la proportion en pourcentage de chaque matériau.

*Qualitatif* : le type de liant (ex : argile, ciment).

### II.3. Interaction entre Facteurs

*L'interaction entre facteurs* décrit le phénomène où l'effet d'un facteur sur la réponse dépend du niveau d'un autre facteur. Autrement dit, les facteurs influent de manière conjointe sur la réponse, créant des effets non linéaires et parfois imprévisibles.

Par exemple, en chimie, l'effet de la température sur le rendement d'une réaction peut être modifié en fonction du pH de la solution. Si la température seule a un effet positif et que le pH est également bénéfique individuellement, leur combinaison peut potentiellement avoir un effet antagoniste ou synergique sur la réponse.

Pour analyser ces interactions, des outils statistiques comme les analyses de variance (ANOVA) sont utilisés dans le cadre de plans d'expériences spécifiques, comme les plans factoriels complets ou fractionnaires. Ces analyses permettent de quantifier l'importance des interactions et de mieux comprendre comment les facteurs agissent ensemble.

*Exemple* : Dans un procédé de fabrication de plastiques, la combinaison de la température de moulage et de la pression de refroidissement peut avoir un effet sur la solidité finale du produit. Si la température seule augmente la solidité, cette tendance peut être modifiée (augmentée ou réduite) lorsque la pression de refroidissement change.

Les plans d'expérience permettent une meilleure organisation des essais qui accompagnent la recherche scientifique et industrielle. Elles sont applicables à de nombreux domaines et à toutes les industries dès lors que l'on trouve le lien qui existe entre la quantité d'intérêt  $y$  et la variable  $x_i$  :

$$Y = f(x_i) \tag{1}$$

La méthode des plans d'expériences fournit un maximum d'informations avec un minimum d'expérimentation. Pour ce faire, il doit suivre des règles mathématiques et être rigoureux. Il existe de nombreux plans d'expériences adaptés à tous les cas rencontrés par les expérimentateurs. Notre compréhension de la méthode des plans d'expériences est basée sur

deux termes clés : l'espace expérimental et la modélisation mathématique des variables étudiées.

#### II.4. Notion d'espace expérimental

Le *domaine expérimental* (ou espace expérimental) représente l'ensemble des combinaisons possibles des niveaux des facteurs sélectionnés pour l'étude. Il délimite les conditions dans lesquelles les essais seront effectués et détermine les *limites de validité des conclusions* que l'on pourra tirer.

Choisir un domaine expérimental pertinent est crucial, car un domaine trop restreint peut limiter les conclusions, tandis qu'un domaine trop large pourrait augmenter les essais nécessaires sans gain d'information substantiel. De plus, un domaine inapproprié pourrait induire des erreurs et entraîner des résultats non exploitables.

Le domaine expérimental est souvent représenté graphiquement pour illustrer la plage d'essais dans un espace multidimensionnel (un axe par facteur). Dans des plans à deux facteurs, par exemple, un graphe bidimensionnel pourra montrer comment les combinaisons de niveaux seront réparties.

*Exemple:* Lors de l'optimisation d'un mélange chimique, le domaine expérimental peut être défini par les limites de concentration de chaque réactif. Si les concentrations sont fixées entre 5 et 10 % pour l'un et entre 15 et 20 % pour l'autre, seules les combinaisons respectant ces plages seront testées.

Un expérimentateur qui lance une étude s'intéresse à la quantité que chaque test mesure. Cette quantité est appelée la réponse et est la quantité d'intérêt. La valeur de cette quantité dépend de plusieurs variables. On utilise le terme facteur au lieu du terme variable. La réponse dépend donc d'un ou plusieurs facteurs. Un facteur peut être représenté par un axe directionnel mis à l'échelle (Figure 1). La valeur donnée à un facteur pour exécuter un test est appelée niveau. En général, lorsqu'on étudie l'influence d'un facteur, on contraint sa variation entre deux bornes. La borne inférieure est le niveau bas. La borne supérieure est le niveau haut.

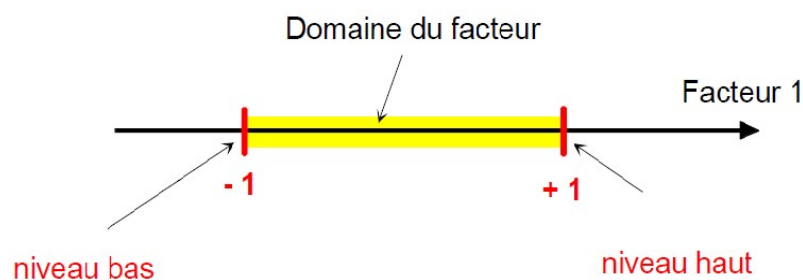


Figure 1. Domaine et niveaux d'un facteur

L'ensemble de toutes les valeurs qu'un facteur peut prendre entre ses niveaux bas et haut s'appelle le domaine du facteur. Habituellement -1 indique un niveau bas et +1 indique un niveau haut. S'il y a un deuxième facteur, il est également représenté par un axe directionnel mis à l'échelle. Comme pour le premier facteur, définissez son niveau haut, son niveau bas et son domaine. Ce deuxième axe est orthogonal au premier axe. De cette façon, nous avons un système de coordonnées cartésien qui définit l'espace euclidien à deux dimensions. Cette espace s'appelle *l'espace expérimental* (Figure. 2).



Figure 2. Domaine expérimental en cas de deux facteurs

Le niveau 1 du facteur  $x_1$  et le niveau 2 du facteur sont les coordonnées d'un point dans l'espace expérimental (Figure 3). Une expérience donnée est représentée par un point dans ce système de coordonnées. Un plan expérimental est représenté par une série de points expérimentaux.

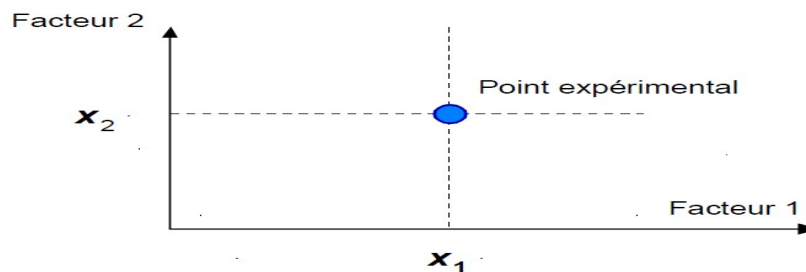


Figure 3. Point expérimental

Les regroupements de domaines de facteurs définissent les « domaines d'étude ». Cette zone d'étude est la zone de l'espace expérimental choisie par l'expérimentateur pour réaliser les essais. Une étude, ou les expériences bien définies, est représentée par des points répartis sur la zone d'étude (Figure 4). Cette méthode de représentation des expériences en termes d'espace cartésien est une représentation géométrique de la recherche. Une autre présentation de la recherche est présentée dans la section 2.1.

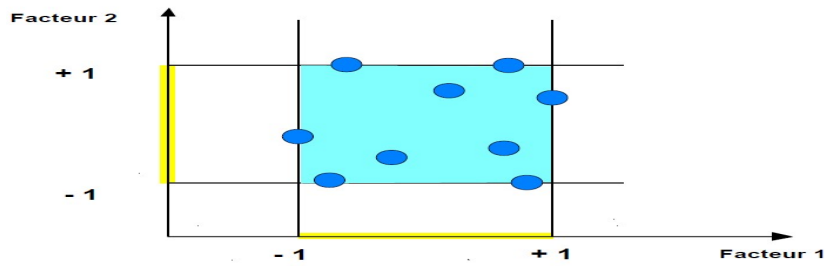


Figure 4. Points expérimentaux choisis par l'expérimentateur

## II.5. Notion de surface de réponse

Le plan  $(X_1OX_2)$  représente les coordonnées du point expérimental et  $y$  est la valeur de la réponse en ce point. Un axe orthogonal à l'espace expérimental est défini et affecté à la réponse. Un plan à deux facteurs utilise un espace tridimensionnel, représentant les réponses dans une dimension et les facteurs dans deux dimensions. A chaque point du domaine expérimental correspond une réponse. L'ensemble de tous les points de la zone d'intérêt correspond à l'ensemble des réponses sur une surface appelée surface de réponse (Figure 5). Le nombre et la position des points d'expérience est une question fondamentale dans cette méthode. Nous nous efforçons d'obtenir la meilleure précision possible sur la surface de réponse tout en limitant le nombre d'expériences.

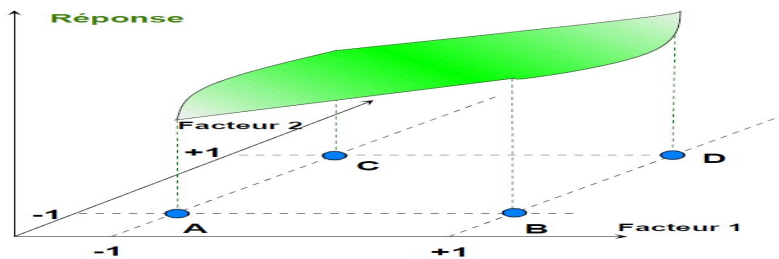


Figure 5. Surface de réponse

## II.6. Notion de modélisation mathématique

On choisit a priori des fonctions mathématiques qui relient les réponses aux facteurs. Le développement limité de la série Taylor MacLaurin avec des dérivées constantes prend la forme de polynômes d'ordre supérieur ou inférieur :

$$Y = a_0 + \sum a_i X_i + \sum a_{ij} X_i X_j + \dots + \sum a_{ii} X_i^2 + a_{ij \dots} X_i X_j \dots X_n \quad (2)$$

Où

- $y$  est la réponse. Elle est mesurée lors des essais et est obtenue avec une certaine précision.
- $X_i$  représente le niveau du facteur  $i$  pour réaliser un essai. On suppose même que ce niveau est déterminé sans erreur (hypothèse classique de la régression).

- $a_0, a_i, a_{ij}$  et  $a_{ii}$  sont les coefficients du modèle mathématique choisi. 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 les réponses du domaine d'étude sans être obligé de faire les expériences.

La modélisation mathématique des réponses avec un polynôme est que toutes les réponses du domaine d'étude peuvent être calculées sans avoir à faire d'expériences.

Ce modèle est appelé "*modèle postulé*" ou "*modèle a priori*".

## II.7. Le modèle de l'expérimentateur

Deux additions sont nécessaires au modèle décrit ci-dessus. Le premier supplément porte sur le "manque d'ajustement". Cette expression reflète le fait que le modèle a priori est très vraisemblablement différent du modèle réel qui régit le phénomène à l'étude. Ces deux modèles ne sont pas identiques. Cet écart vient du manque d'ajustement. Le deuxième supplément vise à tenir compte du caractère aléatoire des réponses. En fait, si une réponse est mesurée plusieurs fois au même point d'expérience, le même résultat n'est pas obtenu. Les résultats sont divers. Les dispersions ainsi observées constituent des erreurs expérimentales. Ces deux écarts, manque d'ajustement et erreur expérimentale, sont souvent réunis dans un seul écart, noté  $e$ . Le modèle utilisé par l'expérimentateur s'écrit alors :

$$Y = a_0 + \sum a_i X_i + \sum a_{ij} X_i X_j + \dots + \sum a_{ii} X_i^2 + a_{ij \dots z} X_i X_j \dots X_z + e \quad (3)$$

## II.8. Système d'équations

Chacun des points expérimentaux fournit une valeur pour la réponse. Cette réponse est modélisée par un polynôme dont les coefficients sont les inconnues qui doivent être établies. À la fin du plan d'expériences, on a un système de  $n$  équations (s'il y a  $n$  essais) à  $p$  inconnus (s'il y a  $p$  coefficients dans le modèle choisi a priori). Ce système s'écrit simplement par notation matricielle :

$$Y = X * a + e \quad (4)$$

$Y$  : est le vecteur des réponses.

$X$  : est la matrice de calcul, ou matrice du modèle, qui dépend des points expérimentaux choisis pour exécuter le plan et du modèle postulé.

$a$  : est le vecteur des coefficients.

$e$  : est le vecteur des écarts.

Il comporte moins d'équations que le nombre d'inconnues. Il existe  $n$  équations et  $p + n$  inconnus. Une méthode de régression en fonction du critère des moindres carrés est utilisée pour résoudre le problème. De cette façon on obtient les estimations de coefficient qu'on note :

$$\hat{a} \tag{5}$$

Il résulte de ce calcul:

$$\hat{a} = (X'X)^{-1}X'Y \tag{6}$$

Formule dans laquelle la matrice  $X'$  est la matrice transposée de  $X$ . Un grand nombre de logiciels effectuent ce calcul et donnent directement les valeurs des coefficients. Deux matrices sont en permanence impliquées dans la théorie des plans d'expérience:

- La matrice d'information :  $X'X$
- La matrice de dispersion :  $(X'X)^{-1}$

## Chapitre III : Modélisation et Optimisation de la Réponse

La Méthodologie de Surface de Réponse (MSR) est un outil fondamental dans l'optimisation des procédés et l'amélioration des produits. Elle repose sur des techniques mathématiques et statistiques permettant de comprendre et de modéliser comment différents facteurs influencent une réponse d'intérêt. La MSR est particulièrement utile lorsque l'interaction entre plusieurs facteurs joue un rôle complexe dans la réponse, et lorsque l'objectif est de déterminer les conditions optimales pour maximiser, minimiser, ou stabiliser cette réponse.

### III.1. La Surface de Réponse MSR

La surface de réponse est une représentation mathématique de la relation entre les facteurs et la réponse. Dans le cadre de la MSR, on utilise souvent un modèle polynomial de

$$Y = a_0 + \sum_{i=1}^n a_i X_i + \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n a_{ij} X_i X_j + \sum_{i=1}^n a_{ii} X_i^2 \quad (7)$$

second ordre:

pour approximer cette relation, car il peut capturer des effets linéaires, quadratiques, et d'interaction entre les facteurs. Le modèle polynomial s'exprime généralement comme suit :

Y : est la réponse ou la grandeur d'intérêt. Elle est mesurée au cours de l'expérimentation et elle est obtenue avec une précision donnée.

X<sub>i</sub> : Représente le niveau attribué au facteur i par l'expérimentateur pour réaliser un essai. Cette valeur est parfaitement connue.

a<sub>0</sub>, a<sub>i</sub>, a<sub>ij</sub>, a<sub>ii</sub> : Sont les coefficients du modèle mathématique adopté a priori. Ils ne sont pas connus et doivent être calculés à partir des résultats des expériences.

Le coefficient a<sub>0</sub> représente toujours la moyenne des réponses mesurées y des N expériences du plan.

Ces termes permettent de décrire des surfaces complexes, *représentant le comportement de la réponse en fonction des niveaux des facteurs*.

*Exemple:* Dans un processus de fabrication de médicaments, la surface de réponse pourrait modéliser la solubilité d'un composé en fonction de la température et de la pression de fabrication. La représentation en surface permet de visualiser comment chaque facteur (température, pression) influence la solubilité et d'identifier les conditions qui maximisent cette solubilité.

L'objectif principal de l'utilisation d'un modèle mathématique pour décrire une réaction

est de fournir une représentation quantitative du processus, permettant ainsi de prédire le comportement du système dans un domaine donné sans avoir à réaliser systématiquement des tests expérimentaux pour chaque condition. Un tel modèle, souvent qualifié de « modèle postulé » ou « modèle a priori », est élaboré sur la base de principes théoriques – tels que les lois de la cinétique chimique et de la thermodynamique – et d'hypothèses déduites de la littérature ou d'expériences préliminaires.

En pratique, ce modèle se présente sous forme d'équations reliant les variables clés (par exemple, la concentration des réactifs, la température, le temps de réaction, etc.) à la réponse attendue. Une fois établi, le modèle permet de simuler le comportement de la réaction sur une large plage de conditions, d'identifier les paramètres critiques et d'optimiser le procédé. Cela offre des avantages considérables en termes d'économie de temps et de ressources, car il n'est pas nécessaire d'exécuter chaque essai expérimental pour explorer toutes les possibilités.

Cependant, pour que ce modèle soit fiable, il doit être validé par des tests ponctuels. La validation consiste à comparer les prédictions du modèle avec des résultats expérimentaux réels, afin de s'assurer que les hypothèses de base et les équations utilisées décrivent fidèlement le système étudié. Une fois le modèle validé, il devient un outil puissant pour la simulation, l'optimisation et le contrôle des processus industriels, facilitant ainsi la prise de décision et la conception de nouvelles expériences.

En résumé, un modèle postulé ou a priori est un moyen efficace de prévoir l'évolution d'une réaction, de mieux comprendre le mécanisme sous-jacent et d'optimiser les conditions de fonctionnement sans recourir à une multitude d'essais expérimentaux.

### **III.1.1. Le Processus de MSR**

La mise en œuvre de la MSR se déroule en plusieurs étapes clés, chacune visant à affiner le modèle et à en garantir la précision et l'efficacité pour les prévisions.

### **III.2. Sélection du Plan Expérimental Approprié**

La première étape de la MSR consiste à sélectionner un plan d'expérience adapté. Les plans couramment utilisés incluent le plan de Box- Behnken et le plan composite central, tous deux permettant d'estimer efficacement les termes linéaires, quadratiques, et d'interaction. Ce choix dépend du nombre de facteurs et de l'étendue du domaine expérimental, ainsi que de la nature du système étudié. Le plan d'expérience définit le nombre et la configuration des essais à réaliser pour obtenir suffisamment de données pour estimer les coefficients du modèle.

*Exemple:* Pour étudier l'effet de la température, de l'humidité, et de la durée de séchage sur la solidité d'un matériau, un plan composite central pourrait être mis en place, incluant des points centraux et axiaux pour capturer des effets quadratiques et d'interaction.

### III.3. Estimation des Coefficients de Régression

Une fois les essais expérimentaux effectués selon le plan, on utilise les résultats pour estimer les coefficients de régression  $\beta$  par la méthode des moindres carrés. Cette technique minimise la différence entre les valeurs mesurées de la réponse et les valeurs prédites par le modèle, garantissant ainsi que le modèle représente au mieux les données expérimentales. Ces coefficients sont essentiels car ils quantifient l'effet de chaque facteur sur la réponse.

*Exemple :* Si la température a un coefficient de régression positif important, cela indique qu'une augmentation de la température a un effet positif sur la réponse, tandis qu'un coefficient négatif pour la pression signifierait l'inverse.

#### III.3.1. Analyse et Validation du Modèle

La validation du modèle est cruciale pour s'assurer que les prédictions sont fiables. Cela se fait par des tests statistiques tels que l'analyse de la variance (ANOVA), qui permet d'évaluer la signification des coefficients et de tester l'ajustement du modèle. Les critères de validation incluent le coefficient de détermination  $R^2$ , qui indique la proportion de variation de la réponse expliquée par le modèle, et le test de significativité pour vérifier que les termes inclus ont un effet statistiquement significatif.

*Exemple:* Dans un processus de fermentation, on pourrait vérifier si le modèle prédit correctement la concentration finale d'un produit en fonction du pH et de la température, en comparant les prédictions du modèle avec des essais de validation.

#### III.3.2. Optimisation des Conditions Expérimentales

Une fois que le modèle est validé, l'étape suivante consiste à déterminer les conditions optimales des facteurs pour obtenir la réponse souhaitée. Des techniques d'optimisation, telles que la méthode du gradient ou l'algorithme de descente de gradient, peuvent être utilisées pour trouver le maximum ou le minimum de la surface de réponse. Les logiciels d'optimisation permettent de simuler et d'identifier les niveaux des facteurs qui maximisent ou minimisent la réponse.

*Exemple :* Dans une industrie agroalimentaire, on peut optimiser les niveaux de température et de pression pour maximiser la qualité du produit final tout en réduisant les

coûts de production.

### III.3.3. Vérification des Prédications du Modèle

La dernière étape consiste à réaliser des essais de vérification pour confirmer que les conditions optimales déterminées par le modèle produisent bien les résultats attendus dans la réalité. Cela permet de confirmer la robustesse du modèle et de s'assurer qu'il est exploitable dans les conditions de production.

*Exemple* : Si le modèle prédit que des conditions spécifiques de pH et de température optimisent la production d'un composant chimique, on réalise des essais supplémentaires sous ces conditions pour vérifier la prédiction.

En résumé, la MSR est une méthodologie puissante pour modéliser et optimiser une réponse en fonction de plusieurs facteurs. Chaque étape du processus, de la planification expérimentale à la validation du modèle et à l'optimisation, contribue à garantir des prévisions fiables et un contrôle accru sur les conditions expérimentales. La MSR permet ainsi de maximiser l'information issue de chaque essai, réduisant ainsi les coûts et le temps nécessaires dans les domaines scientifiques et industriels.

## Chapitre IV: Types de Plans d'Expériences

Les plans d'expériences sont essentiels dans la conception expérimentale, permettant d'optimiser les conditions et de minimiser le nombre d'essais nécessaires pour obtenir des résultats statistiquement significatifs. Ce chapitre présente plusieurs types de plans d'expériences couramment utilisés, chacun ayant des avantages spécifiques en fonction des objectifs de l'étude et des contraintes expérimentales.

### IV.1. Plans factoriels complets a deux niveaux

Ces plans sont limités à deux niveaux par facteur. Toutes les combinaisons de niveaux sont exécutées durant l'expérience. On peut utiliser ces modèles sans discernement pour les variables continues et discrètes.

#### IV.1.1. Plan à deux facteurs

Pour deux facteurs, le domaine d'étude est un carré (en unités codées- voir annexe 1). Par exemple, la Figure 6 représente un plan factoriel complet à deux facteurs. Le modèle mathématique postulé est un modèle du premier degré par rapport à chaque facteur :

$$Y = \alpha_0 + \alpha_1 x_1 + \alpha_2 x_2 + \alpha_{12} x_1 x_2 + \epsilon \quad (8)$$

- $y$  : est la réponse
- $x_i$  : représente du facteur  $i$ .
- $\alpha_0$  : est la valeur de la réponse au centre du domaine d'étude.
- $\alpha_1$  : est l'effet principal du facteur 1.
- $\alpha_2$  : est l'effet principal du facteur 2.
- $\alpha_{12}$  : est l'interaction entre les facteurs 1 et 2.
- $\epsilon$  : est l'écart.

Les meilleurs emplacements des points d'expériences sont situés aux sommets du domaine d'étude (Figure 6).

##### IV.1.1.1. Représentation d'une étude sous forme de tableau

Les représentations géométriques sont pratiques et très révélatrices, mais dès que le nombre des facteurs dépasse trois, on ne peut plus les utiliser. Dans le cas des espaces multidimensionnels, nous adoptons une représentation sous forme de tableau. Pour illustrer la

correspondance entre les deux représentations, géométrique et tableau, nous expliquerons la construction du tableau regroupant les expériences du plan  $2^2$  associé à la figure 6.

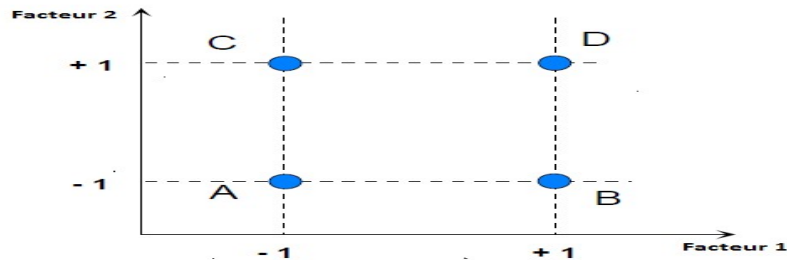


Figure 6. L'emplacement des points d'expérience

Ce tableau se compose de trois colonnes, la première identifie les essais, la deuxième et la troisième indiquent les coordonnées des points d'essai. Le test 1 est celui pour lequel les deux facteurs étudiés sont à de faibles niveaux (-1 -1) dans des unités codées. L'essai n° 1 correspond au point A sur la figure 6. L'essai 2 est l'essai pour lequel le premier facteur est défini au niveau supérieur (+1) et le second facteur au niveau inférieur (-1). Il s'agit du point B.

Ce tableau s'appelle tableau d'expérience s'il est construit avec les unités physiques habituelles et plan d'expérience s'il utilise les unités codées (tableau 1). Dans ce dernier cas, la signification des unités codées est rappelée en indiquant, pour chaque facteur, leurs valeurs en unités physiques usuelles dans la partie inférieure du tableau.

Tableau 1. Plan d'expérience

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

Les représentations géométriques et tabulaires sont assimilées. Les tableaux (ou matrices) ont l'avantage de pouvoir être employés indépendamment du nombre de facteurs, c'est-à-dire indépendamment du nombre de dimensions de l'espace expérimental. Il est utile de savoir comment se déplacer d'une représentation à une autre afin d'interpréter correctement les résultats des modèles expérimentaux.

#### IV.1.1.2. Présentation des résultats d'essais

Lors de chaque essai, l'expérimentateur mesure la réponse choisie. À titre d'exemple, la réponse de l'essai n°1 est  $Y_1$ . L'essai n°2 est  $Y_2$ , et ainsi de suite. Ces réponses sont présentées devant chaque essai et sont groupées dans la colonne « Réponse » (tableau 2).

Tableau 2. Plan d'expérience et résultats expérimentaux

N° essai	Facteur 1	Facteur 2	Réponse
1 (A)	-1	-1	$Y_1$
2 (B)	+1	-1	$Y_2$
3 (C)	-1	+1	$Y_3$
4 (B)	+1	+1	$Y_4$

#### IV.1.1.3. Calcul des coefficients

Les quatre points d'essai fournissent quatre équations :

$$Y_1 = \alpha_0 + \alpha_1 x_{1,-1} + \alpha_2 x_{2,-1} + \alpha_{12} x_{1,-1} x_{2,-1} + e_1 \quad (9)$$

$$Y_2 = \alpha_0 + \alpha_1 x_{1,+1} + \alpha_2 x_{2,-1} + \alpha_{12} x_{1,+1} x_{2,-1} + e_2 \quad (10)$$

$$Y_3 = \alpha_0 + \alpha_1 x_{1,-1} + \alpha_2 x_{2,+1} + \alpha_{12} x_{1,-1} x_{2,+1} + e_3 \quad (11)$$

$$Y_4 = \alpha_0 + \alpha_1 x_{1,+1} + \alpha_2 x_{2,+1} + \alpha_{12} x_{1,+1} x_{2,+1} + e_4 \quad (12)$$

La résolution de ce système permet d'obtenir la valeur des coefficients :

$$\hat{\alpha}_0 = \frac{1}{4} [\sum_{i=1}^4 Y_i] \quad (13)$$

$$\hat{\alpha}_1 = \frac{1}{4} [-Y_1 + Y_2 - Y_3 + Y_4] \quad (14)$$

$$\hat{\alpha}_2 = \frac{1}{4} [-Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4] \quad (15)$$

$$\hat{\alpha}_{12} = \frac{1}{4} [Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4] \quad (16)$$

Connaissant les coefficients, nous pouvons écrire le modèle de régression qui sera utilisé pour effectuer des prédictions :

$$\hat{Y} = \hat{\alpha}_0 + \hat{\alpha}_1 x_1 + \hat{\alpha}_2 x_2 + \hat{\alpha}_{12} x_1 x_2 \quad (17)$$

#### IV.1.2. Plans factoriels à k facteurs à 2 niveaux

Un plan comportant k facteurs à deux niveaux est noté  $2^k$ . Le k en exposant signifie qu'il y a k facteurs étudiés. Le 2 indique le nombre de niveaux par facteur.

Remarquez que cette notation indique également le nombre des essais à réaliser. Ce nombre devient rapidement très élevé. Pour seulement 7 facteurs, 128 essais seraient requises. Afin de réduire le nombre des essais en maintenant la possibilité d'étudier tous les facteurs, des plans factoriels fractionnaires à deux niveaux ont été mis en place.

## **IV.2. Plans factoriels fractionnaires à deux niveaux $2^{k-q}$**

Les plans factoriels fractionnaires sont des plans factoriels qui étudient tous les facteurs, mais qui comportent un nombre réduit d'essais par rapport à des 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. Étant donné que nous ne pouvons pas augmenter le nombre d'équations, nous devons diminuer le nombre d'inconnues. On regroupe les coefficients de telle manière qu'il y ait  $n$  inconnues. Par conséquent, nous résolvons un système de  $n$  équations avec  $n$  groupes de coefficients. On nomme ces groupes de coefficients, de contrastes ou d'aliases et on dit que les coefficients sont aliés contrastes.

### **IV.2.1. Notation des plans factoriels fractionnaires**

Un plan complet de  $k$  facteurs et 2 niveaux est noté  $2^k$ . Le plan fractionnaire moitié du plan complet précédent est  $2^{k-1}$  ( $1/2 * 2^k$ ). Un plan  $2^{4-2}$  permet d'étudier 4 facteurs avec 2 niveaux à chacun en 4 essais d'où le plan complet est divisé sur  $2^2$ . Un plan  $2^{k-q}$  permet d'étudier  $k$  facteurs avec 2 niveaux à chacun en divisant le plan complet sur  $2^q$ .

### **IV.2.2. Application au plan factoriel fractionnaire $2^{3-1}$**

Nous souhaitons étudier trois facteurs dans seulement quatre essais. Nous prenons la précaution de sélectionner les 4 essais de façon à ce que la matrice soit une matrice orthogonale d'Hadamard. Les 4 points choisis sont disposés de la manière illustrée à la figure 7.

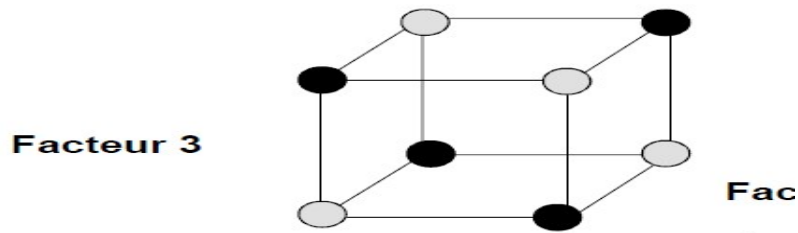


Figure 7. L'emplacement des points choisis pour un plan fractionnaire  $2^3$

Pour un plan factoriel complet à 3 facteurs, le modèle mathématique est de la forme :

$$Y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_1x_3 + a_{23}x_2x_3 + a_{123}x_1x_2x_3 \quad (18)$$

En effectuant 4 essais, on obtient un système de 4 équations avec 8 inconnues :

$$Y = Xa \quad (19)$$

Avec 4 essais on peut calculer 4 inconnus seulement. Nous optons pour le modèle suivant :

$$Y = l_0 + l_1x_1 + l_2x_2 + l_3x_3 \quad (20)$$

D'où :

$$l_0 = a_0 + a_{123} \quad (21)$$

$$l_1 = a_1 + a_{23} \quad (22)$$

$$l_2 = a_2 + a_{13} \quad (23)$$

$$l_3 = a_3 + a_{12} \quad (24)$$

Nous savons déterminer les contrastes  $l_i$  du modèle précédent. Cependant, la difficulté est de pouvoir interpréter ces contrastes pour revenir aux coefficients.

#### IV.2.3. Application au plan factoriel fractionnaire $2^{5-2}$

Le plan factoriel complet  $2^5$  comporte 32 coefficients à déterminer. Son plan équivalent est constitué de 8 essais pour que la matrice soit une matrice orthogonale d'Hadamard. Nous obtenons, par exemple, le plan d'expérience d'une telle matrice par la prise des colonnes 1, 2, 3, 12 et 13 de la matrice de calcul d'un plan  $2^5$  (Tableau 3). Les niveaux d'étude du facteur 4 sont déterminés par les signes d'interaction 12 et ceux du facteur 5 par les signes d'interaction 13.

Tableau 3. Plan d'expérience du plan fractionnaire  $2^{5-2}$

N° essai	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3	Facteur 4 (12)	Facteur 5 (13)
1	-1	-1	-1	+1	+1
2	+1	-1	-1	-1	-1
3	-1	+1	-1	-1	+1
4	+1	+1	-1	+1	-1
5	-1	-1	+1	+1	-1
6	+1	-1	+1	-1	+1
7	-1	+1	+1	-1	-1
8	+1	+1	+1	+1	+1

Nous obtenons un système de 8 équations avec 32 inconnus qui est écrit sous forme matricielle :

$$Y_{(8,1)} = X_{(8,32)} a_{(32,1)} \quad (24)$$

Afin de diminuer le nombre d'inconnues, nous introduisons 8 contrastes :

$$l_0 = a_0 + a_{124} + a_{135} + a_{2345} \quad (25)$$

$$l_1 = a_1 + a_{24} + a_{35} + a_{12345} \quad (26)$$

$$l_2 = a_2 + a_{14} + a_{345} + a_{1235} \quad (27)$$

$$l_3 = a_3 + a_{15} + a_{245} + a_{1234} \quad (28)$$

$$l_4 = a_4 + a_{12} + a_{235} + a_{1345} \quad (29)$$

$$l_5 = a_5 + a_{13} + a_{234} + a_{1245} \quad (30)$$

$$l_{23} = a_{23} + a_{45} + a_{125} + a_{134} \quad (31)$$

$$l_{123} = a_{123} + a_{25} + a_{34} + a_{145} \quad (32)$$

Le système équivalent devient :

$$Y_{(8,1)} = X_{(8,8)} l_{(8,1)} \quad (33)$$

Dans le cas des plans fractionnaires les interactions entre les facteurs doivent être négligeables. Pour cela, on applique les hypothèses d'interprétation suivantes :

*Hypothèse 1* : Les interactions de l'ordre 3 (interaction entre 3 facteurs) ou plus ne sont pas considérées comme significatives. Mais méfiez-vous de cette hypothèse qui peut parfois être erronée.

*Hypothèse 2* : Un contraste égale à zéro signifie que :

- les effets et les interactions aliasés sont tous nuls et c'est l'hypothèse la plus probable
- les effets et les interactions aliasés se compensent, Cette hypothèse est improbable et sera rejetée.

*Hypothèse 3 :*

- Deux contrastes faibles, leur interaction l'est aussi.
- Un contraste faible et autre fort, leur interaction est considéré faible

*Hypothèse 4 :*

- Deux contrastes forts, leur interaction l'est aussi.

Les hypothèses présentées ici sont très souvent vérifiées mais se retrouvent parfois en défaut. Il est toujours possible d'en adopter d'autres selon le problème et les risques que cela comporte. Afin de bien analyser les résultats, il est prudent de toujours préciser les hypothèses d'interprétation qui ont été adoptées.

#### **IV.2.4. Construction pratique d'un plan fractionnaire**

On sélectionne un plan complet et on inscrit la matrice de calcul sans la colonne signe plus. Cette nouvelle matrice est appelée « plan de base ». Dans ce plan de base, nous choisissons une colonne de signes correspondant à une interaction et nous attribuons celle-ci à un facteur supplémentaire. Les signes de l'interaction sélectionnée deviennent les niveaux d'étude de ce facteur additionnel. Il est possible de généraliser cette méthode en utilisant toutes les colonnes d'un plan de base. Par exemple, sur le plan de base fondé sur la matrice de calcul d'un plan  $2^3$ , nous pouvons étudier sept facteurs. Un plan  $2^4$  permet d'étudier jusqu'à quinze facteurs.

#### **IV.2.5. Nombre maximum de facteurs étudiés sur un plan de base**

Nous pouvons étudier autant de facteurs additionnels qu'il existe d'interactions dans le plan de base. Sur un plan de base  $2^2$  il y a une interaction. On pourra donc étudier 3 facteurs, deux sur les colonnes 1 et 2, le troisième sur la colonne de l'interaction.

Sur un plan de base  $2^3$ , il y a quatre interactions. On pourra donc étudier 7 facteurs. Trois sur les colonnes 1, 2 et 3. Les quatre autres sur les colonnes d'interaction 12, 13, 23 et 123.

Le Tableau 7 indique le nombre maximum de facteurs que l'on peut étudier sur différents plans de base.

*Exemple :* On souhaite optimiser la formulation d'un mortier en étudiant 3 facteurs (ingrédients ou paramètres de mélange) avec un nombre minimal d'essais. Un

plan  $2^{(3-1)}$  permet de réduire les expériences de 8 à 4, en supposant que certaines interactions sont négligeables.

On étudie trois facteurs influençant la résistance du mortier (réponse Y) :

Facteur	Niveau (-1)	Niveau (+1)
A : % de ciment	50%	60%
B : Rapport Eau/Ciment (E/C)	0.4	0.5
C : % de sable fin	30%	40%

On utilise le générateur  $C = AB$  (c'est-à-dire que la colonne C est le produit des colonnes A et B).

Essai	A (% ciment)	B (E/C)	C = AB (% sable fin)	Combinaison expérimentale
1	-1 (50%)	-1 (0.4)	+1 (40%)	50% ciment, E/C=0.4, 40% sable
2	+1 (60%)	-1 (0.4)	-1 (30%)	60% ciment, E/C=0.4, 30% sable
3	-1 (50%)	+1 (0.5)	-1 (30%)	50% ciment, E/C=0.5, 30% sable
4	+1 (60%)	+1 (0.5)	+1 (40%)	60% ciment, E/C=0.5, 40% sable

Les résultats expérimentaux (résistance en MPa) sont montrés dans le tableau suivant :

Essai	A	B	C	Y (Résistance, MPa)
1	-	-	+	25
2	+	-	-	32
3	-	+	-	20
4	+	+	+	35

Les effets estimés sont en réalité des combinaisons (alias) :

$$\text{Effet calculé} = \text{Effet principal} + \text{Interaction}$$

Effet calculé	Formule	Calcul pas à pas	Résultat
A + BC	$(Y2+Y4)/2-(Y1+Y3)/2$	$(32+35)/2-(25+20)/2$	11
B + AC	$(Y3+Y4)/2-(Y1+Y2)/2$	$(20+35)/2-(25+32)/2$	-1
C + AB	$(Y1+Y4)/2-(Y2+Y3)/2$	$(25+35)/2-(32+20)/2$	4

*Interprétation :*

A + BC = 11 → Effet fort du % de ciment (si BC négligeable).

B + AC = -1 → L'augmentation du rapport E/C diminue légèrement la résistance.

C + AB = 4 → L'ajout de sable fin améliore la résistance (si AB négligeable).

Si on suppose que les interactions AB, AC, BC sont faibles :

- L'effet principal A (% ciment) est le plus influent.

- C (% sable fin) a un effet positif modéré.

- B (E/C) a un effet légèrement négatif.

*Optimisation*

- Augmenter le % de ciment (A) améliore clairement la résistance.

- Réduire le rapport E/C (B) pourrait aider, mais son impact est faible.

- Utiliser 40% de sable fin (C) est bénéfique.

- Formulation optimale probable : 60% ciment, E/C=0.5, 40% sable fin (Essai 4 : 35 MPa)

### IV.3. Autres plans a deux niveaux

#### IV.3.1. Objectifs des autres plans à deux niveaux

Les plans factoriels complets et fractionnels reposent sur des modèles mathématiques au premier degré. D'autres plans à deux niveaux, également basés sur un modèle mathématique de premier degré, ont été élaborés pour faire face à des situations particulières. Parmi eux, les plans de Plackett et Burman et les Tables de Taguchi.

Tableau 4. Nombre maximum de facteurs étudiés sur un plan de base donné

Plan de base	Nombre de facteurs principaux	Nombre d'interactions	Nombre maximum des facteurs étudiés
$2^2$	2	1	3
$2^3$	3	4	7

$2^4$	4	11	15
$2^5$	5	26	31
$2^6$	6	57	63
$2^7$	7	120	127

### IV.3.2. Les plans de Plackett et Burmann

Les matrices de calcul des plans de Plackett et Burman sont des matrices d'Hadamard. C'est-à-dire des matrices ayant 4, 8, 12, 16, 20, 24, 28, 32, 36 lignes etc (multiples de 4). Ils permettent ainsi des expériences avec un nombre intermédiaire des essais de celui des plans factoriels qui, eux, ne possèdent que  $2^k$  lignes (4, 8, 16, 32, etc.).

Le modèle mathématique des plans de Plackett et Burman est un modèle sans interactions :

$$Y = a_0 + \sum a_i x_i \quad (34)$$

### IV.3.3. Les tables de Taguchi

Les tables de Taguchi sont des plans de Plackett et Burmann où -1 a été remplacé par 2. Les noms des plans ont également été traduits. Le plan  $2^3$  est la table L8 et le plan  $2^4$  est la table L16. Le plan de 12 essais, dénommé table L12, est un plan de Plackett et Burmann.

## IV.4. Plans a plusieurs niveaux

Les plans à deux niveaux sont largement utilisés parce qu'ils sont économiques du point de vue du nombre des essais. Mais il n'ya aucune raison de ne pas envisager des plans avec des facteurs prenant plus de deux niveaux. Chaque facteur doit avoir le nombre de niveaux nécessaires pour satisfaire aux exigences de l'étude. Il existe, là aussi, des plans complets et des plans fractionnaires qui permettent de réduire le nombre des essais malgré l'augmentation du nombre de niveaux.

L'interprétation des résultats est fondée sur la nature des variables. Si les facteurs sont continus, on pourra utiliser un modèle du premier ou du deuxième degré. Pour ces variables, des plans sont optimisés selon les divers critères d'optimisation. Ils sont décrits dans les paragraphes consacrés aux plans factoriels et aux plans de surface de réponse. Si les variables sont discrètes, on devrait se servir de l'ANOVA (analyse de la variance) pour interpréter les résultats. Pour ces variables, il y a des plans spéciaux comme les carrés latins, les carrés gréco-latins, les plans Youden et les plans mixtes.

#### IV.4. 1. Plans complets à trois niveaux

S'il y a 2 facteurs prenant chacun 3 niveaux, il faut exécuter 9 essais. On note ce plan  $3^2$ . S'il y a 3 facteurs prenant chacun 3 niveaux (plan  $3^3$ ), il faut exécuter 27 essais. Ce qui commence à augmenter rapidement. C'est la raison pour laquelle nous avons introduit les plans fractionnaires correspondants qui portent le nom de carrés latins.

#### IV.4. 2. Carrés latins

Les carrés latins sont des plans pour l'étude de 3 facteurs prenant chacun 3 niveaux. 9 essais ont été réalisés au lieu de 27 pour le plan complet. Ce sont des plans fractionnaire  $3^{3-1}$ . La disposition des points expérimentaux est telle que tous les niveaux sont représentés sans duplication. La figure 8 présente un carré latin correspondant à 3 facteurs. Ces plans sont souvent utilisés pour les variables discrètes et le modèle mathématique est souvent un modèle sans interaction.

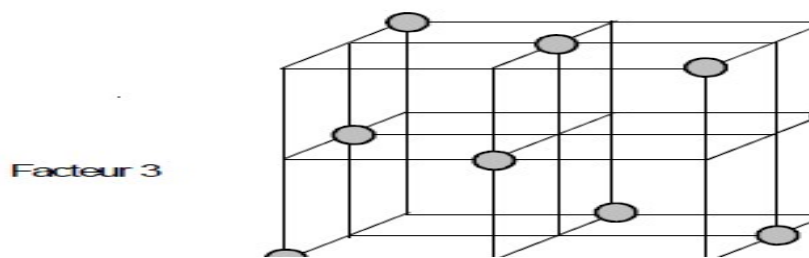


Figure 8. Plan de carré latin

#### IV.4. 3. Carrés gréco-latins

Les carrés gréco-latins sont des plans de 16 essais pour l'étude de 4 facteurs chacun avec 4 niveaux. Ce sont des plans  $4^{4-2}$ . Les points expérimentaux se trouvent dans une position telle que la matrice de calcul est orthogonale. Ces plans servent à des variables discrètes et le modèle mathématique est un modèle avec ou sans interaction d'ordre 2.

#### IV.4. 4. Carrés de Youden

Youden a mis au point des plans pour 2 variables distinctes qui occupent quatre niveaux. Le principe se rapproche de celui des carrés latins. Le nombre des essais est réduit par la suppression des points au plan complet. De tels plans servent souvent à des variables discrètes. Ils ont également été utilisés pour élaborer des plans de simulation numérique.

#### IV.4. 5. Plans à niveaux mixtes

Il y a autant de facteurs que l'on veut et chaque facteur prend le nombre de niveaux requis pour la performance appropriée de l'étude. Par exemple, un facteur peut prendre 3 niveaux, un autre 4 niveaux etc. Ces plans sont très utilisés pour les variables discrètes.

#### IV.4. 6. Les plans de second degré

Les plans du second degré ou plans pour surfaces de réponse permettent d'établir des modèles mathématiques du deuxième degré. On s'en sert pour les variables continues. Pour le cas de deux facteurs, on a :

$$Y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_{12}x_1x_2 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2 + e \quad (35)$$

Ces plans sont utiles chaque fois que l'on est près d'un maximum ou d'un minimum. Il existe plusieurs types de plans du second degré dont les principaux sont :

#### IV.4. 7. Les plans composites

Le plan composite central (CCD) est un plan de surface de réponse qui est particulièrement efficace pour les études où l'interaction et les effets quadratiques des facteurs jouent un rôle important. Ce plan intègre des points centraux ainsi que des points axiaux qui permettent d'étendre les niveaux des facteurs au-delà des points centraux du domaine expérimental, couvrant ainsi l'espace expérimental de manière plus exhaustive.

Les points axiaux permettent d'explorer les niveaux extrêmes des facteurs, donnant au CCD une capacité de prédiction robuste pour les réponses quadratiques et une flexibilité pour des ajustements supplémentaires. Ce plan est souvent préféré dans les études d'optimisation qui requièrent une exploration détaillée des interactions et des effets non linéaires entre les facteurs.

*Exemple:* Dans une étude de formulation chimique, le plan composite central pourrait être utilisé pour optimiser les conditions de réaction (température, pression, et concentration de réactifs). En incluant des points axiaux, ce plan permettrait d'identifier des conditions optimales tout en minimisant les essais dans les zones critiques du domaine expérimental.

Un plan composite comprend trois parties :

1. Un plan factoriel des facteurs à 2 niveaux.
2. Au moins un point expérimental situé au centre du domaine d'étude.
3. Des points axiaux. Ces points expérimentaux sont situés sur les axes de chacun des facteurs.

La Figure 9 représente un plan composite pour 2 facteurs. Les points A, B, C et D sont les points expérimentaux d'un plan  $2^2$ . Le point E est le point central. Ce point peut avoir été répliqué une ou plusieurs fois. Les points F, G, H et I sont les points axiaux. Ces quatre derniers points forment ce que l'on appelle le plan en étoile. On réalise 9 essais et 6

coefficients doivent être déterminés. Il faut avoir la solution d'un système de 9 équations à 6 inconnues.

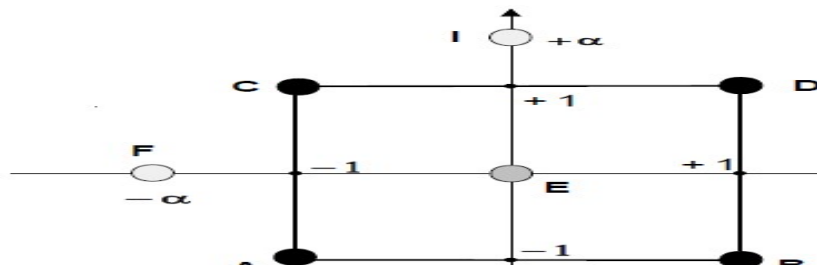


Figure 9. Plan composite de 2 facteurs

Les coordonnées des points en étoile dépendent du critère d'optimalité choisi. En général, on choisit le critère de presque orthogonalité ou le critère d'isovariance par rotation. Les plans composites suivent facilement un facteur en premier plan, dont les résultats sont insuffisamment expliqués par un modèle de premier degré. Il suffit d'effectuer les expériences correspondant aux points d'étoile et de faire les calculs sur l'ensemble des expériences. Les plans composites conviennent idéalement pour l'acquisition progressive de résultats.

#### IV.4. 8. Les plans de Doehlert

Le plan de Doehlert est reconnu pour sa flexibilité, car il offre une distribution uniforme des points expérimentaux dans l'espace des facteurs. Dans ce plan, chaque facteur varie selon un nombre de niveaux croissant, ce qui permet de s'adapter facilement à des facteurs ayant des gammes de variation différentes. Cela le rend particulièrement adapté pour des expériences nécessitant des ajustements continus et précis des conditions expérimentales.

La structure en hexagone du plan de Doehlert permet également une exploration progressive, ce qui est utile pour des études en plusieurs étapes où l'ajout de nouveaux points expérimentaux doit être fait de manière efficace sans répliquer inutilement les essais déjà réalisés.

*Exemple :* Dans une étude de formulation de cosmétiques, le plan de Doehlert pourrait être utilisé pour tester l'effet de plusieurs composants tels que les huiles, les agents hydratants, et les conservateurs sur la stabilité et l'efficacité du produit. Sa flexibilité permet d'optimiser la proportion de chaque composant tout en limitant les essais.

La principale caractéristique des plans de Doehlert est d'avoir une distribution uniforme des points expérimentaux dans l'espace expérimental. La figure 10 montre la

disposition de ces points en vue d'une conception à 2 facteurs (essais 1 à 7). Tous les points se situent à la même distance du centre du champ d'étude et se trouvent sur le cercle trigonométrique. C'est un hexagone régulier. Les points 1 à 7 illustrent un premier plan de Doehlert. Les trois points 8, 9 et 10 représentent les expériences supplémentaires. Les points 2, 7, 8, 9, 10, 3 et 1 illustrent un deuxième plan de Doehlert. Si l'expérimentateur souhaite explorer le domaine expérimental, il peut facilement ajouter des points expérimentaux supplémentaires et trouver le même schéma que le premier. La Figure 10 montre qu'avec trois points d'expériences supplémentaires (essais 8, 9 et 10), il est possible d'avoir un nouveau plan de Doehlert (essais 2, 7, 8, 9, 10, 3 et 1).

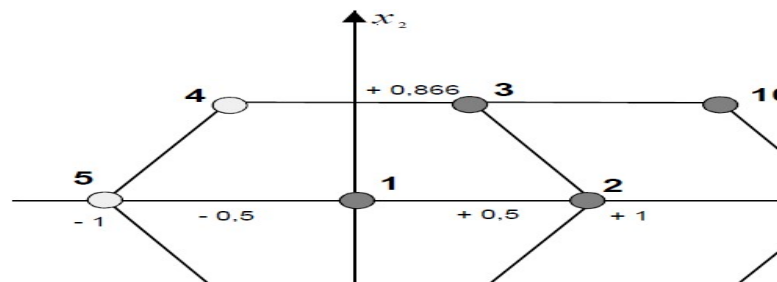


Figure 10. Plan de Doehlert

#### IV.4. 9. Les plans de Box-Behnken

La conception de Box-Behnken est une approche particulièrement efficace pour explorer l'espace des facteurs sans multiplier excessivement le nombre d'essais. Ce type de plan est une alternative aux plans factoriels complets, qui, bien que rigoureux, peuvent être exigeants en termes de temps et de ressources.

Le plan Box-Behnken n'inclut pas de points aux niveaux extrêmes des facteurs, ce qui permet de réduire le risque d'atteindre des conditions expérimentales problématiques ou dangereuses. Il repose sur une disposition en cube de points centraux et d'interaction, mais sans les sommets de ce cube, limitant ainsi les essais tout en assurant une couverture complète de l'espace expérimental.

*Exemple:* Dans un procédé de production alimentaire, un plan Box- Behnken pourrait être utilisé pour déterminer les conditions idéales de cuisson (température, temps et humidité) tout en minimisant le nombre d'essais. Cela permettrait d'ajuster les paramètres pour optimiser la texture du produit final sans nécessité de tester toutes les combinaisons extrêmes.

Les points expérimentaux sont au milieu des arêtes de chaque côté du cube (figure 11). Ce plan se compose de 12 essais auxquels un (ou plus) point central peut être ajouté. La

matrice du tableau 5 indique ces 12 essais avec un seul point central. Dans la pratique, 3 ou 4 points sont souvent exprimés au centre.

Dans les plans de Box-Behnken l'erreur de prévision des réponses est la même pour tous les points d'une sphère (ou une hyper sphère) centrée à l'origine du domaine expérimental (l'isovariance par rotation). Le mieux connu des plans de Box-Behnken est celui qui permet d'étudier trois facteurs.

Tableau 5. Plan de Box- Behnken pour 3 facteurs

N° essai	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3
1	0	-1	-1
2	+1	0	-1
3	0	+1	-1
4	-1	0	-1
5	-1	-1	0
6	+1	-1	0
7	+1	+1	0
8	-1	+1	0
9	0	-1	+1
10	+1	0	+1
11	0	+1	+1
12	-1	0	+1
13	0	0	0

#### IV.4. 10. Les plans hybrides

L'objectif des plans hybrides est de tenter d'aborder deux critères d'optimum, celui de l'orthogonalité et celui de l'isovariance par rotation. L'orthogonalité garantit la meilleure précision possible sur les coefficients du modèle et l'isovariance par rotation conduit à des erreurs de prévisions identiques à une même distance du centre du domaine. Voici la désignation des plans hybrides : on indique le nombre de facteurs, puis le nombre de points expérimentaux dont un seul point central, enfin une lettre pour distinguer deux plans ayant le même nombre de facteurs et le même nombre de points expérimentaux. Par exemple, il existe le plan 311A et le plan 311B qui permettent d'étudier 3 facteurs en 11 essais. Le Tableau 6 indique le plan hybride 311B. Les autres plans hybrides sont les plans 310, 416A, 416B, 416C ou 628A.

Tableau 6. Plan hybride 311B

N° essai	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3
1	0	0	2.449
2	0	0	-2.449
3	-0.751	2.106	+1
4	2.106	0.751	+1

5	0.751	-2.106	+1
6	-2.106	-0.751	+1
7	0.751	2.106	-1
8	2.106	-0.751	-1
9	-0.751	-2.106	-1
10	0.106	0.751	-1
11	0	0	0

#### IV.4. 11. Les plans de Mozzo

Les modèles de Mozzo présentent deux avantages : ils sont séquentiels et le nombre de niveaux d'étude est limité. Nous pouvons débiter par l'étude de 2 facteurs en 3 essais. Ensuite, si vous voulez étudier un troisième facteur, il vous suffit de faire 3 examens de plus. 12 essais permettent d'étudier 4 facteurs. Tous les plans de Mozzo ne permettent pas d'avoir un modèle de deuxième degré. Il est alors nécessaire de recourir à des plans quadratiques de Mozzo.

Tableau 7. Plans de mozzo pour 2,3 ou 4 facteurs

N° essai	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3	Facteur 4
1	0.268	+1	-1	-1
2	0.732	-0.732	-1	-1
3	-1	-0.268	-1	-1
4	-0.268	-1	+1	-1
5	-0.732	0.732	+1	-1
6	+1	0.268	+1	-1
7	-0.268	-1	-1	+1
8	-0.732	0.732	-1	+1
9	+1	0.268	-1	+1
10	0.268	+1	+1	+1
11	0.732	-0.732	+1	+1
12	-1	-0.268	+1	+1

#### IV.4. 12. Les plans de D-optimaux

Les contraintes expérimentales ne rendent pas toujours possible d'être dans les conditions idéales des plans d'expérience décrites ci-dessus. Dans cette situation, il est extrêmement commode d'utiliser les plans D-optimaux. Le choix de la localisation des points expérimentaux exige donc un logiciel de plans d'expérience. Il suffit de préciser le nombre d'expériences que l'on souhaite réaliser ainsi que le modèle a priori. Le logiciel calcule ensuite, en utilisant un algorithme d'échange, le plan le plus approprié à l'étude.

#### IV.4. 13. Les plans non conventionnels et leur éventuelle réparation

Il peut arriver que l'on soit en possession d'une série de résultats expérimentaux non obtenus sur la base d'un plan d'expérience. Dans ce cas, il a été démontré qu'il est possible

d'utiliser ces résultats avec prudence. Si la position des points expérimentaux ne s'éloigne pas trop de celles des plans classiques, les erreurs sur les coefficients du modèle sont faibles et les réponses prédites sont acceptables. Si la position des essais s'éloigne des plans classiques, il faut faire de nouveaux essais bien placés par rapport à ceux qui avaient été déjà réalisés. Les calculs nécessaires au choix de ces nouveaux points sont prévus dans les logiciels des plans d'expériences.

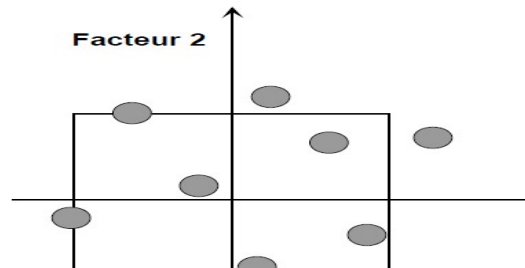


Figure 11. Plan non conventionnel

Ces types de plans d'expériences offrent une gamme d'options pour répondre aux besoins spécifiques de chaque étude, qu'il s'agisse de minimiser les essais, de maximiser l'information obtenue, ou de se concentrer sur des proportions précises de composants dans un mélange. Le choix du plan dépend des objectifs expérimentaux, du nombre de facteurs à tester, et de la complexité des interactions entre ces facteurs, permettant ainsi d'assurer un gain d'efficacité dans les études scientifiques et industrielles.

#### IV.5. Les plans de mélange

La méthodologie de surface de réponse des mélanges est spécialement conçue pour les expériences où les facteurs représentent des proportions de composants au sein d'un mélange. Contrairement aux autres types de plans, ici, la somme des niveaux des facteurs est contrainte, souvent à 100 %, car les proportions sont interdépendantes.

Cette approche est couramment utilisée dans les formulations de produits, comme dans les domaines chimiques, pharmaceutiques, ou agroalimentaires. L'objectif est d'optimiser le mélange des composants afin de maximiser certaines propriétés (comme la stabilité, la solubilité, ou l'efficacité), tout en tenant compte des interactions entre les proportions des composants.

*Exemple :* Dans la formulation d'un médicament, la surface de réponse des mélanges permet de déterminer les proportions optimales de différents excipients pour assurer une bonne biodisponibilité du principe actif. Ce type de plan est utile pour équilibrer les quantités de chaque composant afin de garantir une efficacité maximale du produit fini.

Il faut bien se rendre compte qu'il y a un plan de mélanges lorsque la réponse étudiée dépend des proportions des constituants du mélange et non des quantités de mélange utilisées. Si la réponse dépend de la quantité de mélange, il s'agit alors de plans d'expériences classiques pour lesquels le choix des niveaux est libre.

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.

#### IV.5. 1. Contrainte fondamentale des mélanges

Soit un mélange ayant  $n$  constituants, chaque constituant participe pour une certaine part au mélange total. Mais l'ensemble des constituants du mélange forme un tout et la somme de leurs teneurs est égale à 100 %. Lorsque l'on a défini les proportions des  $n - 1$  premiers constituants, la proportion du dernier ne peut plus être choisie, elle est déjà déterminée.

Si l'on note  $x_i$  la teneur en constituant  $i$ , la somme des teneurs de tous les constituants du mélange satisfait à la relation :

$$\sum_{i=1}^n x_i = 100\% \quad (36)$$

Si, au lieu d'utiliser les pourcentages, on ramène la somme des teneurs des différents constituants à l'unité (variables codées), on écrira :

$$\sum_{i=1}^n x_i = 1 \quad (37)$$

Cette relation s'appelle la contrainte fondamentale des mélanges. Les représentations géométriques des plans de mélanges sont différentes des représentations utilisées pour les plans d'expériences classiques et les modèles mathématiques sont eux aussi profondément modifiés.

#### IV.5. 2. Représentation géométrique des mélanges

On peut représenter les mélanges ternaires à l'aide d'un triangle équilatéral. Les produits purs sont aux sommets du triangle équilatéral. Les mélanges binaires sont représentés par les côtés du triangle (figure I.44). 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. Un point de la surface intérieure du triangle équilatéral représente un mélange ternaire. Les compositions de chaque produit se lisent sur les côtés du triangle

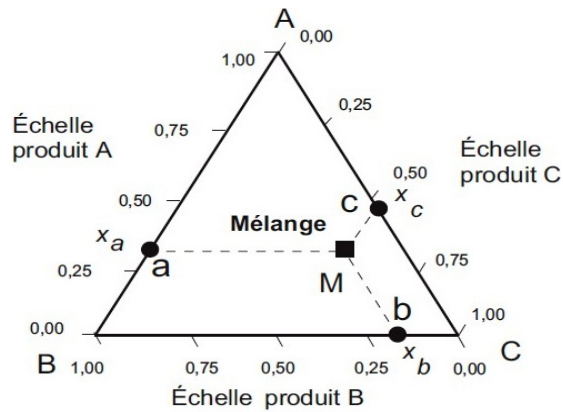


Figure 12. Présentations des mélanges à trois constituants

Il existe plusieurs types des mélanges selon l'emplacement des points représentatifs des compositions. On distingue :

#### IV.5. 2.1. Plans de mélange en réseaux

Les plans en réseaux (Simplex lattice designs). Pour les mélanges à trois constituants, le plus simple des plans de mélanges en réseaux ne contient que les trois produits purs. Les points représentatifs de ces produits sont aux sommets du triangle équilatéral (figure 12). Les coordonnées de ces points sont 0 et 1.

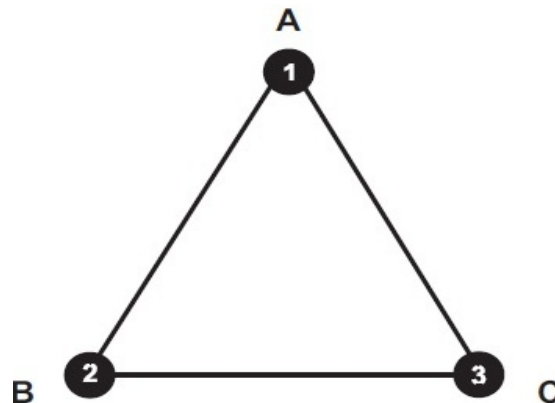


Figure 13. Plan de mélange ne comportant que les trois produits purs Présentations des mélanges à trois constituants

Si l'on désire un réseau de points plus serré (figure 13), il faut diviser la longueur des côtés 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  $m/m = 1$ . Ces plans sont nommés  $\{q, m\}$ :  $q$  est le nombre des constituants et  $m$  est le pas de réseau. Cette notation permet de calculer très rapidement le nombre de compositions 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 compositions différentes est égal à :

$$C_{q+m-1}^m = \frac{(q+m-1)!}{(m)!(q-1)!} \quad (38)$$

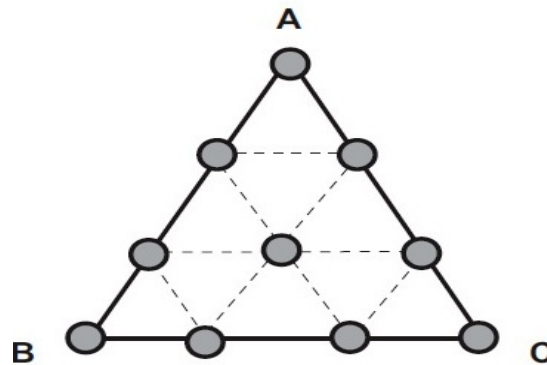


Figure 14. Plan de mélanges en réseaux (Simplex lattice designs) comportant les trois produits purs et les mélanges 1/3, 2/3 et 1/3, 1/3, 1/3 ce plan est noté  $\{3,3\}$

#### IV.5. 2.2. Plans de mélange centrés

Les plans de mélanges centrés (Simplex-centroid designs ) 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 (figure 14). Le nombre N des compositions à étudier pour un plan de mélange centré à q constituants est donné par la formule :

$$N = 2^q - 1 \quad (39)$$

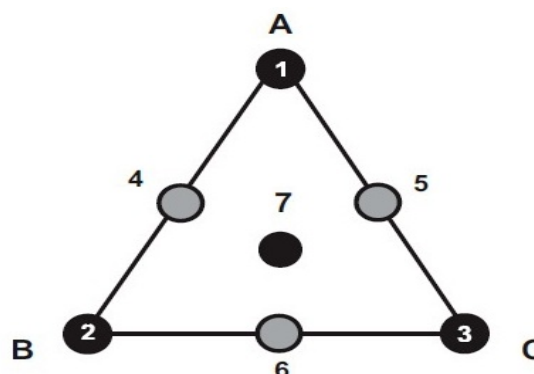


Figure 15. Plan de mélange centré

#### IV.5. 2.3. Plans de mélange centrés augmentés

Les plans de mélanges centrés augmentés (Augmented Simplex-centroid ) sont des plans de mélanges centrés auxquels on ajoute les centres de gravité des simplex unitaires (figure I.48 ).

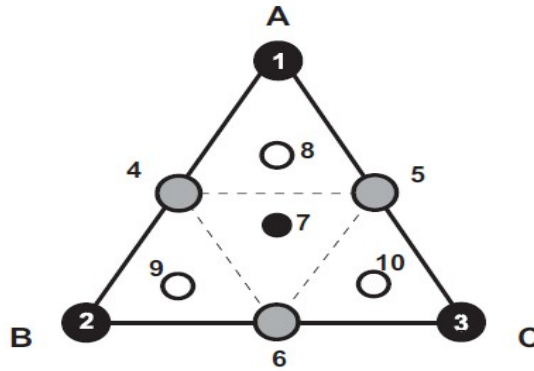


Figure 16. Plan de mélange centré augmenté

### IV.5. 3. Modèles mathématiques des plans de mélanges

Le modèle mathématique appliqué aux plans de mélanges prend en compte la contrainte fondamentale des mélanges. Pour cette raison, les plans de mélange de trois constituants sont représentés par un modèle cubique restreint au lieu un modèle cubique complet, qui ne comprend que les termes du premier degré, les termes rectangles et le produit des trois constituants :

$$y = a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_1x_3 + a_{23}x_2x_3 + a_{123}x_1x_2x_3 \quad (40)$$

Pour chaque point expérimental on peut obtenir une valeur Y de la réponse. Cette réponse est modélisée par un polynôme dont les coefficients sont les inconnues qu'il faut déterminer. A la fin du plan d'expériences, on a un système de n équations (s'il y a n essais) à p inconnues (s'il y a p coefficients dans le modèle choisi a priori). Ce système s'écrit d'une manière simple en notation matricielle :

$$Y = X \cdot a + \epsilon \quad (41)$$

Y : est le vecteur des réponses.

X : est la matrice de calcul, ou matrice du modèle, qui dépend des points expérimentaux choisis pour exécuter le plan et du modèle postulé.

a : est le vecteur des coefficients.

e : est le vecteur des écarts.

Ce système possède un nombre d'équations inférieur au nombre d'inconnues. Il y a n équations et p + n inconnues. Pour le résoudre, on utilise une méthode de régression basée sur le critère des moindres carrés. On obtient ainsi les estimations des coefficients :  $\hat{a}$

Le résultat de ce calcul est :

$$\hat{\alpha} = (X^t X)^{-1} X^t Y \quad (42)$$

Formule dans laquelle la matrice  $X^t$  est la matrice transposée de  $X$ .

Deux matrices interviennent constamment dans la théorie des plans d'expériences :

- La matrice d'information  $X^t X$
- La matrice de dispersion  $(X^t X)^{-1}$

## Chapitre V: Notions de statistiques appliquées aux plans d'expérience

Dans les modèles mathématiques des plans de mélanges, les coefficients ayant la plus forte valeur étaient les plus importants. Nous avons jugé l'importance des coefficients en les comparant entre eux. Ce qui nous manquait c'était une évaluation de l'incertitude attachée aux coefficients. Il y a deux sources d'erreurs sur la détermination des coefficients d'un modèle. Le premier est l'erreur commise sur chaque réponse, c'est l'erreur expérimentale. La seconde est le modèle mathématique lui-même qui n'est qu'une représentation plus ou moins bonne du phénomène étudié, c'est le manque d'ajustement. L'incertitude est constituée de ces erreurs. Quand on réalise plusieurs fois la même expérience dans les mêmes conditions opératoires et que l'on mesure les réponses, on trouve des valeurs qui sont proches les unes des autres mais qui sont différentes de l'une à l'autre. Il y a une dispersion des mesures. Cette dispersion traduit le fait que les réponses sont des grandeurs aléatoires. Il y a une erreur expérimentale attachée à chaque détermination d'une réponse. Cette erreur expérimentale se transmet aux coefficients. Pour mener à bien cette étude, il faut connaître les bases statistiques qui sont utilisées pour faire les calculs et appliquer les raisonnements corrects. Les logiciels nous soulagent de toute la partie calcul, mais il faut être capable d'interpréter les grandeurs statistiques qu'ils nous fournissent.

### V.1. Erreur expérimentale

En général, on prend la moyenne arithmétique comme valeur centrale et l'écart-type comme mesure de la dispersion.

#### V.1.1. Moyenne

La moyenne arithmétique  $\bar{y}$  d'un ensemble de  $n$  valeurs  $y_i$  est donnée par la relation :

$$\bar{y} = \frac{\sum y_i}{n} \quad (43)$$

#### V.1.2. Variance

La variance  $v$  est définie par la somme des carrés des  $n$  écarts à la moyenne divisé par  $n-1$  (le degré de liberté des écarts à la moyenne):

$$v = \frac{\sum (y_i - \bar{y})^2}{n-1} \quad (44)$$

#### V.1.3. Ecart type

L'écart type  $\sigma$  est défini par la racine carrée de la variance  $v$ :

$$\sigma = \sqrt{v} \quad (45)$$

## V.2. Population

Si on fait plusieurs mesures dans le même point expérimental on trouve plusieurs grandeurs différentes légèrement. Une infinité de mesures nous donne une population de grandeurs aléatoires caractérisées par :

- La moyenne de la population :  $\mu$
- L'écart type de la population :  $\sigma_{\text{population}}$
- La distribution

## V.3. Echantillon

Dans la statistique, un échantillon est tiré au hasard  $n$  valeurs dans la population. Un échantillon de  $n$  valeurs est caractérisé par :

- La moyenne de la population :  $\bar{y}$
- L'écart type de l'échantillon :  $\sigma_{\text{échantillon}}$
- L'histogramme des valeurs

Il est à noter que pour des plus grandes valeurs de  $n$ :  $\mu = \bar{y}$  et  $\sigma_{\text{population}} = \sigma_{\text{échantillon}}$ .

## V.4. Degré de liberté (ddl)

Les degrés de liberté (ddl) représentent la quantité d'informations fournies par les données que vous pouvez "consommer" pour estimer les valeurs des paramètres de population inconnus et calculer la variabilité de ces estimations. Cette valeur est déterminée par le nombre d'observations dans votre échantillon et le nombre de paramètres dans votre modèle.

La somme des écarts à la moyenne est toujours égale à 0. Par conséquent, quand on en connaît  $n-1$  écarts on peut calculer le dernier par une relation mathématique. Il n'y a donc que  $n - 1$  écarts indépendants. On dit que la série des  $n$  écarts à la moyenne possède  $n - 1$  degrés de liberté.

## V.5. Transmission des erreurs

D'un point de vue statistique, déterminer une réponse, c'est faire un tirage au hasard d'une valeur dans la population de ces réponses. Si l'on tire plusieurs réponses au hasard, elles ont de grandes chances d'être réparties autour de la moyenne  $\bar{y}$ . La variance de la moyenne de la population est définie par la relation :

$$v(\bar{y}) = \left(\frac{1}{n}\right)^2 \sum v(y_i) \quad (46)$$

Si les variances  $v(y_i)$  sont égales, on dit qu'il y a homoscedasticité et la variance devient :

$$v(\bar{y}) = \frac{1}{n} v(y_i) \quad (47)$$

Et l'écart type à la moyenne s'écrit :

$$\sigma_{\bar{y}} = \sqrt{v(\bar{y})} = \frac{\sigma_{y_i}}{\sqrt{n}} \quad (48)$$

Cette relation indique que plus  $n$  est grand, meilleure est la précision sur la moyenne.

## Chapitre VI: La signification statistique de la régression

L'analyse et la validation des résultats sont des étapes cruciales pour garantir la fiabilité et l'interprétabilité des modèles issus des plans d'expériences. Une analyse statistique rigoureuse permet de vérifier la pertinence des facteurs choisis et d'évaluer la qualité de la modélisation. Ce chapitre détaille les principaux outils utilisés pour analyser et valider les modèles expérimentaux.

L'Analyse de la Variance (ANOVA) est une technique statistique utilisée pour évaluer l'effet des facteurs étudiés et de leurs interactions sur la réponse. Elle repose sur la comparaison des variations intra-groupes (variabilité due à des facteurs non contrôlés) et inter-groupes (variabilité due aux facteurs étudiés), afin de déterminer si les différences observées entre les essais sont statistiquement significatives.

L'ANOVA permet notamment de :

- ✓ Identifier quels facteurs et interactions influencent significativement la réponse,
- ✓ Évaluer l'ampleur de l'effet de chaque facteur,
- ✓ Décider si le modèle statistique est suffisamment précis pour être utilisé dans les prévisions.

Pour chaque facteur et interaction, un test de signification est réalisé. Le résultat est exprimé sous forme de p-valeur, indiquant le niveau de signification statistique de chaque facteur. Plus la p-valeur est faible (généralement inférieure à 0,05), plus le facteur a un effet significatif sur la réponse.

*Exemple :* Lors d'une étude visant à optimiser la résistance d'un alliage métallique, l'ANOVA pourrait être utilisée pour déterminer l'impact de la température et de la pression appliquée. Si la p-valeur de la température est inférieure à 0,05, elle est considérée comme significative, indiquant qu'elle influence la résistance de manière notable.

Afin de tester la signification statistique du modèle de régression  $Y$ , nous devons faire les deux tests **f** et **t** et déterminer les hypothèses pour chaque test comme suit :

### VI.1. Analyse de la variance (le test f)

a/- Les hypothèses : les hypothèses doivent être déterminées comme suit :

- l'hypothèse nulle  $H_0$  :  $a_i = 0$
- l'hypothèse alternative  $H_1$  : il existe au minimum  $a_i \neq 0$ .

L'hypothèse nulle  $H_0$  stipule que tous les paramètres n'ont aucun effet sur la variable dépendante  $Y$ . par contre, il existe au minimum un paramètre à un effet sur la variable dépendante  $Y$  dans l'hypothèse alternative  $H_1$ .

b/- Le niveau de signification  $\alpha$ :

$\alpha$  est pris généralement égale à 0.05 ou bien 5%

c/- Calcul de la valeur f :

Les étapes de calcul de f sont résumées au tableau suivant :

Tableau 8. Analyse de la variance

Source des variations	Somme des carres	ddl	Carré moyen	Fisher (f)
Régression	$\sum (Y_i - \bar{y})^2$	ddl = p-1	$CMM = \frac{\sum (Y_i - \bar{y})^2}{p - 1}$	$f = \frac{CMM}{CMR}$
Résidus	$\sum (y_i - Y_i)^2$	ddl = n-p	$CMR = \frac{\sum (y_i - Y_i)^2}{n - p}$	
Réponses mesurées corrigées de la moyenne	$\sum (y_i - \bar{y})^2$	ddl = n-1		

$Y_i$  : réponses calculées,  $y_i$  : réponses mesurées,  $\bar{y}$  : la moyenne des réponses, ddl : le degré de liberté, CMM : carrée moyen du modèle, CMR : carrée moyen des résidus, p : nombre de coefficients, n : nombre des réponses mesurées (volume d'échantillon).

La valeur de f calculée est comparée avec celle de f tabulaire (table de distribution de f), Au degré de liberté du numérateur (ddl = p-1), au degré de liberté de dénominateur (ddl = n-p) et  $\alpha$  égale à 0.05. Si  $f_{calculée} \geq f_{tabulaire}$  : La régression linéaire multiple est statistiquement significative et il y a au moins un paramètre  $a_i$ , a un effet sur la variable dépendante Y. si non, la régression linéaire multiple n'est pas significative statistiquement, c.à.d. les paramètres  $a_i$  n'ont aucun effet sur la variable dépendante Y.

## VI.2. Le test t

a/- Les hypothèses :

Dans ce test les hypothèses suivantes sont choisies :

- l'hypothèse nulle  $H_0$  :  $a_i = 0$

- l'hypothèse alternative  $H_1$  :  $a_i \neq 0$

L'hypothèse nulle  $H_0$  stipule que le coefficient  $a_i$  n'a aucun effet sur la variable dépendante Y. Dans l'hypothèse alternative  $H_1$ , le coefficient  $a_i$ , a un effet sur la variable Y.

b/- Le niveau de signification  $\alpha$ :

$\alpha$  est pris généralement égale à 0.05 ou bien 5%

c/- Calcul de la valeur t :

La valeur de t est calculée selon la relation suivante :

$$t_{ai} = \frac{a_i}{\sigma_{ai}} \text{ et } \sigma_{ai} = \sqrt{\frac{\sum(y_i - \hat{y}_i)^2}{[\sum(x_{ik} - \bar{x}_i)^2 + (n-p)] \cdot [1 - (r_{x_1x_2 \dots x_p})^2]}} \quad (49)$$

$$r_{x_1x_2 \dots x_p} = \frac{n \sum x_1 x_2 \dots x_p - (\sum x_1)(\sum x_2) \dots (\sum x_p)}{\sqrt{(n \sum x_1^2 - (\sum x_1)^2) \dots (n \sum x_p^2 - (\sum x_p)^2)}} \quad (50)$$

$t_{ai}$  : est le t de student calculé du coefficient  $a_i$ ,  $\sigma_{ai}$  : est l'écart type du coefficient  $a_i$ ,  $x_{ik}$  : la valeur de paramètre  $x_i$  dans l'essai numéro k,  $\bar{x}_i$  : la moyenne des valeurs des paramètres  $x_i$ ,  $r_{x_1x_2 \dots x_p}$  : coefficient de corrélation entre les coefficients de régression.

Si la valeur absolue de t calculée  $\geq t$  tabulaire (table de distribution de t) au degré de liberté (n-p) et à  $\alpha$  égale à 0.05 dans le cas d'un test de deux sens, l'hypothèse nulle  $H_0$  est rejetée et l'hypothèse  $H_1$  est acceptée, c.à.d. le coefficient  $a_i$  est significatif et a un effet sur la variable Y. dans le cas où t calculée  $< t$  tabulaire, l'hypothèse nulle  $H_0$  est acceptée et le coefficient  $a_i$  n'a pas un effet sur la variable Y.

Les coefficients de régression, dont le coefficient de détermination  $R^2$ , le  $R^2$  ajusté et le  $R^2$  prédit, jouent un rôle clé dans l'évaluation de la qualité de l'ajustement du modèle statistique au phénomène étudié.

### VI.3. Coefficient de détermination $R^2$

$R^2$  mesure le pourcentage de variation de la réponse expliquée par le modèle par rapport à la variation totale. Un  $R^2$  proche de 1 indique que le modèle explique une grande part de la variabilité des données, ce qui suggère un bon ajustement. Cependant, un  $R^2$  élevé ne garantit pas à lui seul la fiabilité du modèle, notamment dans les cas où le nombre de facteurs est élevé par rapport au nombre d'essais.

Le  $R^2$  est le rapport de la somme des carrés des réponses calculées (corrigées de la moyenne) à la somme des carrés des réponses mesurées (corrigées de la moyenne), il est déterminé par la relation suivante :

$$R^2 = \frac{\sum(y_i - \bar{y})^2}{\sum(y_i - \bar{y})^2} \quad (51)$$

Ce coefficient est un bon indicateur de la qualité du modèle, il représente le taux de variations de la variable dépendante Y qui peuvent être exprimées par le modèle de régression. La signification statistique de  $R^2$  est estimée à partir le test de f :

$$f = \frac{\frac{R^2}{p-1}}{\frac{1-R^2}{n-p}} \quad (52)$$

Le  $f$  tabulaire est extrait au degré de liberté (ddl =  $p-1$ ) du numérateur, au degré de liberté (ddl =  $n-p$ ) du dénominateur et  $\alpha$  égale à 0.05. Si  $f_{\text{calculée}} \geq f_{\text{tabulaire}}$  : le  $R^2$  est statistiquement significatif, c.à.d. le rapport explicatif de la variance est statistiquement significatif.

Le  $R^2$  ne fonctionne comme prévu que dans un modèle de régression linéaire simple avec une variable explicative. Contrairement au  $R^2$  simple, le  $R^2$  ajusté prend en compte le nombre de facteurs et les degrés de liberté associés. Il pénalise l'ajout de facteurs inutiles, évitant ainsi le sur-ajustement du modèle (overfitting). Un  $R^2$  ajusté stable, proche du  $R^2$  initial, indique que le modèle est pertinent sans être artificiellement complexifié. Dans le cas d'une régression multiple composée de plusieurs variables indépendantes,  $R^2$  doit être ajusté en utilisant la formule suivante :

$$R^2_{\text{ajusté}} = 1 - \left[ (1 - R^2) \frac{(n-1)}{(n-p)} \right] \quad (53)$$

$R^2$  prédit est utilisé pour évaluer la capacité prédictive du modèle. Basé sur des données qui n'ont pas été utilisées pour construire le modèle, il fournit une indication de la fiabilité du modèle pour des observations futures. Un écart important entre le  $R^2$  ajusté et le  $R^2$  prédit signale souvent un manque de précision ou un risque de sur-ajustement.

*Exemple :* Dans un modèle de prévision de la durée de vie d'une batterie en fonction de facteurs tels que la température et l'humidité, un  $R^2$  de 0,95 suggère que le modèle explique 95 % de la variabilité observée. Si le  $R^2$  ajusté est également élevé, cela confirme que le modèle est bien adapté aux données sans être excessivement complexe. Si le  $R^2$  prédit reste proche de ces valeurs, le modèle sera considéré fiable pour des prévisions futures

#### VI.4. Analyse des résidus

Une fois le modèle ajusté, l'analyse des résidus (les écarts entre les valeurs observées et celles prédites par le modèle) est une étape cruciale pour vérifier la qualité du modèle.

La distribution des résidus doit être normalement distribuée autour de zéro. Si les résidus ne suivent pas cette distribution, cela peut indiquer que le modèle ne parvient pas à expliquer certains aspects de la réponse.

L'homogénéité de la variance signifie que les résidus doivent être dispersés de manière uniforme. Un modèle dont les résidus montrent une variance croissante pourrait indiquer une mauvaise adaptation aux données.

Les résidus doivent être indépendants entre eux, ce qui est vérifiable via un graphique des résidus. Une tendance dans ce graphique pourrait révéler une lacune dans le modèle.

*Exemple :* Supposons qu'un modèle soit utilisé pour prédire la pureté d'un produit chimique en fonction de la concentration et de la température de réaction. Si l'analyse des résidus révèle une forte concentration de points d'écart pour une certaine plage de température, cela pourrait indiquer qu'un facteur important a été omis ou qu'une transformation des données est nécessaire pour améliorer le modèle.

L'analyse des résidus est à partir la représentation graphique de la forme de distribution d'où les cotes  $Z_e$  des résidus sont représentées sur l'axe des ordonnées et les valeurs calculées de  $Y$  sur l'axe des abscisses. Si les points semblent répartis au hasard horizontalement autour l'axe  $Z_e=0$ , on dit que les valeurs calculées de  $Y$  ont une distribution normale et les résidus sont distribués naturellement comme il est montré dans l'exemple de la figure I.49.

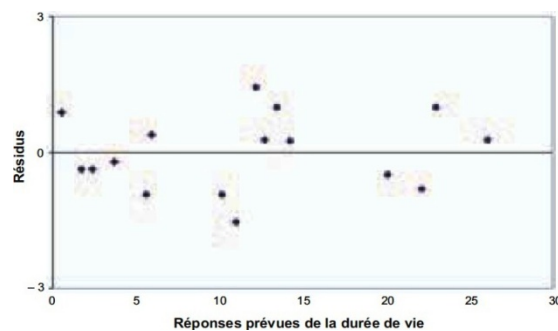


Figure 17. Résidus VS réponses prévues

La cote  $Z_e$  est calculée par la formule suivante :

$$Z_e = \frac{e_i - \bar{e}}{RMSE} \text{ et } RMSE = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-p}} \quad (54)$$

$e_i$  : le résidu,  $\bar{e}$  : la moyenne des résidus,  $RMSE$  : la racine carrée du carré moyen des résidus

## Chapitre VII : Les logiciels de plans d'expériences

Les logiciels de plans d'expériences sont programmés pour calculer des réponses dans tout le domaine d'étude, pour effectuer les analyses de variance, pour tracer des courbes d'isoréponses, pour construire les surfaces de réponse et pour déterminer les zones d'intérêt.

Cet ensemble de possibilités vous permet de réaliser rapidement de nombreuses analyses et de regarder vos données sous tous les angles. Il est ainsi possible d'extraire, en peu de temps, l'ensemble des informations présentes dans les résultats d'un plan d'expérience. Le logiciel des plans expérimentaux est devenu un outil absolument indispensable pour la réalisation de plans complexes et l'interprétation approfondie des résultats du plan.

Vous trouverez ci-dessous les principaux logiciels des plans d'expérience et les sites Internet correspondants. Certains d'entre eux fournissent aux personnes intéressées des versions de démonstration et certaines des versions complètes simplement limitées dans le temps.

Tableau 9. Sites internet des Principaux logiciels des plans d'expérience

Logiciel	Site internet
Design-Expert	<a href="https://www.statease.com">https://www.statease.com</a>
JMP	<a href="http://www.jmpdiscovery.com">http://www.jmpdiscovery.com</a>
Minitab	<a href="http://www.minitab.fr">http://www.minitab.fr</a>
Statistica	<a href="http://www.intesoft.com/produits/tech/statistica">http://www.intesoft.com/produits/tech/statistica</a>

### VII.1. Design-Expert©

Design-Expert© est un logiciel spécialisé dans la conception et l'analyse statistique des plans d'expériences (DOE). Il offre un ensemble d'outils intuitifs permettant aux utilisateurs de générer automatiquement des matrices d'expérimentation adaptées à leurs besoins, quelle que soit la complexité du problème étudié. Grâce à son interface graphique conviviale et ses puissantes fonctionnalités analytiques, le logiciel facilite l'identification des interactions entre les variables, l'optimisation des paramètres et la prédiction des réponses dans un domaine expérimental donné.

#### VII.1.1. Fonctionnalités principales

*Génération automatique des plans d'expériences* : Le logiciel propose divers modèles (plans factoriels complets, fractionnaires, centré, Box-Behnken, etc.) et permet de choisir facilement les niveaux des facteurs.

*Visualisation graphique* : Des outils graphiques permettent de représenter visuellement les effets principaux et les interactions entre les facteurs. Ces graphiques facilitent

l'interprétation des résultats et la prise de décision.

*Analyse statistique avancée* : Design-Expert© calcule les coefficients des modèles, réalise des analyses de variance (ANOVA), et fournit des indicateurs de qualité du modèle (tels que  $R^2$  et les p-values).

*Optimisation des processus* : Le logiciel permet d'identifier les conditions optimales du procédé expérimental en maximisant ou minimisant la réponse souhaitée, tout en explorant l'ensemble du domaine expérimental.

*Simulation et prédiction* : Une fois le modèle validé, il est possible d'utiliser Design-Expert© pour simuler le comportement du système dans différentes conditions et ainsi prévoir les performances sans réaliser d'essais supplémentaires.

*Application Pratique : Étude de l'Optimisation d'un Processus*

Prenons un exemple concret dans le domaine de la chimie des matériaux pour illustrer l'utilisation de Design-Expert©. Supposons que nous souhaitions optimiser la résistance mécanique d'un film composite polymère en étudiant l'effet de trois facteurs :

*A* : Température de séchage (par exemple, 60°C vs 80°C)

*B* : Concentration en polymère (10 g/L vs 30 g/L)

*C* : Teneur en renfort (5% vs 15%)

### VII.1.2. Étapes dans Design-Expert©

*Définition des facteurs et de leurs niveaux* : Dans l'interface, l'utilisateur saisit les trois facteurs avec les niveaux réels (par exemple, -1 pour 60°C et +1 pour 80°C, etc.).

*Choix du plan d'expériences* : Le logiciel propose plusieurs modèles. Pour notre cas, nous choisissons un plan factoriel complet  $2^3$  afin de couvrir toutes les combinaisons possibles.

*Saisie des résultats expérimentaux* : Une fois les essais réalisés en laboratoire, les valeurs mesurées (par exemple, la résistance en MPa) sont saisies dans le logiciel.

*Analyse des données* : Design-Expert© utilise l'algorithme de Yates pour calculer les effets principaux et les interactions. Des graphiques (par exemple, les diagrammes de Pareto ou les surfaces de réponse) permettent de visualiser l'influence de chaque facteur et de leurs interactions sur la réponse.

*Validation du modèle*: Le logiciel fournit des statistiques (telles que  $R^2$ ,  $R^2$  ajusté, et p-values) qui permettent de vérifier la fiabilité du modèle.

*Optimisation et Prédiction:* À partir du modèle mathématique obtenu, il est possible de simuler différentes combinaisons de facteurs pour identifier les conditions optimales qui maximisent la résistance mécanique. Le logiciel peut également prédire les performances du film composite dans des conditions non testées, réduisant ainsi le nombre d'expériences nécessaires.

### **VII.1.3. Avantages et Limitations de l'utilisation de Design-Expert©**

#### **VII.1.3.1. Avantages**

*Gain de temps et de ressources :* Réduction du nombre d'essais expérimentaux tout en obtenant des résultats fiables.

*Visualisation intuitive :* Graphiques clairs facilitant l'interprétation des effets et interactions.

*Flexibilité:* Adaptable à différents types de plans d'expériences et domaines d'application.

*Optimisation efficace :* Permet d'identifier rapidement les conditions optimales du procédé.

#### **VII.1.3.2. Limitations**

*Complexité initiale :* La prise en main peut nécessiter une formation, notamment pour interpréter correctement les résultats et gérer le phénomène d'aliasing dans les plans fractionnaires.

*Dépendance aux hypothèses :* Comme tout modèle mathématique, les prédictions reposent sur des hypothèses qui doivent être validées par des essais complémentaires.

L'utilisation de Design-Expert© représente une avancée majeure dans la conception et l'analyse des plans d'expériences. Ce logiciel permet de maximiser l'information extraite d'un nombre réduit d'essais, facilitant ainsi l'optimisation des processus industriels. Grâce à ses outils analytiques et graphiques, il offre aux chercheurs et ingénieurs une méthode systématique pour comprendre et améliorer les phénomènes complexes, tout en réduisant les coûts et le temps de développement. L'intégration de ce type d'outil dans la recherche en chimie des polymères permet de mieux maîtriser les interactions entre les facteurs et d'obtenir des formulations optimales pour des matériaux aux performances accrues.

## **VII.2. Minitab**

Minitab est reconnu pour sa simplicité d'utilisation et son interface conviviale. Il propose des outils complets pour la conception d'expériences, y compris la génération de plans factoriels complets et fractionnaires, l'analyse de variance (ANOVA) et la régression. Très apprécié dans le milieu académique et industriel, Minitab permet de traiter efficacement des ensembles de données variés et d'obtenir des résultats fiables en un temps réduit.

### **VII.3. JMP**

Développé par SAS, JMP offre une approche interactive et visuelle de l'analyse des données expérimentales. Son interface graphique dynamique facilite l'exploration des interactions entre les facteurs, la visualisation des surfaces de réponse et l'optimisation des processus. JMP est particulièrement adapté aux utilisateurs souhaitant une analyse intuitive et une grande flexibilité dans l'interprétation des résultats.

### **VII.4. Statgraphics**

Statgraphics propose une suite d'outils statistiques avancés pour la conception d'expériences, l'analyse de régression et l'optimisation.

Il permet de générer des plans factoriels et de réaliser des analyses complètes, avec une attention particulière portée à la visualisation des données. Ce logiciel est apprécié pour sa capacité à gérer des ensembles de données volumineux et à offrir une grande précision dans l'interprétation des interactions.

### **VII.5. DOE++**

Spécialisé dans la planification et l'analyse des plans d'expériences, DOE++ est souvent utilisé dans le secteur industriel pour optimiser les processus de fabrication. Il offre des fonctionnalités de modélisation prédictive et d'optimisation avancée, permettant ainsi d'identifier rapidement les conditions expérimentales les plus favorables pour améliorer la qualité des produits.

### **VII.6. R (avec des packages dédiés comme DoE.base, FrF2, rsm)**

Pour ceux qui maîtrisent la programmation, R offre une solution open source puissante. Les packages tels que DoE.base, FrF2 et rsm permettent de concevoir et d'analyser des plans d'expériences avec une grande flexibilité. R est idéal pour des analyses personnalisées et l'intégration avec d'autres outils statistiques, bien qu'il nécessite une courbe d'apprentissage plus prononcée.

Des logiciels tels que Design-Expert©, Minitab, JMP, Statgraphics, DOE++ et même R, avec ses packages dédiés, offrent des solutions puissantes pour planifier des expériences complexes, analyser les interactions entre facteurs et optimiser les processus industriels. Ces outils permettent de réduire le nombre d'expériences nécessaires, d'accroître l'efficacité et de garantir une meilleure précision dans l'interprétation des données, tout en facilitant la prise de décision pour le développement de produits et procédés.

## Chapitre VIII : Exemples

### VIII.1. Exemple1 : Un ciment équilibré

#### VIII.1. 1. Préparation du plan d'expérience

##### *Description de l'étude*

La mise au point de la formule d'un ciment nécessite d'équilibrer plusieurs propriétés pour obtenir un produit facile à utiliser. La présente étude traite de deux propriétés importantes, la plasticité et la vitesse de perte de plasticité. Dans la suite du texte la vitesse de perte de plasticité sera désignée plus simplement par vitesse de prise.

##### *Plasticité*

Pour être travaillé facilement, un ciment ne doit être ni trop dur ni trop coulant. Il doit être suffisamment mou pour prendre la forme que l'on désire et suffisamment rigide pour ne pas couler quand on le travaille ou qu'on le dépose. La propriété rhéologique correspondante est la plasticité et elle doit être comprise entre deux valeurs bien définies. La plasticité est mesurée avec la méthode du cône d'Abrams. C'est une méthode simple que l'on peut facilement réaliser sur un chantier. Elle ne nécessite pas de matériel compliqué et elle est suffisamment précise pour vérifier la plasticité d'un ciment. Un cône est taillé dans un bloc de plexiglas. On place sur une surface lisse, une plaque de plexiglas qui obstrue l'extrémité inférieure du cône. Puis, on remplit le cône du mélange à mesurer et d'un coup sec on le soulève. Le coulis s'étale plus ou moins loin sur la plaque et forme une flaque. On mesure alors le diamètre moyen de cette flaque.

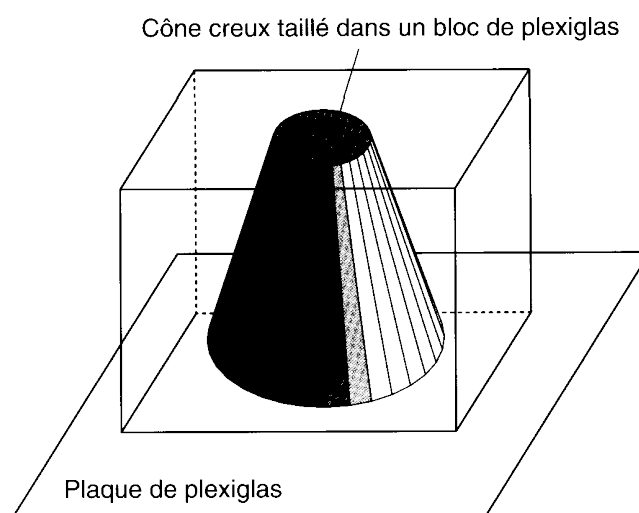


Figure 18. Schéma du montage de mesure avec le cône d' Abrams

### *Vitesse de prise*

La vitesse de prise d'un ciment ne doit être ni trop rapide ni trop lente. Si elle est trop rapide, on n'a pas le temps d'utiliser le ciment (il durcit trop vite) et si elle est trop lente, cela entraîne des retards de mise en œuvre. Là aussi, cette propriété doit être comprise entre deux valeurs bien définies. La vitesse de prise est déterminée en mesurant la variation de plasticité  $P$  entre deux instants différents  $t_1$  et  $t_2$ . On applique ensuite la relation suivante pour obtenir la vitesse moyenne de prise :

$$\text{Vitesse de prise} = \frac{\Delta P}{t_2 - t_1} \quad (55)$$

### *Composition d'un ciment*

Un ciment prêt à l'emploi se compose d'un ciment de base auquel on ajoute de l'eau et des additifs pour lui donner les propriétés recherchées. On améliore la plasticité du ciment de base en lui ajoutant un additif, le PNS (polyformaldéhyde naphthalène sulfonate). Mais cet additif a la malencontreuse propriété d'accélérer la prise du ciment. Il faut donc ajouter un second additif pour ralentir la vitesse de prise. Ce nouvel additif est la liqueur noire (sous-produit de l'industrie de la pâte à papier). Dans l'exemple, le ciment final et prêt à l'emploi a été préparé à partir de quatre constituants : le ciment de base, l'eau, la liqueur noire et le PNS.

#### **VIII.1. 2. Objectif de l'étude**

Trouver les compositions qui conduisent à un ciment prêt à l'emploi ayant :

- une plasticité comprise entre 120 et 130 mm ;
- une vitesse de prise comprise entre 30 et 40 en unités arbitraires de vitesse.

#### **VIII.1. 3. Réponses**

Le choix des réponses est évident : c'est la plasticité et la vitesse de prise des mélanges mesurées avec la méthode du cône d'Abrams.

#### **VIII.1. 4. Facteurs et domaine d'étude**

L'expérimentateur retient trois facteurs : Facteur 1 : rapport eau/ciment de base :

- niveau bas : 0,33 %,
- niveau haut: 0,35 % ;

Facteur 2 : pourcentage de liqueur noire :

- niveau bas: 0,12 %,
- niveau haut: 0,18 % ;

Facteur 3 : pourcentage de PNS :

-niveau bas : 0,080 %,

-niveau haut : 0,120 %.

Tableau 10. Facteurs retenus et domaine d'étude

Facteur	Niveau bas	Niveau moyen	Niveau haut
Rapport eau/ciment de base (1)	0,33 %	0,34 %	0,35 %
Liqueur noire (2)	0,12 %	0,15 %	0,18 %
PNS (3)	0,080 %	0,100 %	0,120 %

Le niveau moyen est celui de la préparation généralement utilisée avant le plan d'expériences.

### VIII.1. 5. Choix du plan d'expériences

Le responsable de l'étude décide d'étudier les trois facteurs avec un plan factoriel complet  $2^3$ . Le plan factoriel comporte donc 8 essais. Mais il est prudent d'ajouter un point de contrôle pour vérifier la validité du modèle mathématique. L'expérimentateur prévoit donc un point supplémentaire situé au centre du domaine d'étude et qui, dans le Tableau 11, porte le n°9. Cet essai supplémentaire ne sera pas utilisé pour le calcul des effets et des interactions, mais il sera précieux pour tester le modèle mathématique.

Voyons comment ce plan peut être construit avec le logiciel.

### VIII.1. 6. Construction du plan avec le logiciel

Les manœuvres sont identiques à celles que nous avons déjà utilisées pour le premier plan. Mais nous allons les détailler encore une fois pour qu'elles soient bien assimilées.

#### VIII.1. 6. 1. Entrer les réponses et les facteurs

##### *Réponses*

- Cliquez sur l'onglet DOE de la fenêtre JMP Starter.
- Cliquez sur le bouton Full Factorial Design pour obtenir la fenêtre intitulée DOE - Full Factorial Design.
- Ouvrez la rubrique Responses en cliquant sur le triangle bleu.
- Double-cliquez sur Y et remplacez cette lettre par Pl asti cite (ne pas mettre d'accent).
- Sous Goal choisissez Match Target (viser une cible).
- Sous Lower Limit saisissez 120.
- Sous Upper Limit saisissez 130.

- Cliquez sur Add Response et choisissez Match Target dans le menu déroulant qui apparaît.

Double-cliquez sur Y2 et remplacez ce nom par Prise. À l'usage on constate

Tableau 11. Plan d'expériences pour l'étude « Un ciment équilibré »

Essai n°	Rapport eau/ciment de base (1)	% liqueur noire (2)	% PNS (3)
1	-	-	-
2	+	-	-
3	-	+	-
4	+	+	-
5	-	-	+
6	+	-	+
7	-	+	+
8	+	+	+
9	0	0	0
-1	0,33 %	0,12 %	0,08 %
+1	0,35 %	0,18 %	0,12 %

».

- qu'il est préférable d'utiliser des noms courts pour les réponses. Entrez simplement Prise au lieu de Vitesse de prise.
- Sous Lower Limit saisissez 30.
- Sous Upper Limit saisissez 40.
- Ouvrez la rubrique Factors en cliquant sur le triangle bleu.

### Facteurs

- Ajoutez le premier facteur en cliquant sur le bouton Conti nuous et 2 Level.
- Double-cliquez sur X1 et remplacez ce nom par Eau/ciment.
- Ne modifiez pas Continuous.
- Ne modifiez pas le -1 et le 1 des rubriques Values.
- Ajoutez le second facteur en cliquant sur le bouton Conti nuous et 2 Level.
- Double-cliquez sur X2 et remplacez ce nom par Liqueur noire.
- Ne modifiez pas Conti nuous, -1 et 1.
- Ajoutez le troisième facteur en cliquant sur Conti nuous et 2 Level.
- Double-cliquez sur X3 et remplacez ce nom par PNS.
- Ne modifiez pas Continuous, -1 et 1. Vous devez avoir une fenêtre analogue à

la Figure 18.

- Cliquez sur le bouton Continue.

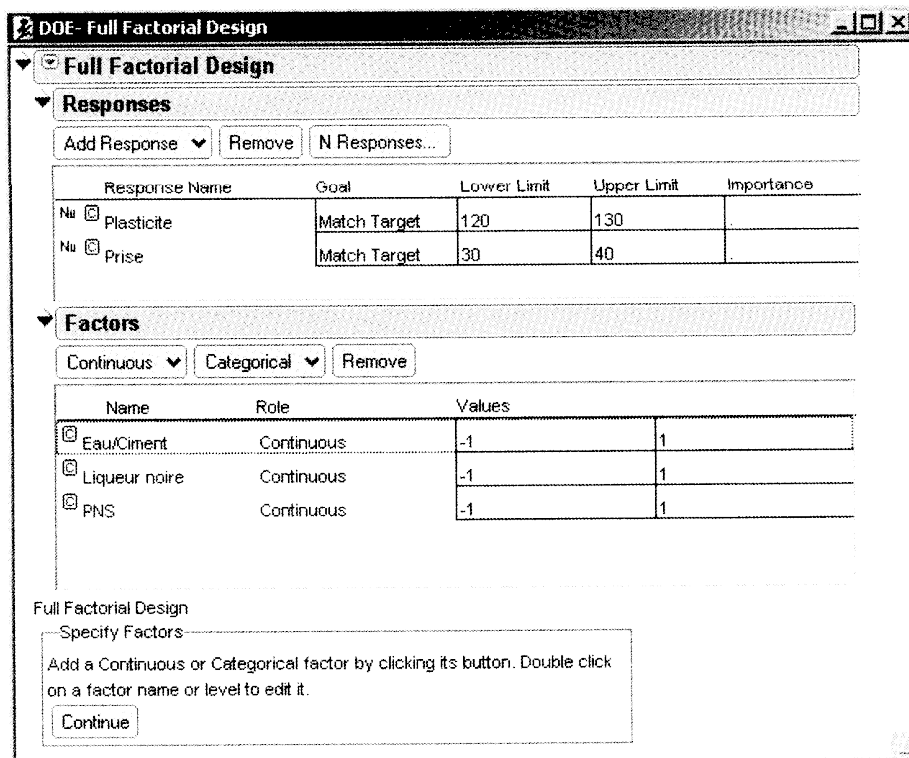


Figure 19. Introduction des réponses et des facteurs

### VIII.1. 6. 2. Définition du plan d'expériences

- Attention: ne laissez pas Randomize et choisissez Sort Right to Left.
- Mettez 1 dans Number of Center Points:.
- Laissez 0 dans Number of Replicates:.
- Cliquez sur le bouton Make Table (Figure19).

Le logiciel propose de mettre le point central en ligne n° 5, ce qui n'est pas notre choix. Nous allons déplacer cette ligne pour la mettre à la fin.

- Sélectionnez la ligne 5 en cliquant dessus. La ligne 5 est surlignée.
- Dans le menu principal, cliquez sur Rows. Un menu déroulant apparaît (Figure 20).

Design	Pattern	Eau/Ciment	Liqueur noire	PNS	Plasticite	Prise
1	---	-1	-1	-1	•	•
2	+-	1	-1	-1	•	•
3	-+	-1	1	-1	•	•
4	++	1	1	-1	•	•
5	000	0	0	0	•	•
6	--+	-1	-1	1	•	•
7	++	1	-1	1	•	•
8	++	-1	1	1	•	•
9	+++	1	1	1	•	•

Figure 19. Le plan « Ciment\_MT.jmp » construit à l'aide du logiciel.

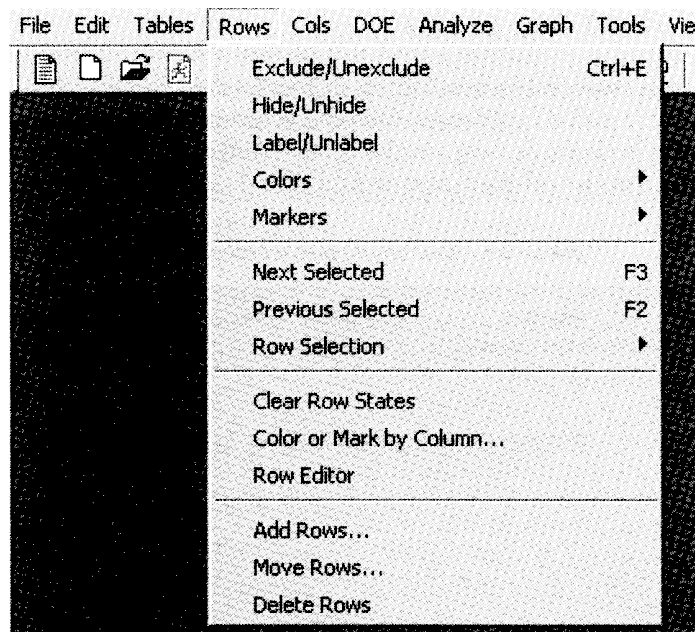


Figure 20. Menu déroulant permettant, entre autres, de déplacer une ou plusieurs lignes

- Cliquez sur Move Rows.... Dans la fenêtre qui apparaît, choisissez At end et cliquez sur le bouton OK.

La ligne 5 passe à la fin et la numérotation des lignes est réactualisée. Le point central porte maintenant le n° 9 (Figure 21).

### VIII.1. 7. Réalisation des essais

Pour chaque essai, on ajoute au ciment de base les deux additifs selon les proportions prévues par le plan d'expériences. On verse la quantité d'eau voulue et on mesure la plasticité et la vitesse de prise avec les cônes d'Abrams. Les résultats sont enregistrés et reportés dans les colonnes réponses du plan d'expériences (Tableau 5).

Design	Pattern	Eau/Ciment	Liqueur noire	PNS	Plasticite	Prise
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	•	•
9	000	0	0	0	•	•

Figure 21. Le plan« Ciment\_MT.jmp » réorganisé pour correspondre au Tableau 11

Tableau 12. Résultats du plan d'expériences« Ciment ».

Essai n°	Rapport eau/ciment de base (1)	% liqueur noire (2)	% PNS (3)	Plasticité	Vitesse de prise
1	-	-	-	109,5	44,27
2	+	-	-	120	45,45
3	-	+	-	110,5	31,36
4	+	+	-	124	34,55
5	-	-	+	117	42,73
6	+	-	+	130	45
7	-	+	+	121	28,18
8	+	+	+	132	26,36
9	0	0	0	120	38
-1	0,33 %	0,12 %	0,08 %		
+1	0,35 %	0,18 %	0,12 %		

C'est à partir de ce tableau que l'interprétation peut débuter.

### VIII.1. 8. Modélisation mathématique

Le modèle mathématique choisi a priori est le suivant :

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_1x_3 + a_{23}x_2x_3 + a_{123}x_1x_2x_3 \quad (56)$$

Ce modèle mathématique comporte :

- la réponse y ;

- un coefficient constant  $a_0$  ;
- trois termes comprenant un coefficient  $a_i$  (effets des facteurs) multiplié par les niveaux respectifs de chaque facteur;
- des termes comprenant un coefficient  $a_{ij}$  (interactions entre deux facteurs), et le produit des niveaux des facteurs pris deux à deux;
- un terme comprenant un coefficient  $a_{ijk}$  (interaction entre trois facteurs), et le produit des niveaux des facteurs pris trois à trois.

Il y a 8 coefficients, soit 8 inconnues. Les 8 essais vont permettre de calculer ces 8 inconnues. La résolution de ce système d'équations est laissée au logiciel. L'essai correspondant au point central est un point de contrôle et il ne doit pas intervenir dans le calcul des effets.

Le même modèle de base sera utilisé pour les deux réponses. Cependant, les coefficients seront différents pour les deux réponses. La représentation mathématique finale ne sera pas la même pour chacune des réponses.

### **VIII.1. 9. Interprétation du plan avec le logiciel**

La démarche générale consiste à :

- vérifier la validité des résultats ;
- entrer les résultats expérimentaux dans le tableur du logiciel ;
- donner les instructions au logiciel pour qu'il exécute les bons calculs;
- examiner les résultats des calculs ;
- interpréter les résultats des calculs ;
- rédiger les conclusions de l'étude.

La vérification des résultats des essais est une étape importante car la moindre erreur se répercute sur tous les effets et toutes les interactions. Cette erreur fausse l'interprétation et les conclusions de l'étude. L'expérimentateur doit rester vigilant et s'assurer que tous les résultats sont corrects. Au cours des différents exemples traités dans cet ouvrage nous montrerons comment il est parfois possible de détecter des anomalies. Mais cette phase de l'interprétation relève essentiellement de la responsabilité de l'expérimentateur et ne dépend pas de la théorie des plans d'expériences.

#### ***VIII.1. 9. 1. Entrer les résultats expérimentaux***

Il faut maintenant entrer les résultats expérimentaux dans les colonnes Plasticité et Prise.

- Appelez le fichier « Ciment\_MT.jmp ».

Chaque réponse doit être correctement associée à l'essai correspondant. Un décalage ou une erreur de transcription ruinerait les efforts de recherche et pourrait conduire à une interprétation erronée des résultats. Dans cet esprit, il est recommandé de conserver toujours la même présentation des plans. Dans le présent ouvrage, nous avons toujours suivi la présentation de Yates, qui est la présentation la plus généralement adoptée. Nous attirons simplement l'attention du responsable des essais sur ce problème sans pouvoir nous substituer à lui. Lorsque vous avez terminé de remplir le tableur, vous allez pouvoir entreprendre les calculs comme il est expliqué dans le paragraphe suivant.

Design	Pattern	Eau/Ciment	Liqueur noire	PNS	Plasticite	Prise
1	---	-1	-1	-1	109.5	44.27
2	+-	1	-1	-1	120	45.45
3	-+	-1	1	-1	110.5	31.36
4	++	1	1	-1	124	34.55
5	--	-1	-1	1	117	42.73
6	+-	1	-1	1	130	45
7	-++	-1	1	1	121	28.18
8	+++	1	1	1	132	26.36
9	000	0	0	0	120	38

Figure 22. Les résultats des essais sont entrés dans les colonnes des réponses

Si par hasard vous étiez obligé d'interrompre votre travail, ne recommencez pas toutes les manipulations à partir du fichier « Ciment\_MT.jmp ». La mise en forme du plan et l'introduction des résultats ont été réalisées : il vous suffira d'appeler le fichier « Ciment.jmp » pour exécuter les calculs.

### VIII.1. 9. 2. Préparer les calculs

Il faut maintenant préparer les calculs pour obtenir les effets et les interactions.

- Appelez le fichier « Ciment.jmp ».

On commence par exclure le point de contrôle des calculs :

- Cliquez sur la ligne 9 pour la sélectionner.
- Cliquez sur Rows du menu principal.
- Dans le menu déroulant, cliquez sur Exclude/Unexclude. Une marque ressemblant à une interdiction de stationner apparaît sur la ligne 9. Cela signifie que cette ligne ne sera pas prise en compte dans les calculs.

- Dans le même menu déroulant, cliquez sur Hide/Unhide. Une marque ressemblant à un masque (un loup) apparaît sur la ligne 9 à côté de la marque d'exclusion. Cela signifie que les représentations de la ligne 9 seront absentes des graphiques. Tout se passe comme si la ligne 9 n'existait pas.

La ligne 9 étant exclue, préparons les calculs en utilisant la fenêtre de modélisation.

- Cliquez sur Analyze du menu principal.
- Cliquez sur Fit Model pour obtenir la fenêtre de modélisation.
- Sélectionnez les trois facteurs dans le champ des intitulés de colonnes.
- Cliquez sur la flèche du bouton Macros et choisissez Factorial sorted.
- Le champ du modèle se remplit des différents termes du modèle. Le coefficient constant n'y figure pas, mais il est sous-entendu car la case No Intercept n'est pas cochée.

Design	Pattern	Eau/Ciment	Liqueur noire	PNS	Plasticite	Prise
1	--	-1	-1	-1	109.5	44.27
2	+--	1	-1	-1	120	45.45
3	--+	-1	1	-1	110.5	31.36
4	++-	1	1	-1	124	34.55
5	--+	-1	-1	1	117	42.73
6	++-	1	-1	1	130	45
7	+++	-1	1	1	121	28.18
8	+++	1	1	1	132	26.36
9	000	0	0	0	120	38

Figure 23. Le tableur est prêt pour réaliser les calculs

- Sélectionnez les deux réponses dans le champ des intitulés de colonnes.
- Cliquez sur le bouton Y pour introduire les réponses dans le champ du rôle des variables.

Choisissons maintenant le type d'analyse statistique.

- Cliquez sur le triangle noir à droite de la case Personal ity: et choisissez Standard Least Squares.
- Cliquez sur le triangle noir à droite de la case Emphasis: et choisissez Effect Screening.

Vous devez obtenir une fenêtre semblable à celle de la Figure 3.8. Si tel est le cas, il vous reste à effectuer l'opération suivante :

- Cliquez sur le bouton Run Model.

Les résultats des calculs sont affichés dans la fenêtre des résultats.

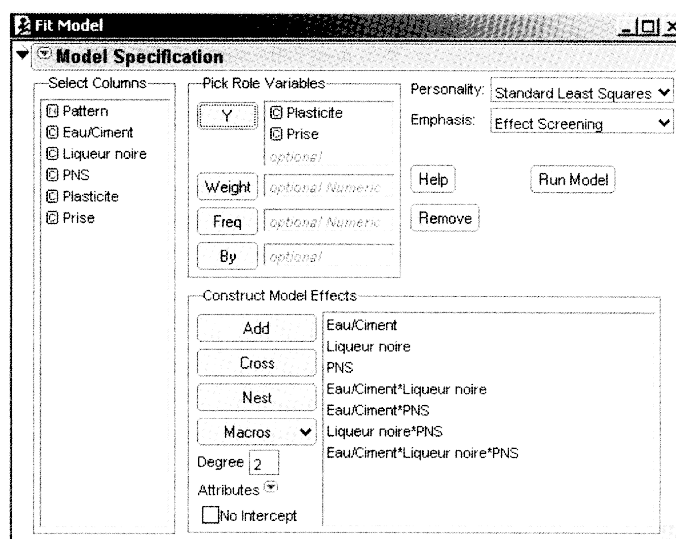


Figure 24. La fenêtre de modélisation est remplie

### VIII.1. 9. 3. Examiner les résultats des calculs

Les réponses sont d'abord examinées les unes après les autres. On recherche les facteurs influents et les interactions importantes. Les rubriques à consulter sont « Parameters Estimées », qui donne la valeur des coefficients, et « Scaled Estimées », qui indique la valeur des coefficients lorsque le domaine des facteurs est codé entre -1 et +1. Dans notre cas, ces valeurs sont les mêmes puisque nous avons choisi ce codage. On peut ensuite examiner les réponses dans leur ensemble. Pour cela, on consulte les « Profilers ».

#### Plasticité

L'examen des rubriques Parameter Estimées et Scaled Estimées de la Figure 25 montre que deux facteurs influent sur la plasticité, à savoir:

- le facteur 1 (rapport eau/ciment) dont l'effet vaut 6;
- le facteur 3 (pourcentage de PNS) dont l'effet vaut 4,5.

Quant au facteur 2, la liquueur noire, il n'a que peu d'influence sur la plasticité. Ce facteur a un effet trois fois plus faible que le pourcentage de PNS et quatre fois plus faible que le rapport eau/ciment.

Il n'y a pas d'interactions d'ordre 2 ou d'ordre 3 entre les facteurs.

Les coefficients donnés par le logiciel permettent d'établir le modèle mathématique qui relie la plasticité aux niveaux des facteurs. Dans la relation (57), on remplace:

- le coefficient constant  $a_0$  par la valeur de l'intercept: 120,5 ;

- le coefficient a1 par la valeur de l'effet du facteur eau/ciment: 6;
- le coefficient a2 par la valeur de l'effet du facteur liqueur noire : 1,375 ;
- le coefficient a3 par la valeur de l'effet du facteur PNS: 4,5 ;
- le coefficient a12 par la valeur de l'interaction eau/ciment\*liqueur noire : 0,125;
- le coefficient a13 par la valeur de l'interaction eau/ciment \*PNS : 0 ;
- le coefficient a23 par la valeur de l'interaction liqueur noire\*PNS : 0,125 ;
- le coefficient a123 par la valeur de l'interaction eau/ciment\*liqueur noire\*PNS : -0,625.

On obtient ainsi le modèle mathématique de la plasticité :

$$y_{\text{Plasticité}} = 120,5 + 6x_1 + 1,375x_2 + 4,5x_3 + 0,125x_1x_2 + 0x_1x_3 + 0,125x_2x_3 - 0,625x_1x_2x_3 \quad (57)$$

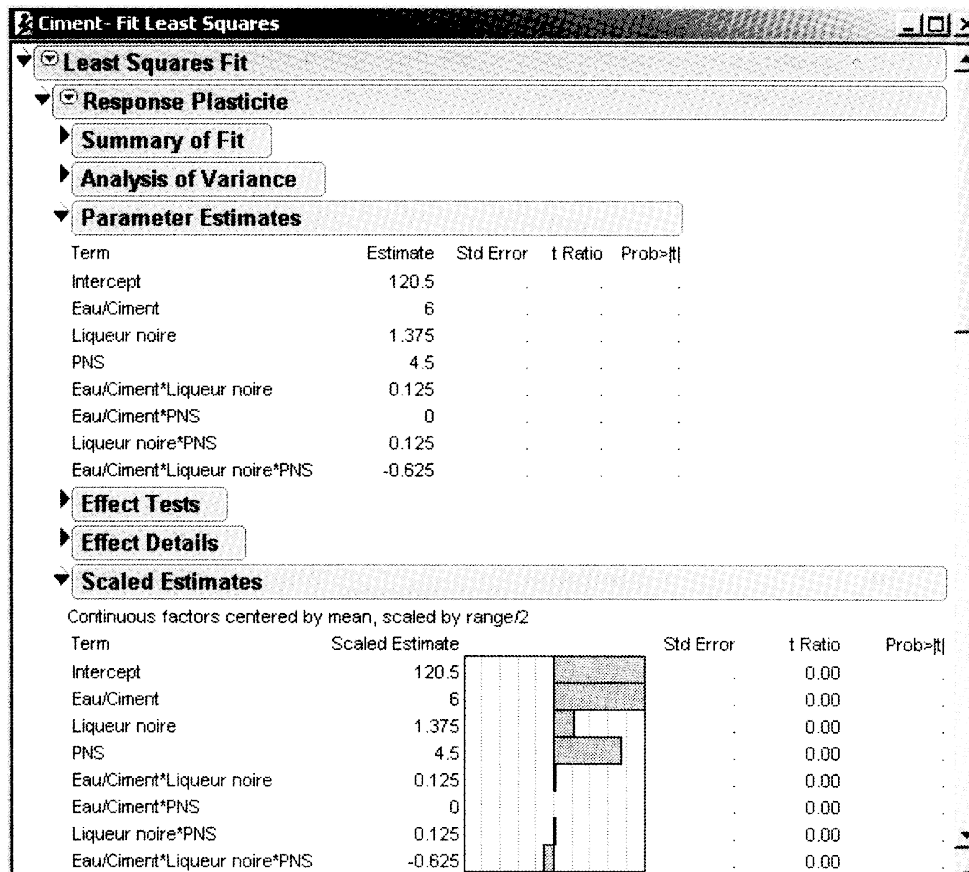


Figure 25. Coefficients du modèle de la réponse Plasticité

Pour vérifier la validité de ce modèle, on calcule la valeur de la réponse au centre du domaine d'étude. Cela est très facile puisqu'il suffit d'attribuer la valeur 0 aux niveaux des trois facteurs. La réponse calculée est alors égale à la valeur de l'intercept:

$$Y_{\text{plasticité calculée au centre}} = 120.5$$

Or nous avons mesuré la valeur au centre. C' était l'essai n° 9. Si la valeur prévue par le modèle est proche de celle qui a été mesurée, on admet que le modèle est valide. Ici nous avons une plasticité de 120. Il n'est pas nécessaire de faire des calculs statistiques pour conclure que la valeur prévue est proche de la valeur mesurée. Pour la plasticité le modèle est donc considéré comme valide.

### Vitesse de prise

La Figure 16 montre qu'un seul facteur, le pourcentage de liqueur noire, influe sur la vitesse de prise. L'effet de la liqueur noire est négatif et vaut -7,125. Il n'y a pas d'interactions d'ordre 2 ou d'ordre 3 entre les facteurs.

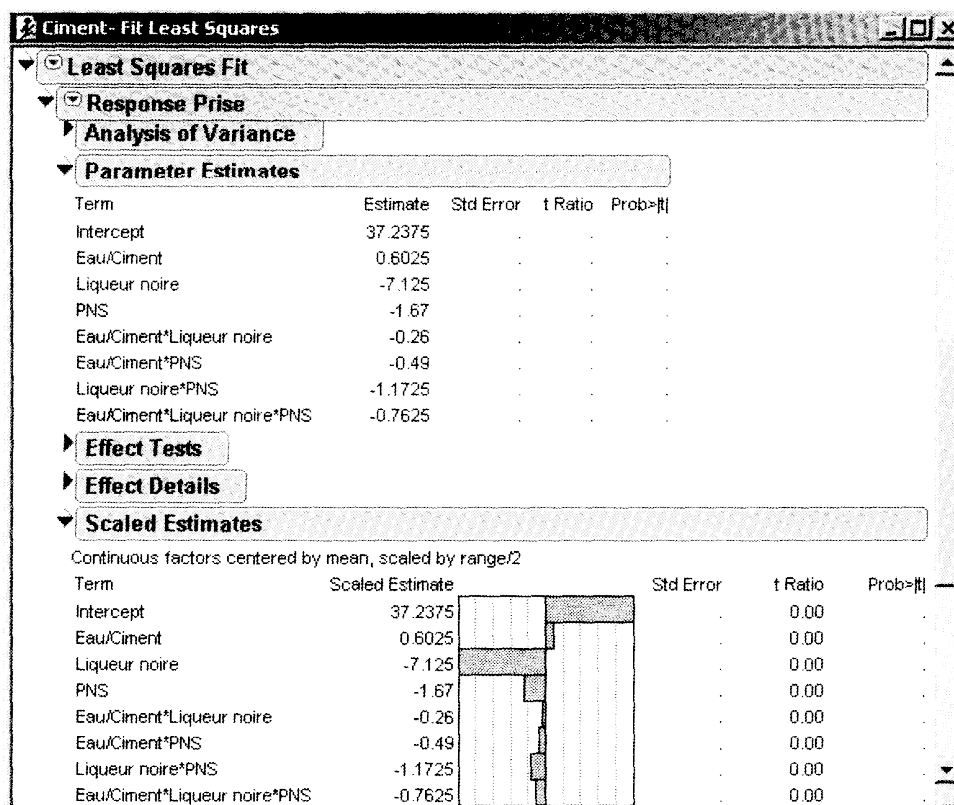


Figure 26. Coefficients du modèle de la réponse Vitesse de prise

On obtient le modèle mathématique de la vitesse de prise de la même manière que celui de la plasticité :

$$y_{\text{prise}} = 37,24 + 0,60x_1 - 7,12x_2 - 1,67x_3 - 0,26x_1x_2 - 0,49x_1x_3 - 1,17x_2x_3 - 0,76x_1x_2x_3 \quad (58)$$

La valeur mesurée au centre du domaine d'étude est 38. Elle est très proche de la valeur calculée avec le modèle, 37,25. On peut donc admettre que le modèle de la vitesse de prise est valide.

## VIII.2. Exemple 2 : l'optimisation de la formulation d'un béton à haute résistance BHR

Au cours de cet exemple, nous nous sommes intéressés aux plans d'expériences associés aux plans factoriels complets pour optimiser la formulation de BHR et pour visualiser l'effet des paramètres de composition sur la maniabilité et sur la résistance à la compression du béton à 28 jours  $R_{c28}$ .

### VIII.2.1. Niveaux des facteurs

Le domaine expérimental, constitué de 03 facteurs et défini par leurs niveaux bas et hauts, est résumé dans tableau 13.

Tableau 13. Valeurs des paramètres

Paramètre	Niveau -1	Niveau +1
E/C	0.3	0.35
$D_{\max}$ (mm)	12.5	16
Sp (%)	1	1.4

### VIII.2.2. Résultats et analyses

Selon la méthode des plans d'expérience, le nombre des essais :  $N = 2^3 = 8$  essais comme le montre le tableau d'expérimentation suivant :

Tableau 14. Tableau d'expérimentation

N°essai	E/C	$D_{\max}$	SP
1	0.3	12.5	1
2	0.3	12.5	1.4
3	0.3	16	1
4	0.3	16	1.4
5	0.35	12.5	1
6	0.35	12.5	1.4
7	0.35	16	1
8	0.35	16	1.4
9	0.325	12.5	1.2
10	0.325	16	1.2

Les essais 9 et 10 sont des essais de vérification.

Les dosages de différentes formulations selon la méthode de DREUX Gorisse sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 15. Dosages des différentes formulations

N°	E/C	Dmax (mm)	SP%	Ciment (kg/m <sup>3</sup> )	Eau (L/m <sup>3</sup> )	Sable (kg/m <sup>3</sup> )	G3-8 (kg/m <sup>3</sup> )	G8-12.5 (kg/m <sup>3</sup> )	G8-16 (kg/m <sup>3</sup> )
1	0.3	12.5	1	400	147.71	761.71	533.08	561.14	/
2	0.3	12.5	1.4	400	146.59	761.71	533.08	561.14	/
3	0.3	16	1	400	147.08	726.04	322.52	/	834.75
4	0.3	16	1.4	400	145.96	726.04	322.52	/	834.75
5	0.35	12.5	1	400	167.71	761.71	533.08	561.14	/
6	0.35	12.5	1.4	400	166.59	761.71	533.08	561.14	/
7	0.35	16	1	400	167.08	726.04	322.52	/	834.75
8	0.35	16	1.4	400	165.96	726.04	322.52	/	834.75
9	0.325	12.5	1.2	400	153.22	761.71	533.08	561.14	/
10	0.325	16	1.2	400	156.52	726.04	322.52	/	834.75

D'après la méthode des plans d'expérience, nous avons : 03 effets principaux, 04 interactions binaires et 01 interaction ternaire. Le polynôme qui représente les effets des paramètres et leurs interactions devient de cette forme :

$$y = a_0 + E * a_1 + D * a_2 + S * a_3 + E * D * a_{12} + E * S * a_{13} + D * S * a_{23} + E * D * S * a_{123} \quad (59)$$

D'où :

E, D et S : sont respectivement les valeurs de E/C, diamètres max des granulats Dmax (mm) et le dosage en superplastifiant Sp %

a<sub>0</sub> : constante, c'est le centre du domaine (la moyenne des réponses mesurées). a<sub>1</sub>, a<sub>2</sub> et a<sub>3</sub> : sont les effets principaux des paramètres. a<sub>12</sub>, a<sub>13</sub> et a<sub>23</sub> : les interactions binaires. a<sub>123</sub> : interaction ternaire.

Tableau 16. Matrice des effets et interactions en variables codés

N° essai	E	D	S	E*D	E*S	D*S	E*D*S	constante
1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	1
5	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1
3	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1
7	1	1	-1	1	-1	-1	-1	1
2	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1
6	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1
4	-1	1	1	-1	-1	1	-1	1
8	1	1	1	1	1	1	1	1

Les résultats des essais en termes d'affaissement, de résistance à la compression à 28<sup>ème</sup> jour Rc28, et de température de mélange, sont résumés dans le tableau 17. Les deux essais de vérification (9 et 10) sont effectués pour estimer l'erreur expérimentale du modèle (tableau 18). Les réponses mesurées et calculées de ces deux essais, sont résumées au tableau 18.

Tableau 17. Résultats

N° essai	Aff (cm)	Rc <sub>28</sub> (Mpa)	Température du mélange (°c)
01	5.3	53.189	19
02	19.5	51.2855	18.6
03	6	57.28	18.3
04	20	50.679	18.9
05	18.5	55.144	19
06	22	71.8405	17.3
07	19.5	61.183	17.8
08	22.5	52.0015	19

Tableau 18. Résultats des formulations 9 et 10

N° essai	Réponses mesurées		Réponses calculées	
	Aff (cm)	Rc <sub>28</sub> (Mpa)	Aff (cm)	Rc <sub>28</sub> (Mpa)
9	17.5	56.234	16.3	57.865
10	21	53.312	17	55.286

Le logiciel JMP version 7 est utilisé dans l'estimation et le criblage des coefficients des modèles de prédiction des valeurs d'affaissement et de Rc28.

Tableau 19. Estimation des coefficients : affaissement

Terme	Estimation	P-value	R carré	Réponses mesurées	Réponses calculées
Constante	16.6625	9.83E-08	0.999	5.3	5.3
E	3.9625	7.30E-06		18.5	18.7
D	0.3375	0.01063829		6	6
S	4.3375	5.57E-06		19.5	19.3
E*S	-2.7125	0.00002274		19.5	19.4
				22	21.9
				20	20.1
				22.5	22.6

Le tableau 19 présente les coefficients du modèle de prédiction de l'affaissement où on peut voir clairement que les réponses calculée et mesurées sont semblables avec un coefficient de détermination  $R^2=0.999$ . La valeur P ou P-value présente le degré de signification des termes. Une valeur de P doit être proche de 0 ou  $\leq 0.05$ , c'est le critère de sélection des termes du modèle de prédiction. D'après le tableau 19, les termes les plus influents sont E, D, S et E\*S, tandis que les autres termes n'ont pas d'influence significatives donc ils sont éliminés. Les termes S et E qui représentent respectivement le dosage en superplastifiant et le rapport E/C, ont les valeurs des termes les plus grandes avec les valeurs P-value les plus petites et proches de 0. Cela veut dire que l'effet du dosage en superplastifiant et le rapport E/C sont les prépondérants sur la maniabilité du béton. Les résultats montrent aussi que la maniabilité du béton est proportionnelle au rapport E/C et au dosage en superplastifiant. L'effet de superplastifiant est limité par le dosage de saturation (point de saturation) qui correspond à la valeur de 1.4% dans le cas de notre couple ciment/superplastifiant. Au delà du dosage de saturation, le superplastifiant n'a aucun effet fluidifiant et en outre, l'effet lubrifiant de l'eau de gâchage est proportionnel au rapport E/C. Une partie de cette dernière forme une pellicule autour des granulats plus au moins épais permettant ainsi de lubrifier le mélange .

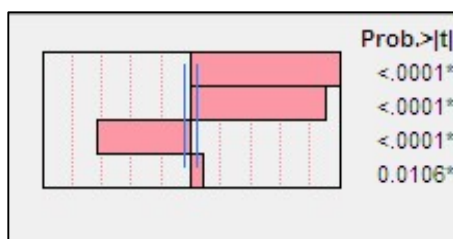


Figure 27. P-value : affaissement

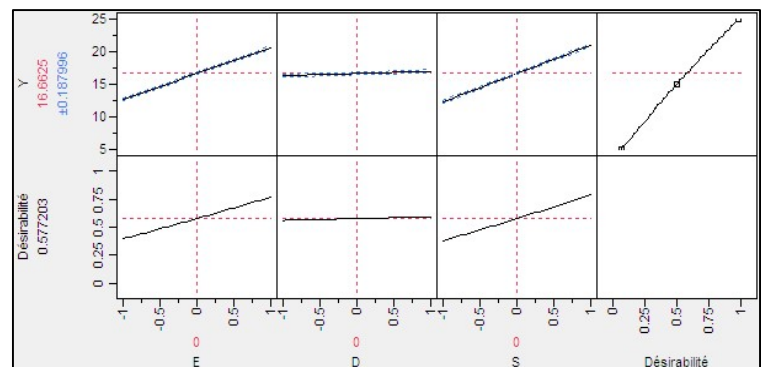


Figure 28. Profileur de prévision

### *Affaissement*

Le profileur de prévision illustré dans la figure 28, montre la variation de la réponse en fonction de chaque paramètre séparément. Le paramètre D qui représente l'effet de diamètre max des granulats, a un effet négligeable sur la variation de réponse (maniabilité du béton). On peut maximiser la desirabilité par le logiciel JMP pour avoir les valeurs optimales des

paramètres qui donnent une réponse maximale (figure 29). D'où pour avoir la meilleure ouvrabilité le rapport E/C doit être égale à 0.35 et Sp% doit être égale à 1.4%.

D'après le tableau 20, les réponses calculées et mesurées sont presque identiques avec un coefficient  $R^2=0.999$ . L'effet du paramètre E est le plus important sur la prédiction de la résistance du béton à la compression. L'accroissement du rapport E/C augmente la résistance du béton à la compression et ce n'est pas toujours le cas. En effet, l'excès d'eau de gâchage a pour conséquence d'éloigner les grains de ciment les uns des autres, il en résulte une porosité créée par la place prise par l'eau libre [5] ce qui diminue la résistance à la compression. Dans notre cas nous avons estimé la résistance à la compression pour E/C égale à 0.3 et 0.35.

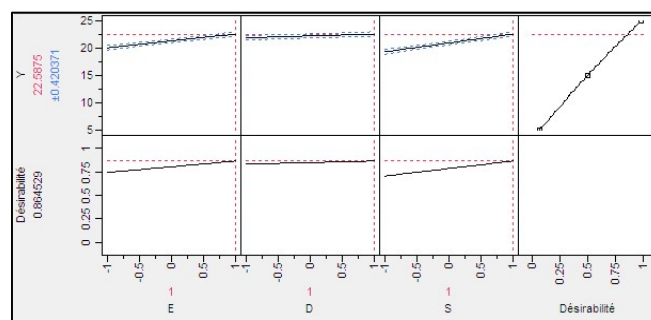


Figure 29. Désirabilité maximale : affaissement

Tableau 20. Estimation des coefficients : Rc28

Terme	Estimation	P-value	R carré	Réponses mesurées	Réponses calculées
Constante	56.5753125	0.0013918	0.999	53.189	53.065
E	3.4669375	0.02270261		55.144	55.020
D	-1.2894375	0.0608806		57.28	57.156
E*D	-2.1605625	0.03640536		61.183	61.059
E*S	2.0024375	0.03927313		51.285	51.409
D*S	-3.8219375	0.02059543		71.840	71.964
E*D*S	-2.6475625	0.02971968		50.679	50.802
				52.001	52.125

Notant que la valeur de 0.3 pour le rapport E/C est considérée comme faible. La résistance la plus élevée est obtenue avec la valeur de 0.35 du rapport E/C. Cela peut être traduit par l'hydratation élevée des grains de ciment. En effet, l'eau de gâchage imbibe progressivement les grains de ciment ( $C_3S$ ,  $C_2S$ ). La réaction de  $C_3S$  avec l'eau donne des silicates de calcium hydratés CSH insolubles dans l'eau. Les silicates de calcium hydratés s'empilent et forment

des aiguilles. L'enchevêtrement de ces aiguilles est à l'origine du raidissement du béton. Le terme D de l'effet de diamètre max montre que l'augmentation du diamètre max des granulats peut diminuer la résistance à la compression. Il existe une certaine controverse concernant l'effet de la taille maximale des agrégats  $D_{max}$  sur la résistance du béton. Dans la pratique, une légère réduction du besoin en eau pour une ouvrabilité donnée peut être atteinte par une augmentation de  $D_{max}$ , par exemple de 12 à 25 mm. Cependant, dans le béton à haute résistance, le gain de résistance associé à cette augmentation de  $D_{max}$  ne peut pas être assez important pour compenser la perte de résistance due aux effets indésirables.

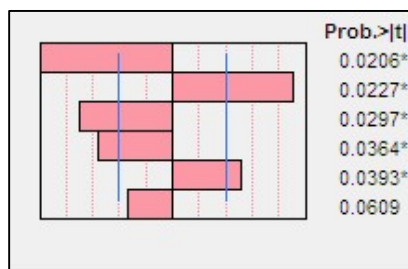


Figure 30. P-value : Rc28

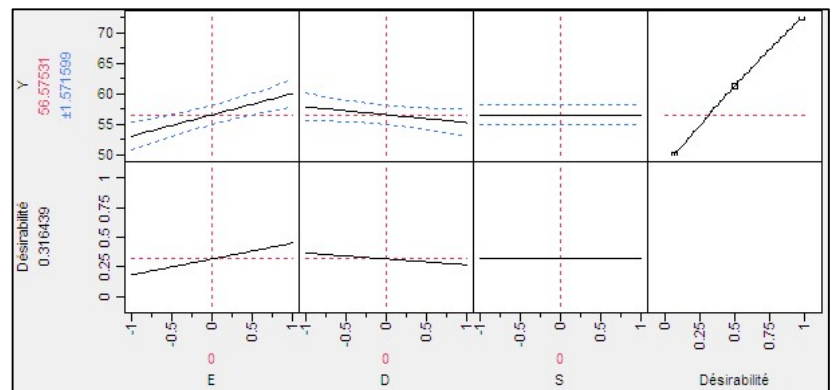


Figure 31. Profileur de prévision : Rc28

Premièrement, avec l'augmentation de  $D_{max}$ , la zone de transition devient plus grande et plus hétérogène, et deuxièmement, dans la plupart des types des roches, les granulats de petits diamètres sont généralement plus résistants que les gros granulats. En effet, le processus de réduction de la taille élimine souvent les défauts internes de l'agrégat, tels que les gros pores, les microfissures...etc.

D'après le profileur de prévision, on peut voir clairement l'effet négatif de l'augmentation du diamètre max des graviers sur la résistance du béton à la compression Rc28. La meilleure désirabilité comme il est montré dans la figure 31, est d'augmenter la valeur d'E/C jusqu'à 0.35 et de diminuer le diamètre des granulats jusqu'à 12.5mm.

Les polynômes de prédiction des valeurs d'affaissement et de la résistance à la compression  $Rc_{28}$  en variables codés sont comme suit :

$$Aff (cm) = 16.6625 + 3.9625 * E + 0.3375 * D + 4.3375 * S - 2.7125 * E * S \quad (60)$$

$$Rc_{28} (Mpa) = 56.5753125 + 3.4669375 * E - 1.2894375 * D - 2.1605625 * E * D + 2.0024375 * E * S - 3.8219375 * D * S - 2.6475625 * E * D * S \quad (61)$$

### VIII. 3. Exemple 3 : Etude de l'effet de la pouzzolane naturelle et du calcaire broyés sur les propriétés physico-mécaniques des bétons à hautes performances

La modélisation statistique des caractéristiques physicomécaniques des BHP étudiés en utilisant l'approche du plan de mélange nous a permis de quantifier l'effet de chaque paramètre séparément et en interaction avec les autres paramètres, ainsi l'optimisation de la formulation du BHP. Dans cet exemple, les étapes d'application de la méthode des plans d'expérience sont récapitulées. Le logiciel JMP7 a été utilisé afin de faciliter les calculs statistiques et le traçage des courbes iso réponses ainsi que les courbes de corrélation entre les valeurs mesurées et prévues et entre les résidus et les valeurs prévues.

#### VIII. 3. 1. L'approche du plan de mélange

Cette approche est basée sur les effets de différents facteurs clés, tels que la teneur en ciment et les ajouts minéraux, sur l'ouvrabilité et les résistances mécaniques du BHP frais et durci. Elle permet de réduire considérablement le nombre d'expériences, de planifier et de faciliter l'étude. Le présent travail est destiné principalement à l'investigation sur l'influence du filler calcaire LF et de la pouzzolane naturelle PF sur les caractéristiques physico-mécaniques d'un béton à haute performance (BHP) de classe I ( $50\text{MPa} < \text{RC}_{28} < 75\text{MPa}$ ), en optant pour un plan de mélange à trois facteurs (ciment portland PC, LF et PF) avec la substitution de 25 % (100kg) de ciment (domaine expérimental) (figure 32)

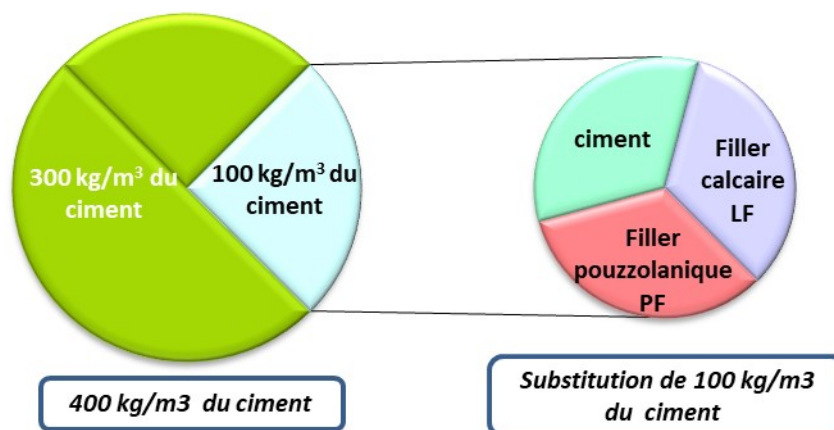


Figure 32. La substitution du ciment par les ajouts minéraux

Les facteurs sont pris en proportions massiques, leur somme en variables codées est égale à l'unité. Le domaine expérimental est limité par une contrainte, tel que :

$$PC+LF+PF=1 \quad (62)$$

Le nombre de formulations est donné par l'équation suivante :

$$N = \frac{(q+m-1)!}{(m)!(q-1)!} \quad (63)$$

Où (q) est le nombre de facteurs et (m) est le nombre de niveaux. Il convient de rappeler que Cinq niveaux pour trois facteurs ont été choisis dans cette étude. Par conséquent, le nombre des essais (N) est égal à 21 essais. La figure (33) représente les positions des 21 formulations sur le diagramme ternaire, ils sont distribués selon le dosage en PC, LF et PF (tableau III.1). Le modèle de la variation statistique des valeurs mesurées est un polynôme de deuxième degré en variables dépendantes PC, LF et PF. Il peut être exprimé comme:

$$R = a_1 * PC + a_2 * LF + a_3 * PF + a_{12} * PC * LF + a_{13} * PC * PF + a_{23} * LF * PF \quad (III.3)$$

Où (R) est la réponse prédite et (a<sub>1</sub>, a<sub>2</sub>, a<sub>3</sub>, a<sub>12</sub>, a<sub>13</sub> et a<sub>23</sub>) sont les coefficients du modèle. Ces coefficients doivent être déterminés selon les 21 formulations pour chaque caractéristique étudiée.

Tableau 21. Les valeurs des facteurs en variables codées

N°	Ciment	LF	PF
1	0	0	1
2	0	0.2	0.8
3	0	0.4	0.6
4	0	0.6	0.4
5	0	0.8	0.2
6	0	1	0
7	0.2	0	0.8
8	0.2	0.2	0.6
9	0.2	0.4	0.4
10	0.2	0.6	0.2
11	0.2	0.8	0
12	0.4	0	0.6
13	0.4	0.2	0.4
14	0.4	0.4	0.2
15	0.4	0.6	0
16	0.6	0	0.4
17	0.6	0.2	0.2
18	0.6	0.4	0
19	0.8	0	0.2
20	0.8	0.2	0
21	1	0	0

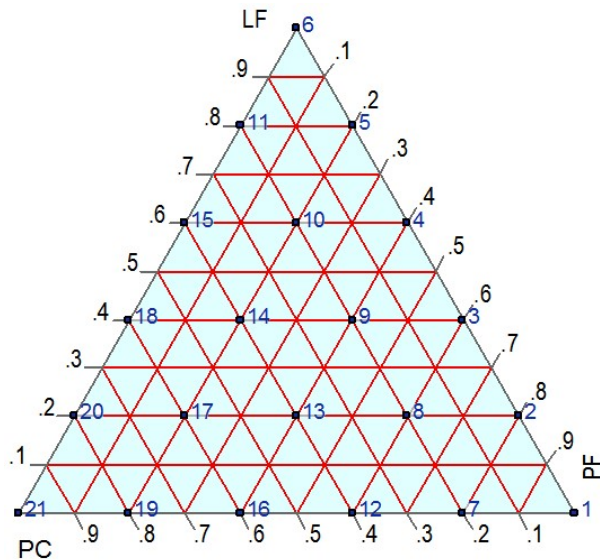


Figure 33. Position des 21 Formulations selon le dosage en CP, LF et PF

Les caractéristiques physico-mécaniques des BHP étudiés sont l'affaissement au cône d'Abrams, les résistances mécaniques à la flexion et à la compression à 7,28 et 90 jours. En outre, sept modèles ont été déterminés en utilisant le logiciel JMP7. Ces modèles peuvent être représentés graphiquement sur les diagrammes ternaires sous forme de courbes iso réponses. Ces courbes peuvent être utilisées pour visualiser facilement la zone des meilleures formulations BHP (les dosages optimaux en PC, LF et PF sur le diagramme ternaire) qui répondent aux caractéristiques désirées.

### VIII. 3. 2. La formulation du BHP de base

La formulation de base d'un BHP sans air entraîné est déterminée par la méthode précédemment développée par l'université de Sherbrooke. Le squelette granulaire des granulats a été optimisé par la méthode de Dreux-Gorisse, En utilisant les courbes d'analyse granulométrique. Pour toutes les formulations, le rapport E/L (L= PC+LF+PF) reste constant et la quantité du ciment portland PC, des ajouts (LF et PF) et du sable sont variables selon chaque formulation.

Les proportions optimales en gros granulats sont 28.66% et 29.6%, pour les graviers à fractions granulaires (3/8 mm) et (8/12.5 mm) respectivement. La proportion optimale du sable (0/3) dans la formulation de base est 41.73%. Cette proportion est ajustée pour les autres formulations afin d'avoir un volume égal à 1 m<sup>3</sup> selon la relation :

$$V_{sable}(m^3) = 1 - (V_{eau} + V_{superplastifiant} + V_{ciment} + V_{gravier}) \quad (64)$$

Les différentes formulations sont récapitulées dans le tableau 22.

Tableau 22. Compositions étudiées

BHP N°	Ciment (kg/m <sup>3</sup> )	LF (kg/m <sup>3</sup> )	PF (kg/m <sup>3</sup> )	Eau (L/m <sup>3</sup> )	E/L	Sp (kg/m <sup>3</sup> )	G (3/8) (kg/m <sup>3</sup> )	G (8/12.5) (kg/m <sup>3</sup> )	Sable (kg/m <sup>3</sup> )
BHP 1	300	0	100						781.4
BHP 2	300	20	80						781.0
BHP 3	300	40	60						780.6
BHP 4	300	60	40						780.3
BHP 5	300	80	20						779.9
BHP 6	300	100	0						779.6
BHP 7	320	0	80						783.7
BHP 8	320	20	60						783.3
BHP 9	320	40	40						783.0
BHP 10	320	60	20						782.6
BHP 11	320	80	0	140	0.35	5.6	555	584.1	782.2
BHP 12	340	0	60						786.0
BHP 13	340	20	40						785.6
BHP 14	340	40	20						785.3
BHP 15	340	60	0						784.9
BHP 16	360	0	40						788.3
BHP 17	360	20	20						787.9
BHP 18	360	40	0						787.6
BHP 19	380	0	20						790.6
BHP 20	380	20	0						790.2
BHP 21	400	0	0						792.9

### VIII. 3. 3. Résultats et discussion

Les résultats des essais pour 21 mélanges sont recueillis dans le tableau 23. Ces résultats sont traduits en modèles statistiques ainsi qu'en courbes iso réponses et profilers de prévision. Les coefficients des modèles mathématiques développés reflètent la variation statistique des résultats des 21 compositions en fonction des dosages des trois paramètres (PC, LF et PF). La contribution des facteurs, pris séparément ou combinés, dans la variation de la réponse prédite peut être évaluée par l'analyse de la variance. Les modèles de prédiction les plus adaptés présentent des facteurs de corrélation ( $R^2$ ) plus proches de l'unité. Dans la présente étude, les résultats trouvés par les modèles établis et ceux estimés au laboratoire sont assez proches et parfois similaires.

Tableau 23. Les résultats mesurés des compositions étudiées

BHP N°	Aff (cm)	Résistance Mécanique (MPa)					
		À 7 Jours		À 28 Jours		À 90 Jours	
		F <sub>S7</sub>	C <sub>S7</sub>	F <sub>S28</sub>	C <sub>S28</sub>	F <sub>S90</sub>	C <sub>S90</sub>
BHP1	11.50	3.20	36.92	3.96	48.33	4.47	59.28
BHP2	17.50	3.25	38.64	3.98	52.97	4.46	57.33
BHP3	19.50	3.29	38.81	4.02	53.81	4.43	56.10
BHP4	20.50	3.41	39.52	4.12	55.57	4.41	55.98
BHP5	22.00	3.54	41.10	3.99	52.14	4.40	55.01
BHP6	22.50	3.72	43.65	4.03	52.54	4.28	55.73
BHP7	16.50	3.32	37.02	4.00	48.82	4.62	63.37
BHP8	20.00	3.30	39.63	4.05	50.58	4.51	59.93
BHP9	20.50	3.44	40.04	4.08	51.35	4.48	58.62
BHP10	21.50	3.55	41.37	4.14	52.17	4.50	58.37
BHP11	22.50	3.74	44.19	4.07	54.65	4.40	60.52
BHP12	16.50	3.46	39.26	4.17	52.55	4.68	61.55
BHP13	21.50	3.48	42.71	4.21	53.77	4.61	61.14
BHP14	21.00	3.57	45.92	4.29	58.67	4.65	64.23
BHP15	21.50	3.76	44.71	4.26	57.30	4.69	61.37
BHP16	17.50	3.71	40.60	4.31	54.36	4.54	61.25
BHP17	20.50	3.47	42.69	4.24	55.81	4.60	61.80
BHP18	21.50	3.78	46.16	4.41	59.52	4.73	63.52
BHP19	20.50	3.70	41.95	4.42	56.24	4.58	60.28
BHP20	21.00	3.77	44.91	4.37	58.52	4.66	61.52
BHP21	17.50	3.73	46.24	4.35	60.25	4.63	63.86

### VIII. 3. 4. Modélisation de la résistance mécanique

La résistance à la compression est la caractéristique la plus importante recherchée pour le béton durci. En effet, le calcul et le dimensionnement d'une structure en béton sont basés sur ce paramètre. Conventionnellement, les bétons BHP sont classés selon leur résistance

mécanique en compression mesurée à 28 jours et exprimée en MPa. Les modèles statistiques de prédiction de  $C_s$  à 7, 28 et 90 jours sont résumés ci-dessous en variables codées.

$$C_{s7}=45.3*PC+42.83*LF+36.96*PF \quad (65)$$

$$C_{s28}=60.34*PC+52.05*LF+48.94*PF \quad (66)$$

$$C_{s90}=61.68*PC+60.17*PF+55.93*LF+16.55*PC*LF \quad (67)$$

Notez que  $C_{s7}$ ,  $C_{s28}$  et  $C_{s90}$  sont respectivement la résistance à la compression du BHP à 7, 28 et 90 jours. Dans le tableau 24, les coefficients de corrélation  $R^2$  pour les modèles ci-dessus sont proches à l'unité et les probabilités (P) des modèles sont proches à zéro. Les figures (22 et 23) représentent les valeurs mesurées en fonction des valeurs prévues de  $C_s$  et les résidus calculés de  $C_s$  en fonction des valeurs prévues de  $C_s$ . On voit bien que les points sont bien distribués autour de la diagonale sans aucun point aberrant. On note bien que les résidus sont bien répartis selon la teneur en PC, LF et PF (les résistances prévues). Par conséquent, la variation statistique de la résistance à la compression en fonction de PC, LF et PF pour les 21 formulations est bien exprimée par les modèles ci-dessus.

Il est à noter que le  $C_s$  du BHP est proportionnel à son âge pour toutes les formulations. En effet, au 7<sup>ème</sup> jour, les mélanges binaires (PC/LF, PC/PF) et les mélanges ternaires, développent respectivement entre 94.4% et 99.83%, 79.84% et 90.72%, 83.56% et 99.31% de  $C_{s7}$  par rapport au BHP témoin. Les résistances à la compression des différentes formulations après 7 jours sont inférieures à celle du BHP témoin, parce que les LF et PF ont un effet de dilution sur les grains de ciment. Il faut noter que cet effet est proportionnel au taux de substitution du ciment par ces fillers. Les mélanges binaires (PC/LF) développent des résistances ( $C_{s7}$ ) supérieures à celles des mélanges binaires (PC/PF) et ternaires, parce que les LF ont accéléré l'hydratation du  $C_3S$  du ciment.

Tableau 24. Estimation des paramètres des modèles des réponses étudiées

	Aff		Fs <sub>7</sub>		Fs <sub>28</sub>		Fs <sub>90</sub>		Cs <sub>7</sub>		Cs <sub>28</sub>		Cs <sub>90</sub>	
	R <sup>2</sup> = 0.89		R <sup>2</sup> = 0.92		R <sup>2</sup> = 0.89		R <sup>2</sup> = 0.83		R <sup>2</sup> = 0.89		R <sup>2</sup> = 0.82		R <sup>2</sup> = 0.82	
	P < 0.0001		P < 0.0001		P < 0.0001		P < 0.0001		P < 0.0001		P < 0.0001		P < 0.0001	
	Coeff.	P-Value	Coeff.	P-Value	Coeff.	P-Value	Coeff.	P-Value	Coeff.	P-Value	Coeff.	P-Value	Coeff.	P-Value
a1 : PC	18.38	<0.0001*	3.77	<0.0001*	4.41	<0.0001*	4.60	<0.0001*	45.3	<0.0001*	60.34	<0.0001*	61.68	<0.0001*
a2 : LF	21.89	<0.0001*	3.75	<0.0001*	4.00	<0.0001*	4.29	<0.0001*	42.83	<0.0001*	52.05	<0.0001*	55.93	<0.0001*
a3 : PF	12.55	<0.0001*	3.21	<0.0001*	3.92	<0.0001*	4.50	<0.0001*	36.96	<0.0001*	48.94	<0.0001*	60.17	<0.0001*
a12 : PC*LF	-0.13	0.0716	-0.13	0.5417	0.35	0.0904	0.89	0.0002*	6.66	0.0911	5.81	0.3067	16.55	0.0026*
a13 : PC*PF	0.14	0.0037*	0.14	0.5190	0.20	0.3220	0.18	0.3399	-4.67	0.2247	-9.82	0.0939	3.91	0.4083
a23 : LF*PF	-0.63	0.0015*	-0.63	0.0081*	0.26	0.1954	0.05	0.7966	-1.64	0.6634	11.54	0.0528	-8.83	0.0743

\* : Contribution non négligeable du Facteur dans la variation de la réponse

R<sup>2</sup> : Facteur de corrélation

P : Probabilité liée au rapport du carré moyen du modèle sur le carré moyen résiduel. P<0.05 indique que les variables indépendantes (PC, LF et PF) montrent une relation statistiquement significative avec la réponse prédite.

Coeff. : Estimation du facteur selon le modèle de régression linéaire

P-Value : Probabilité que le facteur soit négligeable (hypothèse nul H<sub>0</sub>). P-Value < 0.05 indique que le facteur doit figurer dans le modèle de prédiction.

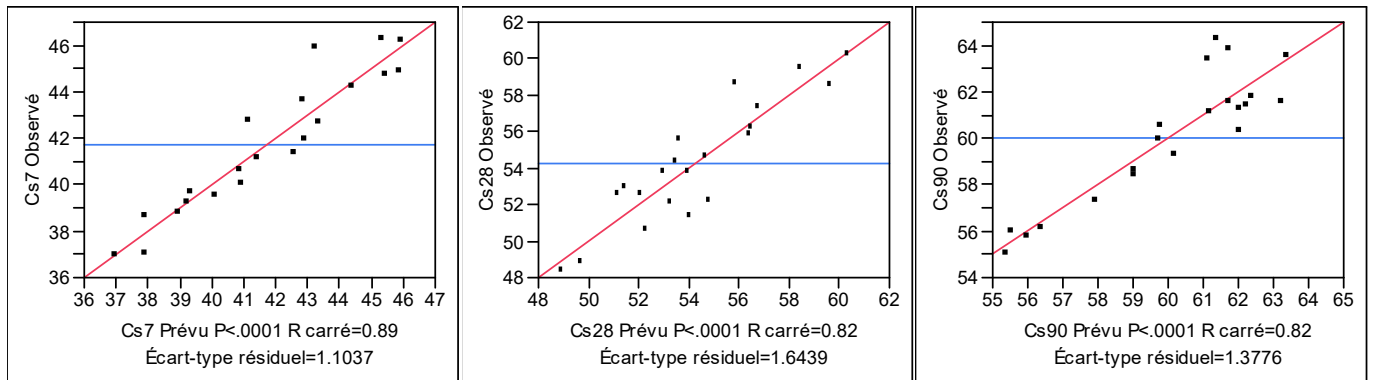


Figure 34. Cs mesurées VS Cs prévues à 7, 28 et 90 jours

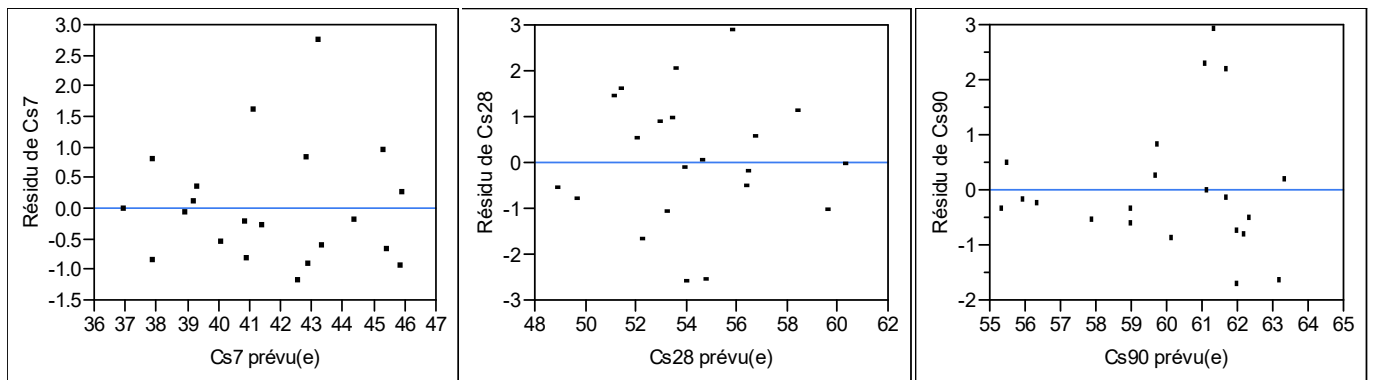


Figure 35. Résidus VS Cs prévus à 7, 28 et 90 jours

En effet, la réaction du carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$  du LF avec le  $\text{C}_3\text{A}$  du ciment peut former des carboaluminates, ce qui retarde ou empêche la transformation d'ettringite en monosulfoaluminate dans les premières 16 h d'hydratation et augmente l'hydratation du  $\text{C}_3\text{S}$ .

Le filler calcaire LF, qui a une surface spécifique élevée, constitue des espaces de nucléation pour les cristaux d'hydroxyde de calcium en début d'hydratation, ce qui améliore et accélère l'hydratation du  $\text{C}_3\text{S}$ . C'est pourquoi le coefficient du LF dans le modèle  $\text{Cs}_7$  est proche de celui du ciment. Notez que les résistances minimales à la compression à 7 jours sont obtenues dans les mélanges binaires (PC/PF). C'est évidemment dû à la diminution de la cinétique d'hydratation du ciment par la pouzzolane (PF) et sa réactivité lente avec les produits d'hydratation du ciment.

En effet, le remplacement d'une partie du ciment par la pouzzolane naturelle (PF) peut, au jeune âge, diminuer la chaleur d'hydratation, ce qui devrait ralentir la cinétique d'hydratation du ciment. Le gel C-S-H de deuxième génération est le produit principal de la réaction chimique de PF avec l'hydroxyde de calcium  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (portlandite) libre résultant de l'hydratation du ciment.

La réaction pouzzolanique du PF ne se déclenche qu'après l'hydratation d'environ 80% du  $C_3S$  du ciment. Pour cette raison, le facteur de PF dans le modèle  $Cs_7$  est le plus petit. Au 28<sup>ème</sup> jour, les mélanges binaires (PC/LF, PC/PF) et les mélanges ternaires, développent entre 87.2% et 98.79%, 80.22% et 93.34% , 83.95% et 97.38% respectivement de  $Cs_{28}$  du BHP témoin. Dans le modèle  $Cs_{28}$ , les facteurs de PF et LF sont plus proches que dans le modèle  $Cs_7$  à cause de la réaction pouzzolanique des fillers pouzzolaniques (PF). Il faut noter que dans les mélanges ternaires, cette réaction peut être accélérée en présence des fillers calcaires (LF). En effet, le taux de développement de la résistance dans les mélanges ternaires est plus élevé par rapport aux mélanges binaires (PC/PF). Même avec la réaction pouzzolanique du PF, l'effet de dilution de la pouzzolane naturelle au jeune âge n'est pas encore rectifié à 28 jours. À l'âge de 90 jours, on peut voir dans le modèle  $Cs_{90}$  que l'effet de PF sur la résistance devient prépondérant par rapport à celui de LF et plus proche de celui du ciment. En effet, l'effet de dilution dû au PF peut être rectifié à l'âge de 90 jours. Dans les mélanges binaire PC/PF (BHP1, BHP7, BHP12, BHP16 et BHP19) et à l'âge de 90 jours, il est possible d'avoir une résistance identique à celle du BHP témoin même avec des substitutions élevées du ciment. De même, dans les mélanges binaires PC/LF (BHP6, BHP11, BHP15, BHP18 et BHP20) un effet de dilution a été noté dans le cas de substitutions de plus de 20% de ciment (HPC6). Dans le modèle  $Cs_{90}$ , l'interaction PC/LF est représentée par la valeur  $16.55*PC$ . Avec l'augmentation du pourcentage de PC, cette valeur augmente et l'effet de dilution du LF est rectifié à long terme. Dans les mélanges ternaires, HPC8 (80% PC - 5% LF - 15% PF) a développé 93,84% de  $Cs_{90}$  du BHP témoin et jusqu'à 20% de PC peut être remplacé. Dans cette étude, Le BHP13 (85%PC-5%LF-10%PF) et le BHP14 (85%PC-10%LF-5%PF) sont des mélanges ternaires optimaux. Le BHP14 produit 99.31%, 97.38% et 100.58% respectivement de  $Cs_7$ ,  $Cs_{28}$  et  $Cs_{90}$  respectivement du BHP témoin. De même, Le BHP13 produit respectivement 92.37%, 89.24% et 95.74% de  $Cs_7$ ,  $Cs_{28}$  et  $Cs_{90}$  du BHP témoin. Grâce à l'effet complémentaire entre le LF (à 7 et 28 jours) et le PF (au delà de 28 jours), la résistance est maintenue élevée et proche de celle du BHP témoin. Cela peut être attribué au fait que les fillers calcaires (LF) ont la capacité d'accélérer l'hydratation du  $C_3S$  à jeune âge, de remplir les pores et d'améliorer l'empilement granulaire du squelette solide du béton. Pourtant, les fillers pouzzolaniques (PF) consomment la portlandite  $Ca(OH)_2$  résultant de l'hydratation du ciment et de produire le gel C-S-H de deuxième génération, ce qui améliore la compacité de la pâte cimentaire.

La variation de la résistance à la flexion des BHP étudiés en fonction de PC, LF et PF à 7, 28 et 90 jours est représentée dans les modèles ci-dessous :

$$Fs_7 = 3.77*PC + 3.75*LF + 3.21*PF - 0.63*PF*LF \quad (68)$$

$$Fs_{28} = 4.41*PC + 4.00*LF + 3.92*PF \quad (69)$$

$$Fs_{90} = 4.60*PC + 4.5*PF + 4.29*LF + 0.89*PC*LF \quad (70)$$

$Fs_7$ ,  $Fs_{28}$  et  $Fs_{90}$  sont la résistance à la flexion à 7, 28 et 90 jours respectivement. Les facteurs de corrélation  $R^2$  des modèles sont proches de l'unité et leurs probabilités P sont presque nulles comme il est illustré dans le tableau III.4. Les figures (24 et 25) présentent une bonne distribution des points sans aucune aberrance ou structure particulière. Selon les modèles ci-dessus, la résistance à la flexion dépend aussi du taux de substitution massique du ciment par les ajouts LF et PF. Ces modèles se comportent comme dans le cas de la résistance à la compression.

Le facteur de LF dans  $Fs_7$  est proche de celui du ciment. L'interaction LF/PF est représenté par un coefficient de minoration  $0.63*PF$  à cause de l'effet de dilution du PF qui n'est pas rectifié à l'âge de 7 jours. Dans le modèle  $Fs_{28}$ , les facteurs de LF et PF sont plus proches grâce à la réaction pouzzolanique du PF avec les produits d'hydratation du ciment.

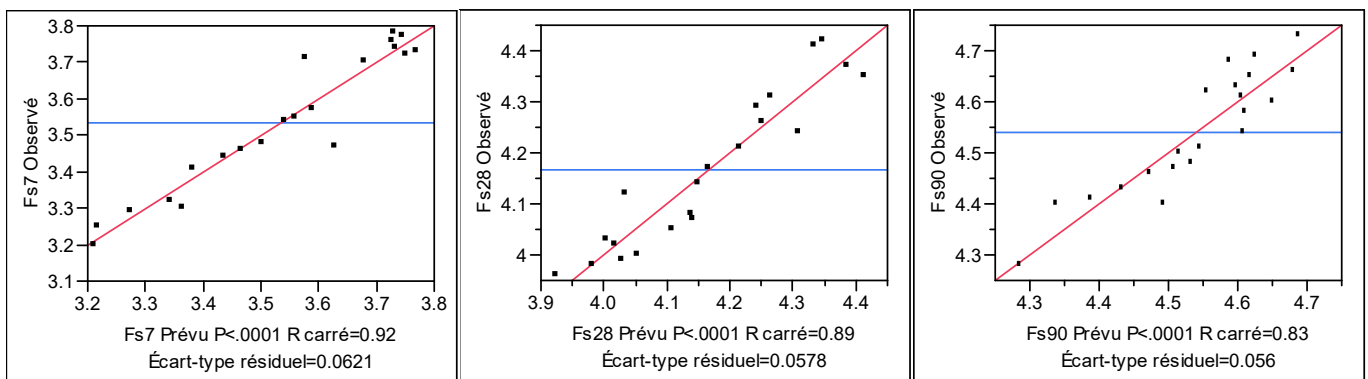


Figure 36.  $Fs$  mesurées VS  $Fs$  prévues à 7, 28 et 90 jours

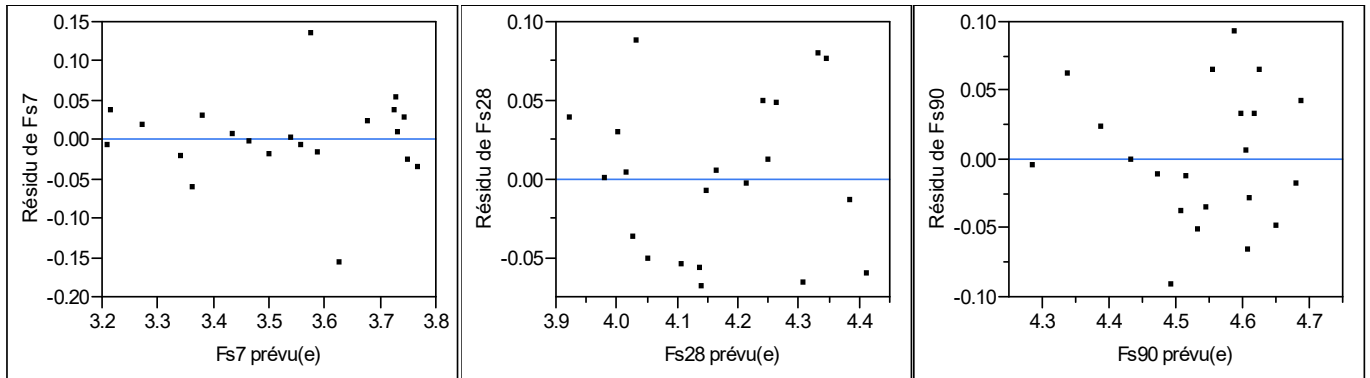


Figure 37. Résidus VS Fs prévues à 7, 28 et 90 jours

Le facteur de PF dans le modèle  $Fs_{90}$  est comparable à celui du ciment. On peut remarquer que LF en grand pourcentage peut causer une dilution à l'âge de 90 jours. L'interaction PC/LF est représentée par le coefficient de majoration  $0.89*PC$  qui est proportionnel au PC. Cela peut s'expliquer par l'élimination de l'effet de dilution du LF à 90 jours en augmentant le dosage en ciment.

De plus, BHP13 et BHP14 développent des résistances proches de celle du BHP témoin dans tous les échéanciers, avec la substitution de 15% du ciment. Les résistances relatives pour le BHP13 sont 93.3%, 96.78% et 99.57% et pour le BHP14 95.71%, 98.62% et 100.43% de  $Fs_7$ ,  $Fs_{28}$  et  $Fs_{90}$  respectivement du BHP témoin.

### VIII. 3. 5. Modélisation de L'affaissement

L'une des propriétés des bétons BHP est la facilité de leur mise en oeuvre. Une des grandeurs est. En outre, la consistance est l'une des grandeurs qui définissent l'ouvrabilité du béton BHP. Elle peut être évaluée par un essai d'affaissement en utilisant le cône d'Abrams. On trouve ci-dessous, le modèle mathématique en variables codées qui régit la variation de l'affaissement en fonction des dosages en PC, PF et LF :

$$\mathbf{Aff} \text{ (cm)} = 21.89*\mathbf{LF} + 18.38*\mathbf{PC} + 12.55*\mathbf{PF} + 0.14*\mathbf{PC*PF} - 0.63*\mathbf{PF*LF} \quad (71)$$

La valeur du facteur de corrélation  $R^2$  du modèle Aff et sa probabilité P (tableau 25) avec la bonne distribution des points montrés dans les figures (26 et 27), indiquent la bonne performance du modèle Aff.

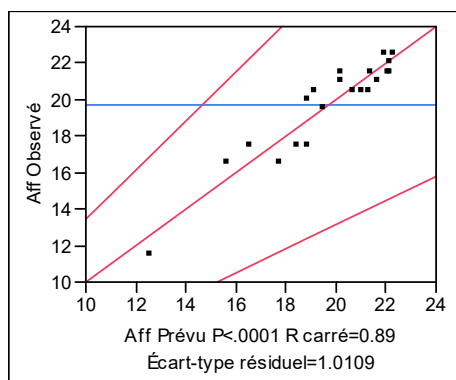


Figure 39. Affaissements mesurés Vs. affaissements prévus

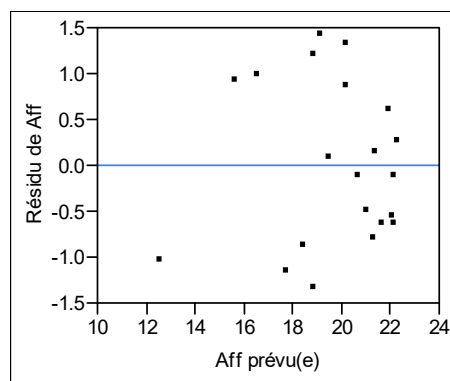


Figure 38. Résidus Vs. affaissements prévus

La contribution des fillers calcaires et des fillers pouzzolaniques dans la variation des valeurs d'affaissement est considérable. Selon le modèle Aff, les fillers calcaires jouent un rôle prépondérant dans la prédiction d'affaissement dans les formulations composées. Les résultats trouvés indiquent que l'affaissement est proportionnel au dosage en LF dans le mélange. En effet, les fillers calcaires peuvent améliorer la distribution granulaire des grains en remplissant les vides et la réduction du frottement inter granulaire. Par conséquent, l'eau piégée par les grains est libérée ce qui augmente l'eau interstitielle et la fluidité du mélange.

L'ajout de fillers calcaires améliore les propriétés rhéologiques des mortiers autoplacants. Par contre, la pouzzolane naturelle (PF) peut réduire significativement la valeur de l'affaissement ce qui se traduit par son coefficient le plus faible et son interaction négative ( $-0.63 \cdot PF$ ) avec les fillers calcaires (LF) dans le modèle Aff. La présence de l'alumine ( $Al_2O_3$ ) dans la composition de la pouzzolane naturelle (PF) peut empêcher l'adsorption du superplastifiant par l'aluminate ( $C_3A$ ) et l'aluminoferrite ( $C_4AF$ ) dans le ciment.

L'adsorption du superplastifiant est essentiellement due aux aluminates ( $C_3A$  et  $C_4AF$ ), ce qui explique l'augmentation de la demande en eau et en superplastifiant. Dans notre domaine expérimental (25% de la masse de ciment), l'affaissement est proportionnel au dosage en LF et inversement proportionnel au dosage en PF. Les valeurs de l'affaissement dans les mélanges ternaires BHP13 et BHP14 sont 21.5 cm et 21 cm respectivement. Ces valeurs sont supérieures à celle du BHP témoin de 22.86% et 20% respectivement. Dans un mélange ternaire, les fillers calcaires peuvent libérer l'eau piégée par les grains de ciment et induire par conséquent un frottement intergranulaire plus petit, ce qui conduit à minimiser la demande en eau et en superplastifiant, causée par la présence de pouzzolane naturelle.

Les modèles  $C_{S7}$ ,  $C_{S28}$ ,  $C_{S90}$ ,  $F_{S7}$ ,  $F_{S28}$ ,  $F_{S90}$  et Aff, sont représentés dans les figures (28 à 31) sous forme des courbes iso réponses tracées sur des diagrammes ternaires. Chaque courbe iso réponse représente les points (les pourcentages massiques du PC, LF et PF) qui ont la même réponse (affaissement ou résistance mécanique).

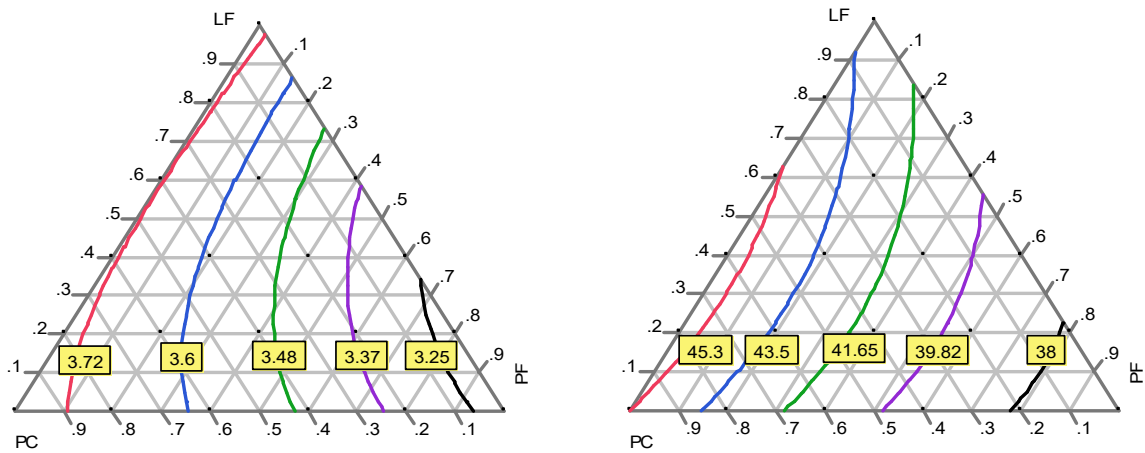


Figure 40. Courbes iso réponses de  $C_{S7}$  et  $F_{S7}$

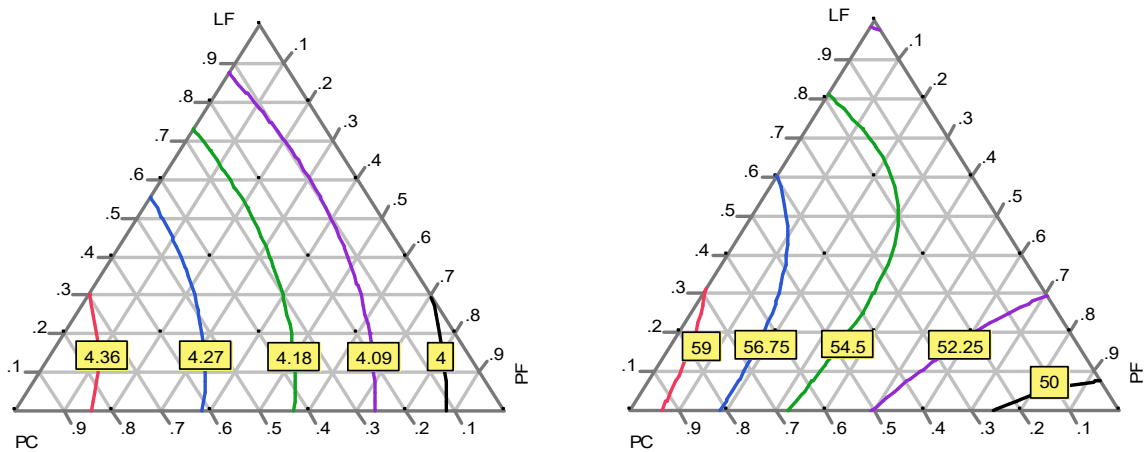


Figure 41. Courbes iso réponses de  $C_{S28}$  et  $F_{S28}$

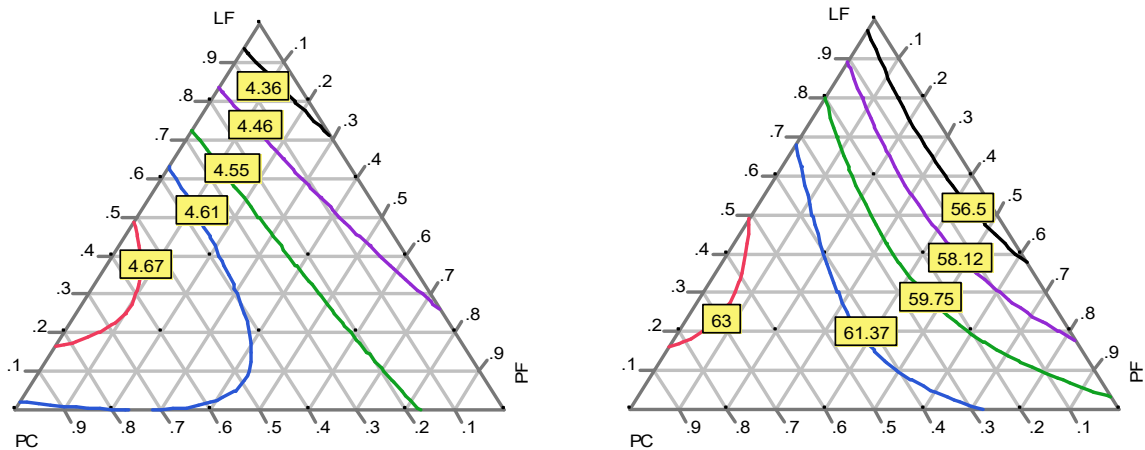


Figure 42. Courbes iso réponses de Cs90 et Fs90

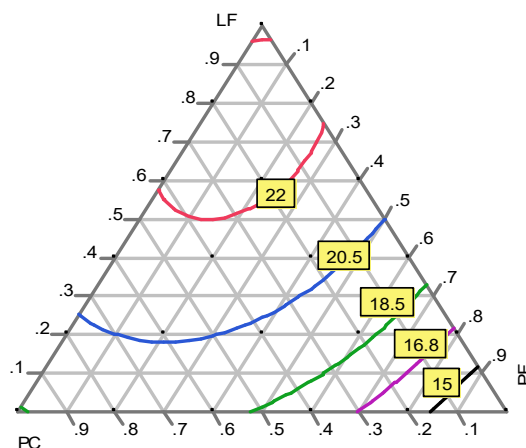


Figure 43. Courbes iso réponses de Aff

Cette fonctionnalité nous a permis de sélectionner la zone commune entre les points des meilleurs mélanges ternaires. La zone limitée par (5% à 10%) de LF et (5% à 10%) de PF (inclut les points représentant un bon compromis entre la résistance mécanique, l'ouvrabilité et la masse du ciment substituée). La représentation des modèles ci-dessus sous forme de profilers de prédiction, permet de déduire les caractéristiques physico-mécaniques pour chaque point du diagramme ternaire (domaine expérimental) et pas seulement pour les 21 compositions étudiées, sans recourir au laboratoire. Comme le montrent clairement les figures (32 à 38), les réponses du BHP témoin, BHP13 et BHP14 ont été facilement estimées à l'aide de profilers de prédiction.

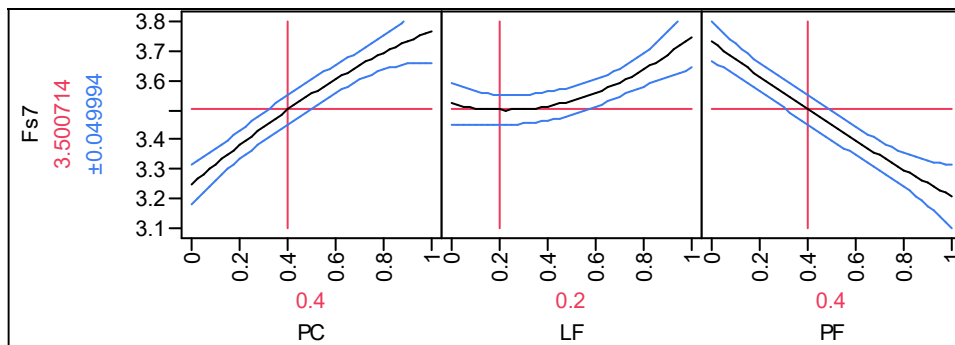
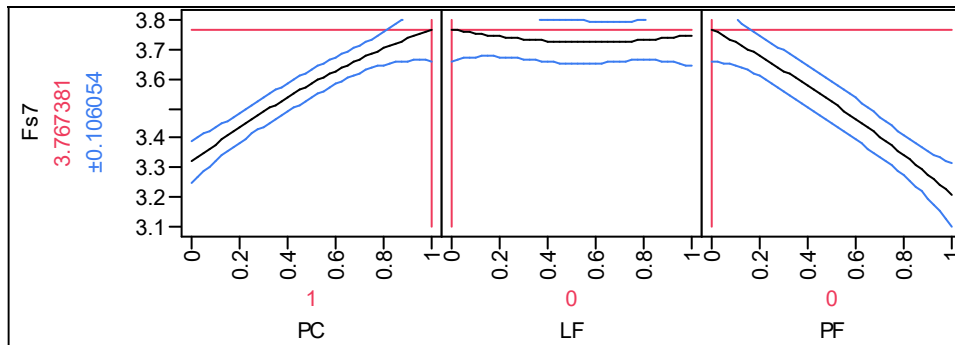
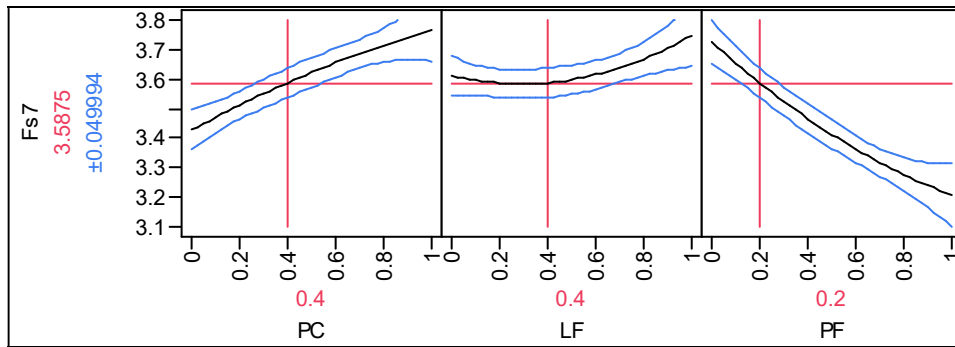
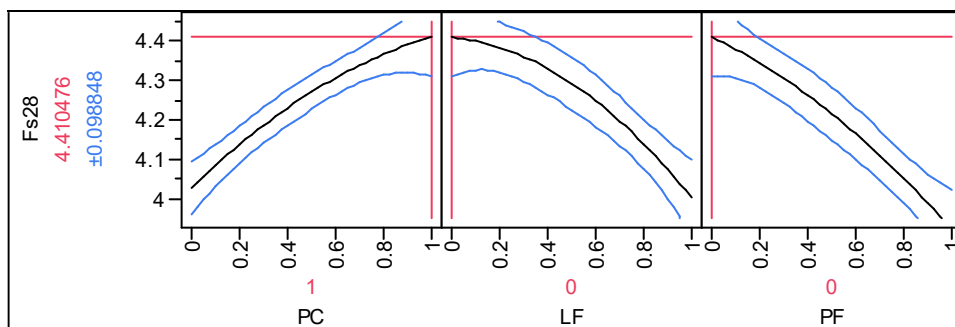


Figure 44. Profil de prédiction de Fs7



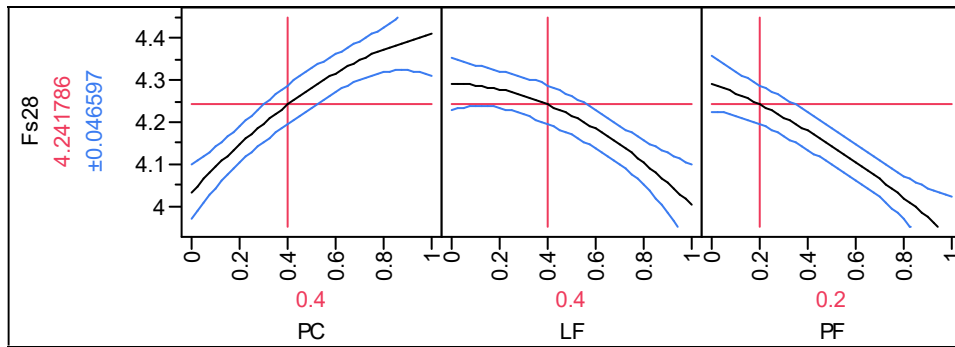
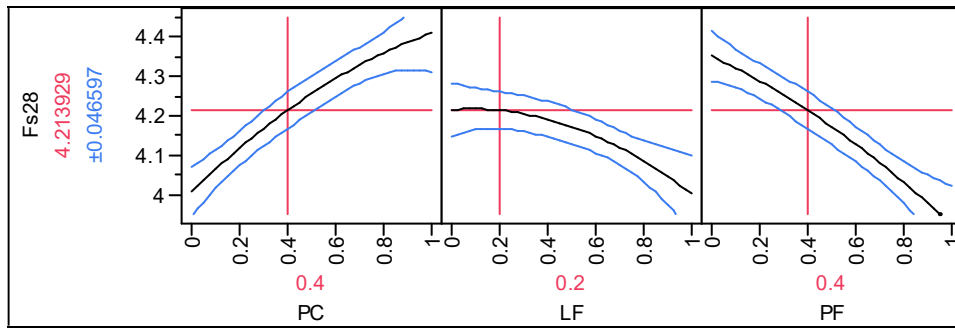
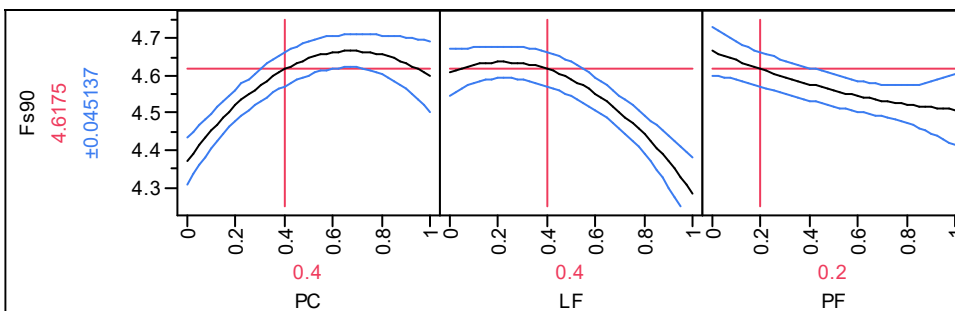
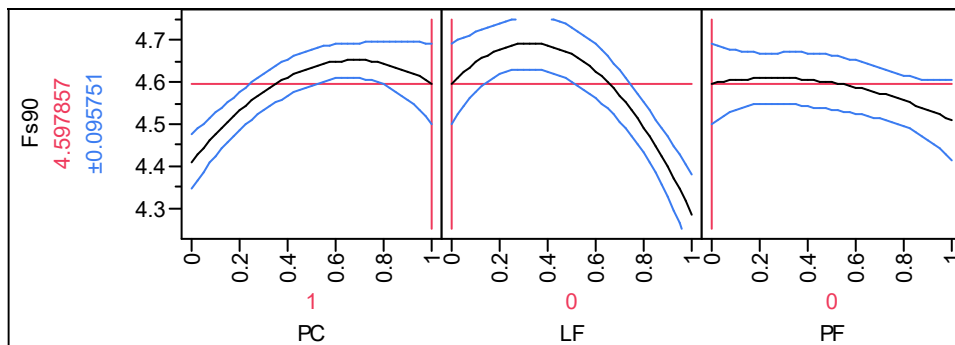


Figure 45. Profileur de prédiction de Fs28



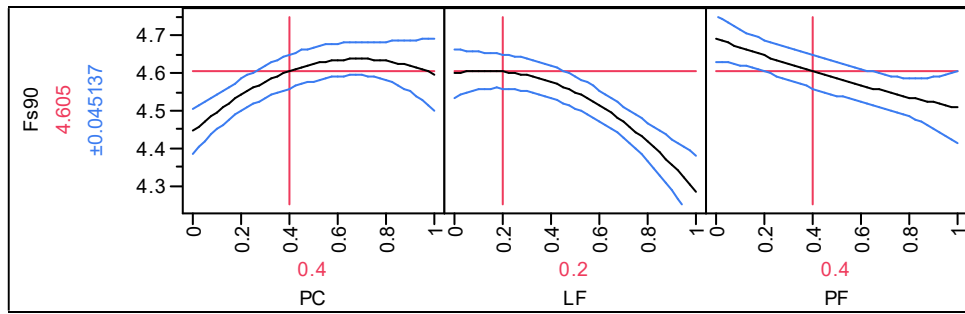


Figure 46. Profileur de prédiction de Fs28

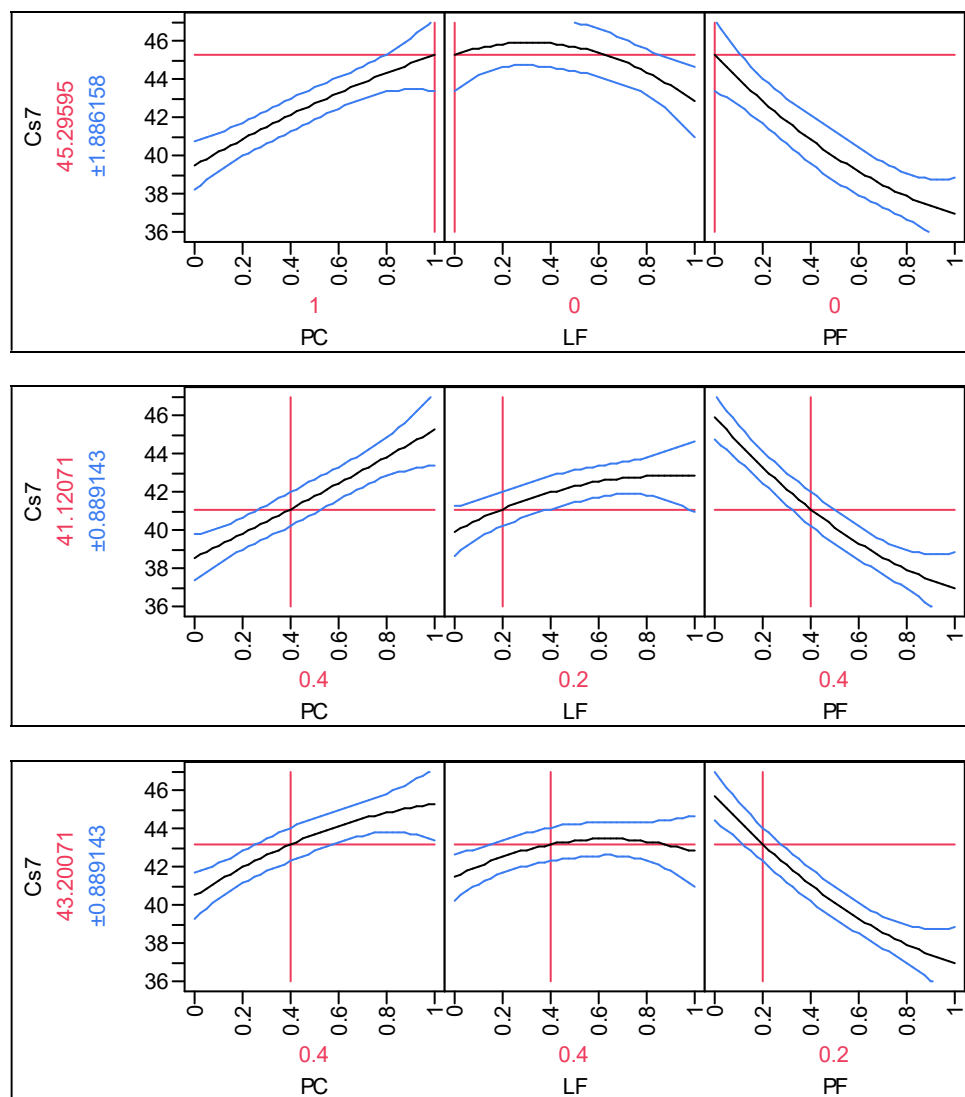


Figure 47. Profileur de prédiction de Cs7

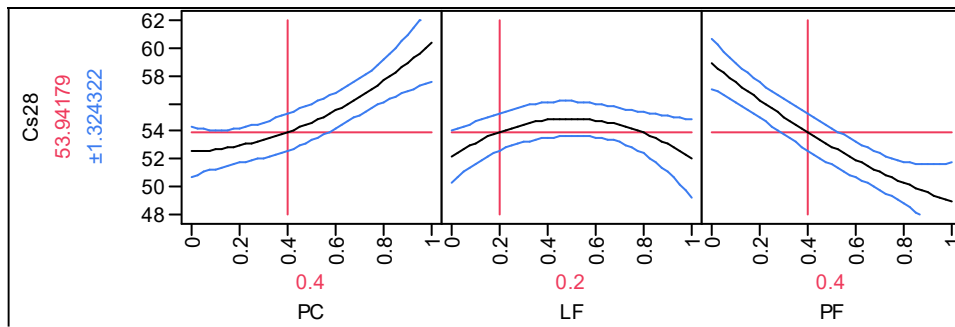
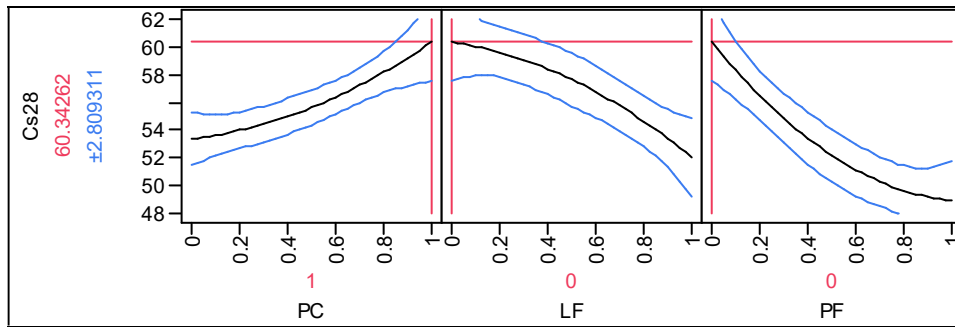
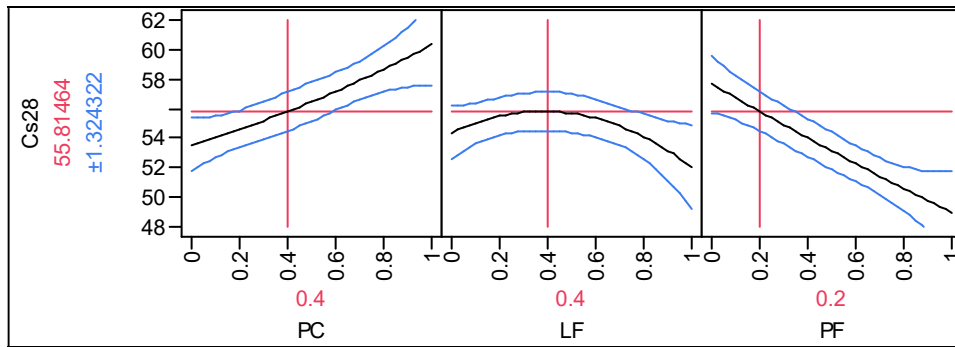
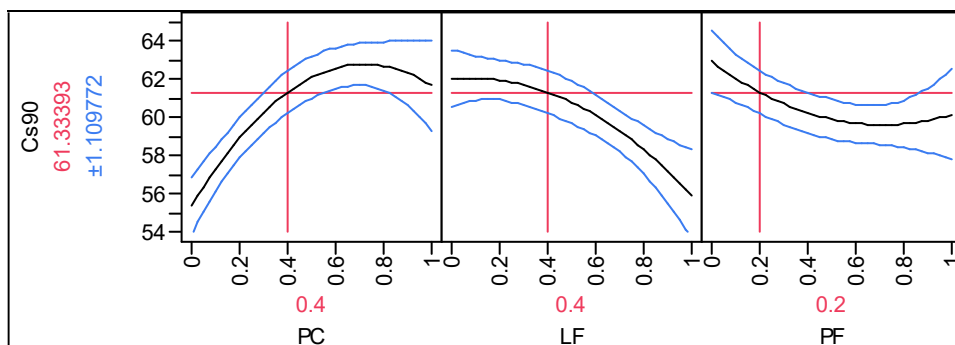


Figure 48. Profileur de prédiction de Cs28



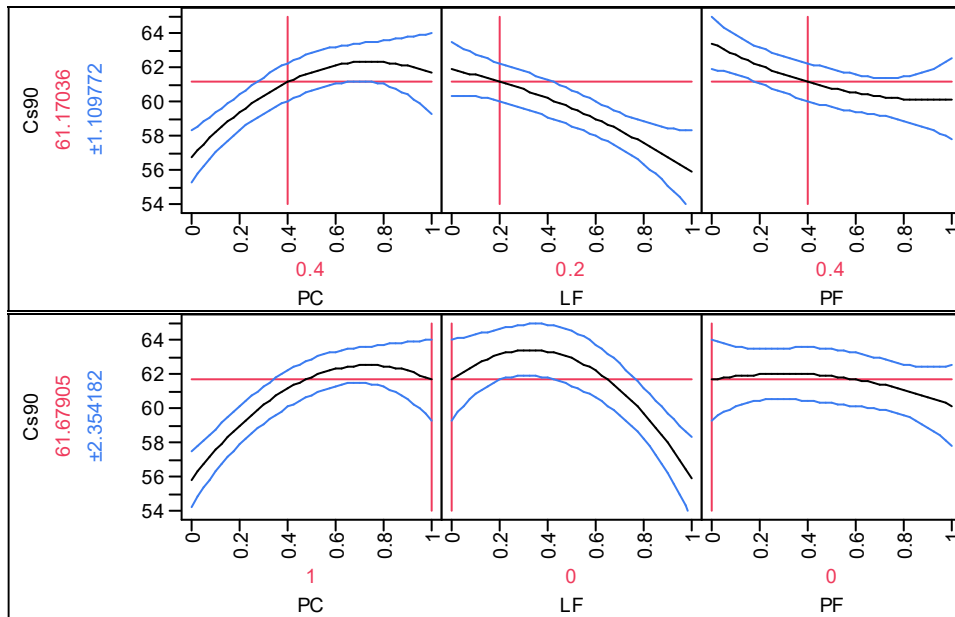


Figure 49. Profil de prédiction de Cs90

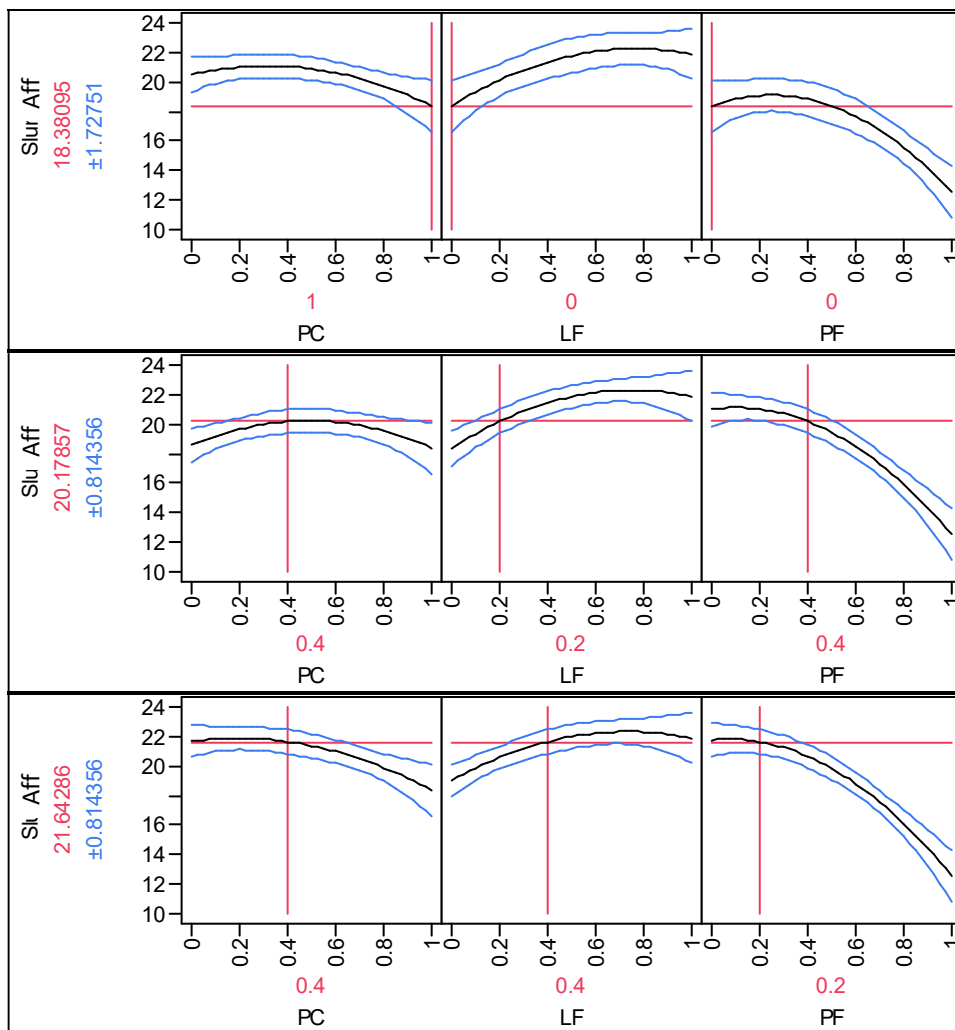


Figure 50. Profil de prédiction d'AFF

## VIII. 4. Exemple 4 : Optimisation de la formulation d'un béton autoplaçant (BAP) à l'aide de la Méthode des Surfaces de Réponse (RSM)

Les bétons autoplaçants (BAP) représentent une avancée majeure dans la technologie du béton. Leur formulation nécessite un équilibre délicat entre fluidité, stabilité et résistance mécanique. Contrairement aux méthodes traditionnelles de formulation par essais-erreurs, la Méthode des Plans d'Expérience (DoE) permet d'optimiser systématiquement les compositions avec un nombre minimal d'essais.

### VIII. 4. 1. Objectifs de l'étude

- Développer un BAP de classe de résistance C40/50
- Atteindre une ouvrabilité optimale (classe SF2 selon la norme NF EN 206/CN)
- Minimiser le coût de formulation
- Comprendre les interactions entre composants

### VIII. 4. 2. Méthodologie

#### VIII. 4. 2.1. Facteurs d'étude sélectionnés

Trois facteurs principaux contrôlables ont été identifiés :

FACTEUR 1 : *Rapport Eau/Liant (E/L)*

- Niveau bas (-1) : 0,40
- Niveau haut (+1) : 0,50
- Unité : sans dimension
- Justification : Influence majeure sur la rhéologie et la résistance

FACTEUR 2 : *Teneur en Superplastifiant (SP)*

- Niveau bas (-1) : 1,0% masse liant
- Niveau haut (+1) : 2,0% masse liant
- Unité : % par rapport au liant
- Justification : Contrôle principal de la fluidité

FACTEUR 3 : *Teneur en Filler Calcaire (FC)*

- Niveau bas (-1) : 20% masse liant
- Niveau haut (+1) : 40% masse liant
- Unité : % substitution ciment
- Justification : Améliore la compacité et la stabilité

### VIII. 4. 2.2. Réponses mesurées

RÉPONSE 1 : Temps d'écoulement T500 (s)

- Méthode : Essai au cône d'Abrams (NF EN 12350-8)
- Critère : 2-5 secondes pour une bonne ouvrabilité

RÉPONSE 2 : Diamètre d'étalement Df (mm)

- Méthode : Essai au cône d'Abrams (NF EN 12350-8)
- Critère :  $\geq 650$  mm (classe SF2)

RÉPONSE 3 : Résistance à la compression  $f_{c28}$  (MPa)

- Méthode : Éprouvettes 16x32 cm (NF EN 12390-3)
- Critère :  $\geq 40$  MPa

### VIII. 4. 3. Plan d'expérience

#### VIII. 4. 3. 1. Choix du plan

Plan Composite Centré à 3 facteurs ( $\alpha = 1,682$  pour rotatabilité)

- 8 points factoriels (cube)
- 6 points axiaux (étoile)
- 6 répétitions au centre
- TOTAL : 20 essais

#### VIII. 4. 3. 1. Matrice d'expériences

Tableau 25. Matrice d'expériences

Essai	Type	X1(E/L)	X2(SP%)	X3(FC%)	E/L réel	SP% réel	FC% réel
1	Factoriel	-1	-1	-1	0.4	1	20
2	Factoriel	+1	-1	-1	0.5	1	20
3	Factoriel	-1	1	-1	0.4	2	20
4	Factoriel	1	1	-1	0.5	2	20
5	Factoriel	-1	-1	1	0.4	1	40
6	Factoriel	1	-1	1	0.5	1	40
7	Factoriel	-1	1	1	0.4	2	40
8	Factoriel	1	1	1	0.5	2	40
9	Axial	-1.682	0	0	0.383	1.5	30

10	Axial	+1.682	0	0	0.517	1.5	30
11	Axial	0	-1.682	0	0.45	0.659	30
12	Axial	0	+1.682	0	0.45	2.341	30
13	Axial	0	0	-1.682	0.45	1.5	13.2
14	Axial	0	0	+1.682	0.45	1.5	46.8
15-20	Centre	0	0	0	0.45	1.5	30

### VIII. 4. 3. 2. Formulation de base (le point central)

- Ciment CEM I 52,5 N : 350 kg/m<sup>3</sup>
- Filler calcaire : 105 kg/m<sup>3</sup> (30% de 350)
- Sable 0/4 mm : 850 kg/m<sup>3</sup>
- Gravier 4/12 mm : 900 kg/m<sup>3</sup>
- Eau : 157,5 L/m<sup>3</sup> (E/L = 0,45)
- Superplastifiant (type PCE) : 5,25 kg/m<sup>3</sup> (1,5%)
- Rapport G/S (gravier/sable) : 1,06

### VIII. 4. 3. Résultats expérimentaux

Tableau 26. Résultats des mesures

Essai	T500 (s)	Df (mm)	fc28 (MPa)
1	7,5	580	55,1
2	3,2	720	38,0
3	2,8	780	53,5
4	1,5	820	36,0
5	9,0	540	48,8
6	3,5	680	32,5
7	3,0	750	47,2
8	1,8	800	30,8
9	10,1	510	59,5

10	1,2	850	33,0
11	6,0	600	43,0
12	1,4	830	40,5
13	5,5	620	52,1
14	4,5	660	41,2
15	4,0	700	45,1
16	4,2	695	44,8
17	3,9	705	45,5
18	4,1	698	45,0
19	4,0	702	45,3
20	4,1	700	44,9

#### VIII. 4. 4. Modélisation mathématique

##### VIII. 4. 4. 1. Équations de régression (variables codées)

$$T500 = 4,05 - 2,85*X1 - 1,92*X2 - 0,95*X3 + 0,35*X1*X2 + 0,25*X1*X3 - 0,15*X2*X3 + 1,12*X1^2 + 0,45*X2^2 + 0,32*X3^2 \quad (72)$$

$$Df = 700 + 65*X1 + 85*X2 + 40*X3 - 15*X1*X2 - 10*X1*X3 + 8*X2*X3 - 25*X1^2 - 18*X2^2 - 12*X3^2 \quad (73)$$

$$fc28 = 45,1 - 6,2*X1 + 1,5*X2 - 4,8*X3 - 0,5*X1*X2 - 0,8*X1*X3 + 0,3*X2*X3 - 2,1*X1^2 - 0,8*X2^2 - 1,5*X3^2 \quad (74)$$

##### VIII. 4. 4. 2. Analyse de la variance (ANOVA) pour fc28

Tableau 27. ANOVA pour fc28

Source	Somme carrés	ddl	Carré Moyen	F-value	p-value	R <sup>2</sup>	R <sup>2</sup> ajusté
Modèle	584,2	9	64,9	42,8	<0,0001	0,974	0,951
Linéaire	498,6	3	166,2	109,5	<0,0001		
X1 (E/L)	307,5	1	307,5	202,6	<0,0001		
X2 (SP)	18,0	1	18,0	11,9	0,0043		
X3 (FC)	173,1	1	173,1	114,1	0,0002		

Carrés	72,8	3	24,3	16,0	0,0885
Interactions	12,8	3	4,3	2,8	
Résiduel	15,2	10	1,52		
Total	599,4	19			

---

## VIII. 4. 5. Analyse des résultats

### VIII. 4. 5. 1. Effets principaux

- T500
  - L'augmentation de E/L diminue fortement T500 (effet négatif important)
  - L'augmentation de SP diminue T500 (effet négatif)
  - L'augmentation de FC diminue légèrement T500
- DIAMÈTRE Df
  - Tous les facteurs augmentent Df (effets positifs)
  - SP a l'effet le plus important sur la fluidité
  - E/L a un effet significatif mais moindre que SP
- RÉSISTANCE fc28
  - E/L a l'effet négatif le plus important (-6,2)
  - FC a un effet négatif important (-4,8)
  - SP a un faible effet positif (+1,5)

### VIII. 4. 5. 2. Effets principaux

Interaction E/L × SP sur T500 (p = 0,032) :

- À faible SP, l'effet de E/L est accentué
- À fort SP, l'effet de E/L est atténué

Interaction E/L × FC sur fc28 (p = 0,045)

- L'effet négatif de FC sur la résistance est amplifié à fort E/L

## VIII. 4. 6. Optimisation multi-réponses

### VIII. 4. 6. 1. Critères d'optimisation

- T500 : Cible = 3,0 s (intervalle acceptable : 2-4 s)
- Df : Minimiser = 700 mm (condition :  $\geq 650$  mm)
- fc28 : Maximiser (condition :  $\geq 40$  MPa)
- Coût : Minimiser (priorité sur réduction de SP et FC)

#### VIII. 4. 6. 2. Fonction de désirabilité

En utilisant la fonction de désirabilité globale de Derringer & Suich :

$$d = (d_1 \times d_2 \times d_3)^{(1/3)} \quad (75)$$

où  $d_i$  sont les désirabilités individuelles pour chaque réponse.

#### VIII. 4. 6. 3. Solutions optimales proposées

SOLUTION 1 (Performance optimale) :

- E/L = 0,43
- SP = 1,8%
- FC = 25%
- Prédiction : T500 = 3,1 s, Df = 710 mm, fc28 = 46,5 MPa
- Désirabilité : 0,87

SOLUTION 2 (Économique) :

- E/L = 0,45
- SP = 1,5%
- FC = 30%
- Prédiction : T500 = 4,0 s, Df = 700 mm, fc28 = 45,1 MPa
- Désirabilité : 0,82

SOLUTION 3 (Haute fluidité) :

- E/L = 0,44
- SP = 2,0%
- FC = 22%
- Prédiction : T500 = 2,5 s, Df = 750 mm, fc28 = 48,2 MPa
- Désirabilité : 0,85

## VIII. 5. Exemple 5 : Estimation des Effets des Paramètres : E/C, G/S et le dosage en Ciment sur les caractéristiques des Mortiers de Ciment

### VIII. 5. 1. Paramètres d'étude et leurs niveaux

#### VIII. 5. 1.1. Facteurs étudiés

Tableau 28. Facteurs étudiés

Facteur	Symbole	Unité	Niveau bas (-1)	Niveau centre (0)	Niveau haut (+1)
Rapport Eau/Ciment	E/C	-	0.40	0.50	0.60
Rapport Granulats/Sable	G/S	-	1.5	2.0	2.5
Dosage en Ciment	C	kg/m <sup>3</sup>	300	350	400

#### VIII. 5. 1.2. Variables étudiés

- **Résistance mécanique (fc28)** : Mesurée à 28 jours (MPa)
- **Affaissement (Slump)** : Mesuré au cône d'Abrams (cm)

#### VIII. 5. 2. Domaine d'étude

- Type de plan : Box-Behnken à 3 facteurs
- Nombre d'essais principaux : 13
- Répétitions au centre : 3
- Points de validation : 3
- Total des essais : 18

#### VIII. 5. 2. Matrice d'expérience

Tableau 29. Facteurs étudiés

Essai	Type	E/C	G/S	Ciment	x <sub>1</sub>	x <sub>2</sub>	x <sub>3</sub>	fc28 (MPa)	Affaissement (cm)
1	Centre	0.50	2.0	350	0	0	0	35.2	8.5
2	Point axial	0.40	1.5	300	-1	-1	-1	38.5	6.2
3	Point axial	0.60	1.5	300	+1	-1	-1	28.3	12.1
4	Point axial	0.50	2.5	300	0	+1	-1	32.1	5.8
5	Point axial	0.50	2.5	400	0	+1	+1	41.2	7.2
6	Point axial	0.40	2.0	400	-1	0	+1	36.8	7.5
7	Point axial	0.60	2.0	400	+1	0	+1	31.5	10.8
8	Point axial	0.40	2.0	350	-1	0	0	34.2	9.1
9	Point axial	0.60	2.0	350	+1	0	0	30.8	11.2
10	Point axial	0.50	1.5	350	0	-1	0	33.5	7.8

Essai	Type	E/C	G/S	Ciment	x <sub>1</sub>	x <sub>2</sub>	x <sub>3</sub>	fc28 (MPa)	Affaissement (cm)
11	Point axial	0.50	2.5	350	0	+1	0	39.1	6.5
12	Point axial	0.50	2.0	300	0	0	-1	31.2	5.5
13	Point axial	0.50	2.0	400	0	0	+1	37.4	8.2
14	Centre répété	0.50	2.0	350	0	0	0	35.8	8.3
15	Centre répété	0.50	2.0	350	0	0	0	34.9	8.6
16	Validation	0.45	2.2	340	-0.5	+0.4	-0.2	37.1	7.8
17	Validation	0.52	1.8	360	+0.2	-0.4	+0.2	33.8	9.2
18	Validation	0.48	2.1	350	-0.2	+0.2	0	36.0	8.4

D'où :

- X<sub>1</sub>, X<sub>2</sub>, X<sub>3</sub> : Variables codées (-1, 0, +1)
- Essais 1-13 : Plan Box-Behnken
- Essais 14-15 : Répétitions au centre
- Essais 16-18 : Points de validation

### VIII. 5. 3. Résultats des mesures

Tableau 30. Résultats des mesures

Essai	Type	E/C	G/S	Ciment (kg/m <sup>3</sup> )	Affaissement (cm)	fc28 (MPa)
1	Centre	0.5	2	350	8.5	35.2
2	Point axial	0.4	1.5	300	6.2	38.5
3	Point axial	0.6	1.5	300	12.1	28.3
4	Point axial	0.5	2.5	300	5.8	32.1
5	Point axial	0.5	2.5	400	7.2	41.2
6	Point axial	0.4	2	400	7.5	36.8
7	Point axial	0.6	2	400	10.8	31.5
8	Point axial	0.4	2	350	9.1	34.2
9	Point axial	0.6	2	350	11.2	30.8
10	Point axial	0.5	1.5	350	7.8	33.5
11	Point axial	0.5	2.5	350	6.5	39.1
12	Point axial	0.5	2	300	5.5	31.2
13	Point axial	0.5	2	400	8.2	37.4
14	Centre répété	0.5	2	350	8.3	35.8

15	Centre répété	0.5	2	350	8.6	34.9
16	Validation	0.45	2.2	340	7.8	37.1
17	Validation	0.52	1.8	360	9.2	33.8
18	Validation	0.48	2.1	350	8.4	36

### VIII. 5. 3. Modèles de prédiction

$$fc28 = 35.3 - 2.85x_1 + 1.65x_2 + 1.55x_3 - 4.25x_1^2 - 0.85x_2^2 - 0.35x_3^2 - 0.60x_1x_2 + 0.85x_1x_3 - 0.25x_2x_3 \quad (76)$$

$$slump = 8.5 + 1.95x_1 - 0.85x_2 + 0.45x_3 - 2.15x_1^2 + 0.15x_2^2 - 0.05x_3^2 + 0.40x_1x_2 - 0.65x_1x_3 + 0.10x_2x_3 \quad (77)$$

### VIII. 5. 4. Analyse de la variance ANOVA

#### VIII. 5. 4. 1. Le modèle de fc28

Tableau 31. ANOVA pour fc28

Source	Somme Carrés	ddl	Carré Moyen	F-value	p-value	Significativité
Modèle	148.72	9	16.52	25.42	0.0011	**
Linéaire	126.35	3	42.12	64.80	<0.0001	***
E/C	81.24	1	81.24	124.98	<0.0001	***
G/S	21.78	1	21.78	33.51	0.0004	***
Ciment	23.33	1	23.33	35.90	0.0003	***
Quadratique	18.25	3	6.08	9.36	0.0098	**
E/C <sup>2</sup>	14.45	1	14.45	22.23	0.0025	**
G/S <sup>2</sup>	0.58	1	0.58	0.89	0.3781	NS
Ciment <sup>2</sup>	3.22	1	3.22	4.95	0.0581	.
Interactions	4.12	3	1.37	2.11	0.1854	NS
E/C×G/S	1.44	1	1.44	2.22	0.1745	NS
E/C×Ciment	2.89	1	2.89	4.45	0.0672	.
G/S×Ciment	0.09	1	0.09	0.14	0.7198	NS
Erreur	1.95	3	0.65			
Total	150.67	12				

- $R^2 = 0.987$  (98.7% de variance expliquée)
- $R^2$  ajusté = 0.948
- $R^2$  prédictif = 0.912
- RMSE = 0.81 MPa
- CV = 2.32%

#### VIII. 5. 4. 2. Le modèle slump

Tableau 32. ANOVA pour slump

Source	Somme Carrés	ddl	Carré Moyen	F-value	p-value	Significativité
Modèle	49.86	9	5.54	18.65	0.0027	**
Linéaire	40.23	3	13.41	45.12	0.0002	***
E/C	30.42	1	30.42	102.38	<0.0001	***
G/S	5.78	1	5.78	19.45	0.0054	**
Ciment	4.03	1	4.03	13.56	0.0112	*
Quadratique	7.25	3	2.42	8.14	0.0234	*
E/C <sup>2</sup>	6.92	1	6.92	23.29	0.0038	**
G/S <sup>2</sup>	0.02	1	0.02	0.07	0.8041	NS
Ciment <sup>2</sup>	0.31	1	0.31	1.04	0.3476	NS
Interactions	2.38	3	0.79	2.66	0.1528	NS
E/C×G/S	0.64	1	0.64	2.15	0.1984	NS
E/C×Ciment	1.69	1	1.69	5.69	0.0581	.
G/S×Ciment	0.05	1	0.05	0.17	0.6972	NS
Erreur	0.89	3	0.30			
Total	50.75	12				

- $R^2 = 0.982$  (98.2% de variance expliquée)
- $R^2$  ajusté = 0.928
- $R^2$  prédictif = 0.886
- RMSE = 0.55 cm
- CV = 6.63%

## VIII. 5. 5. Analyse des effets

### VIII. 5. 5.1. Les effets principaux (linéaires)

L'analyse des effets principaux révèle des comportements distincts pour les deux réponses étudiées. Pour la résistance mécanique, le rapport E/C présente l'effet linéaire le plus marqué avec une influence négative significative de -2,85 MPa par unité, indiquant qu'une augmentation du rapport eau-ciment réduit fortement la résistance du béton. À l'inverse, les facteurs G/S et dosage en ciment exercent des effets positifs, avec respectivement +1,65 MPa/unité et +1,55 MPa/unité, démontrant que l'optimisation du rapport granulats-sable et l'augmentation du dosage cimentaire améliorent substantiellement la résistance. Concernant l'affaissement, le rapport E/C constitue également le facteur prédominant mais avec un effet opposé, contribuant positivement à raison de +1,95 cm/unité, ce qui confirme son rôle déterminant sur la maniabilité du béton frais. Le rapport G/S montre une influence négative modérée (-0,85 cm/unité), tandis que le ciment présente un effet positif plus limité (+0,45 cm/unité). Cette analyse met en lumière le compromis fondamental à gérer : le rapport E/C affecte simultanément et de manière opposée la résistance et l'affaissement, créant un dilemme de formulation qui nécessite une optimisation multi-critères pour satisfaire les exigences contradictoires de résistance mécanique élevée et de bonne ouvrabilité.

### VIII. 5. 5.2. Les effets quadratiques

L'analyse des effets quadratiques révèle des comportements non-linéaires significatifs, particulièrement pour le rapport E/C qui présente une forte courbure concave dans les deux modèles. Pour la résistance mécanique, le terme  $E/C^2$  affiche une valeur de -4,25, indiquant une relation curvilinéaire prononcée où l'effet négatif de l'augmentation du rapport eau-ciment s'intensifie de manière non proportionnelle. Cette courbure significative suggère l'existence d'un optimum dans la plage étudiée. En revanche, les termes quadratiques pour G/S (-0,85) et le ciment (-0,35) présentent des courbures beaucoup plus atténuées, traduisant des relations pratiquement linéaires entre ces facteurs et la résistance. Concernant l'affaissement, le terme  $E/C^2$  montre également une courbure concave notable (-2,15), révélant que l'effet positif de l'E/C sur la maniabilité s'atténue progressivement aux valeurs élevées, avec une tendance à la stabilisation. Les termes quadratiques pour G/S (+0,15) et le ciment (-0,05) sont quant à eux négligeables, confirmant que leur influence sur l'affaissement suit principalement une relation linéaire dans le domaine expérimental considéré. Ces observations soulignent l'importance de modéliser les effets quadratiques, particulièrement pour le rapport E/C, afin de capturer

fidèlement les comportements non-linéaires essentiels à l'optimisation des formulations de béton.

### VIII. 5. 5.3. Les effets des interactions

L'analyse des effets des interactions révèle une relation complexe entre le rapport E/C et le dosage en ciment, avec une interaction significative observée pour les deux réponses. Pour la résistance mécanique, l'interaction E/C  $\times$  Ciment (+0,85, p=0,067) indique que le ciment exerce un effet compensatoire sur l'impact négatif du rapport eau-ciment : lorsque le dosage en ciment est élevé, l'effet délétère d'une augmentation du rapport E/C sur la résistance est atténué, suggérant que la matrice cimentaire riche peut partiellement pallier l'excès d'eau. Réciproquement, pour l'affaissement, la même interaction présente une valeur négative (-0,65, p=0,058), démontrant que l'effet fluidifiant du rapport E/C est moindre en présence de teneurs élevées en ciment, probablement en raison de l'augmentation de la surface spécifique des particules et de la demande en eau de la pâte. En revanche, les interactions E/C  $\times$  G/S et G/S  $\times$  Ciment s'avèrent statistiquement non significatives, indiquant que ces facteurs agissent de manière relativement indépendante l'un de l'autre sur les propriétés étudiées. Cette absence d'interaction suggère que les mécanismes d'action du rapport granulats-sable et des autres facteurs sont distincts et additifs dans le domaine expérimental considéré, simplifiant ainsi l'interprétation des effets individuels et l'optimisation des formulations.

## Références bibliographiques

- Adam, L., Isopescu, D. N., & Lepadatu, D. (2023, June). Experimental investigation of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes using design of experiment method. In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering (Vol. 1283, No. 1, p. 012001). IOP Publishing.
- Aliha, M. R. M., Imani, D. M., Salehi, S. M., Shojaee, M., & Abedi, M. (2022). Mixture optimization of epoxy base concrete for achieving highest fracture toughness and fracture energy values using Taguchi method. *Composites Communications*, 32, 101150.
- Azaïs, J. M., & Bardet, J. M. (2006). *Le modèle linéaire par l'exemple Régression, Analyse de la Variance et Plans d'Expériences Illustrations numériques avec les logiciels R, SAS et Splus*.
- Azaïs, J. M., & Bardet, J. M. (2012). *Le modèle linéaire par l'exemple-2e éd.: Régression, analyse de la variance et plans d'expérience illustrés avec R et SAS*. Dunod.
- Chagnon, P. (2005). Les plans d'expériences (partie 2). Article réalisé par un membre de la Commission de Normalisation AFNOR X06E: Méthodes statistiques.
- Chong, B. W., Othman, R., Putra Jaya, R., Mohd Hasan, M. R., Sandu, A. V., Nabiałek, M., & Abdullah, M. M. A. B. (2021). Design of experiment on concrete mechanical properties prediction: a critical review. *Materials*, 14(8), 1866.
- Goupy, J. (1997). "Plans d'expériences." *Techniques de l'ingénieur Conception et Production base documentaire : TIP083WEB* (ref. article : p230).
- Goupy, J. L. (2005). *Pratiquer les plans d'expériences*. Dunod.
- Goupy, J., & Creighton, L. (2006). *Introduction aux plans d'expériences-3ème édition*. Livre+ CD-Rom.
- Hadji, T., & Attia, A. (2022). Case study of high strength concrete mix proportioning optimization. *Multidiscipline Modeling in Materials and Structures*, 18(6), 1039-1048.
- Hadji, T., Guettala, S., & Quéneudec, M. (2021). Mix design of high performance concrete with different mineral additions. *World Journal of Engineering*, 18(5), 767-779.
- Khaleel, K., Mousa, A., Qashlaq, A., Hassan, B., Ramadan, A., & Raslan, B. (2017). Using design of experiment to predict concrete compressive strength using fly ash and GGBFS as cement alternative. In *Proceedings of the international conference on industrial engineering and operations management* (pp. 741-749).
- Li, N., Shi, C., Zhang, Z., Wang, H., & Liu, Y. (2019). A review on mixture design methods for geopolymer concrete. *Composites Part B: Engineering*, 178, 107490.

- Linder, R. (2005). Les plans d'expériences: un outil indispensable à l'expérimentateur. Presses des Ponts.
- Linder, R. (2005). Les plans d'expériences: un outil indispensable à l'expérimentateur. Presses des Ponts.
- Pilet, M. (2001). Les plans d'expériences par la méthode Taguchi (p. 250). Maurice Pillet.
- Poirier, J. (1993). Analyse de la variance et de la régression. Plans d'expérience. Ed. Techniques Ingénieur.
- Qiu, P., Cui, M., Kang, K., Park, B., Son, Y., Khim, E., ... & Khim, J. (2014). Application of Box-Behnken design with response surface methodology for modeling and optimizing ultrasonic oxidation of arsenite with H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. *Open Chemistry*, 12(2), 164-172.
- Ranga, S., Jaimini, M., Sharma, S. K., Chauhan, B. S., & Kumar, A. (2014). A review on design of experiments (DOE). *Int. J. Pharm. Chem. Sci*, 3(1), 216-224.
- Sire, C. (2023). Plans d'expériences: Plans associés à la régression linéaire (Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Saint Etienne (EMSE)).
- Tinsson, W. (2010). Plans d'expérience: constructions et analyses statistiques (Vol. 67). Springer Science & Business Media.
- Tinsson, W., & Tinsson, W. (2010). Plans d'expérience pour surfaces de réponse. Plans d'expérience: constructions et analyses statistiques, 151-202.
- Varghese, B., & Philip, N. (2016). A Review: Taguchi experiment design for investigation of properties of concrete. *Int. J. Civ. Eng*, 5(6), 11-16.