

François LOUVEY

ENSCI

05-55-45-22-17

06-81-30-90-91

louvet@ensci.fr

# Plan d'expériences

chap 1

## Plan en carré greco-latin

### I Introduction

→ Pourquoi faire des expériences ?

On a besoin d'acquies des informations

→ Qu'est ce une expérience.

ex: faire bouffer le chocolat.

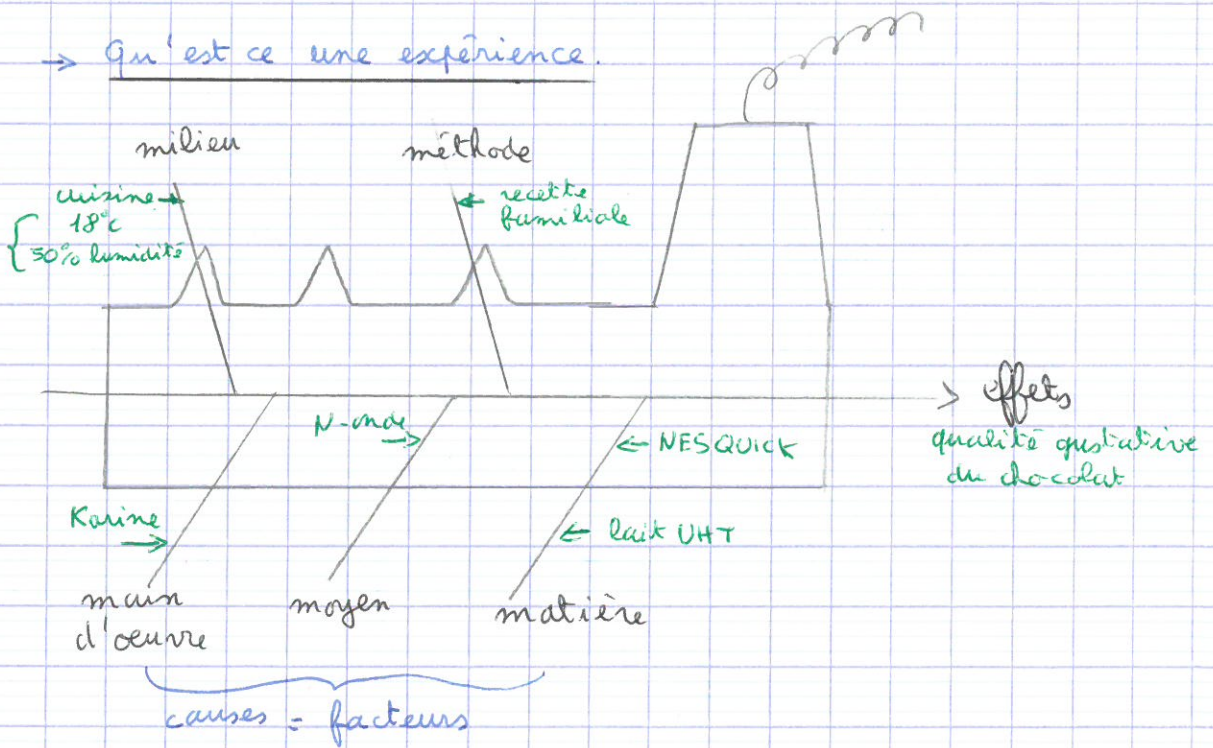


diagramme en crête de poisson

Une expérience c'est l'ens de facteurs qu'on va mettre en œuvre de façon à identifier leurs effets sur l ou leurs réponse.

→ Qu'est ce un plan d'expérience(s) ?

Un plan d'expérience correspond à l stratégie expérimentale qui

consiste à mettre en œuvre des traitements expérimentaux (combinaisons particulières des facteurs précédents) de façon à obtenir des conclusions solides et adéquates de façon efficace et économique (ISO : 3534-3)

La recherche d'info passe par la construct° et l'interprétat° d'un modèle mathémat<sup>9</sup> dont on postule a priori la forme. Ayant postulé 1 modèle, on connaît le nbre d'inconnus  $P$ ; le plan d'expérience va permettre de définir le nbre d'expérience à réaliser de telle sorte que leur nbre  $N$  soit le + proche de  $P$ . ( $N \geq P$ ) et de telle sorte que l'incertitude sur ces inconnus soit la + faible possible.

→ À quoi servent les plans d'expérience(s)?

- ① Comprendre le rôle des facteurs, on veut comprendre les effets des facteurs
- ② Optimiser 1 réponse ou trouver 1 compromis entre +eurs réponses

## II Définition des objectifs et des réponses

### 1) Objectif

Comprendre le rôle respectif de chacun des facteurs expérimentales de la catapulte.

- Hauteur de tir → permet d'incliner + ou - la catapulte
- Position du projectile → mettre le projectile + ou - loin
- L'ancrage de l'élastique
- Butée arrière → joue sur l'E élast<sup>9</sup> emmagasinée

### 2) Définition de la réponse

C'est la distance entre le pied avant de la catapulte et le point d'impact au sol.

Remarque : Il convient que la réponse mesurée soit quantitative et représentative des objectifs de l'étude.

réponse quantitative  $\rightarrow$  mesure (en cm de qqc par ex)  
" qualitative  $\rightarrow$  c'est bon ou pas, densifié ou pas...  
C'est en bien mesurer la réponse

### III Stratégie expérimentale

Consiste à dire qu'elle est la stratégie que l'on va utiliser  
pour obtenir l'objectif.

3 types de stratégies:

$\rightarrow$  Analyse de données existantes

$\rightarrow$  DATA MINING  
on extrait les info qui  
sont déjà existantes  
c'est le DATA MINING à la  
vrai

$\rightarrow$  Solution intuitive

$\rightarrow$  Recours à un modèle empirique.

- Combien d'expériences doit-on faire ?
- quelles " " " " ?
- quel modèle utiliser ?

### IV Définitions des facteurs et des modalités

#### 1) Facteurs

ici il y a 4 facteurs: A, B, C, D

de façon conventionnel le nbre de facteurs est noté  $k$ . ici  $k=4$

#### 2) Modalités

Les modalités ce sont des états distincts associés à chacun des  
facteurs de façon à apprécier les effets des facteurs lorsqu'on  
change volontairement de modalités. Le nbre de modalités  
associés aux facteurs  $i$  est noté  $m_i$ :

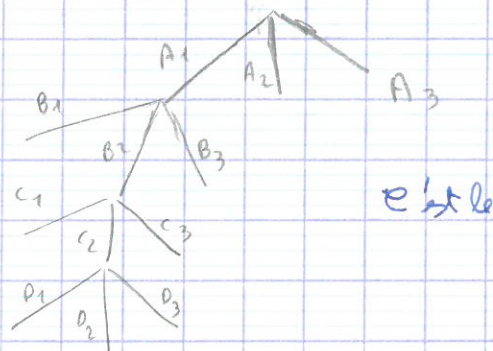
ici  $m_i=3$  il y a 3 possibilités de hauteur de tir...

# IV Plan expérimental

Il est défini à partir de l'ens des combinaisons réalisables

$$N_{\text{total}} = 3^4 \leftarrow R = 81 \text{ combinaisons}$$

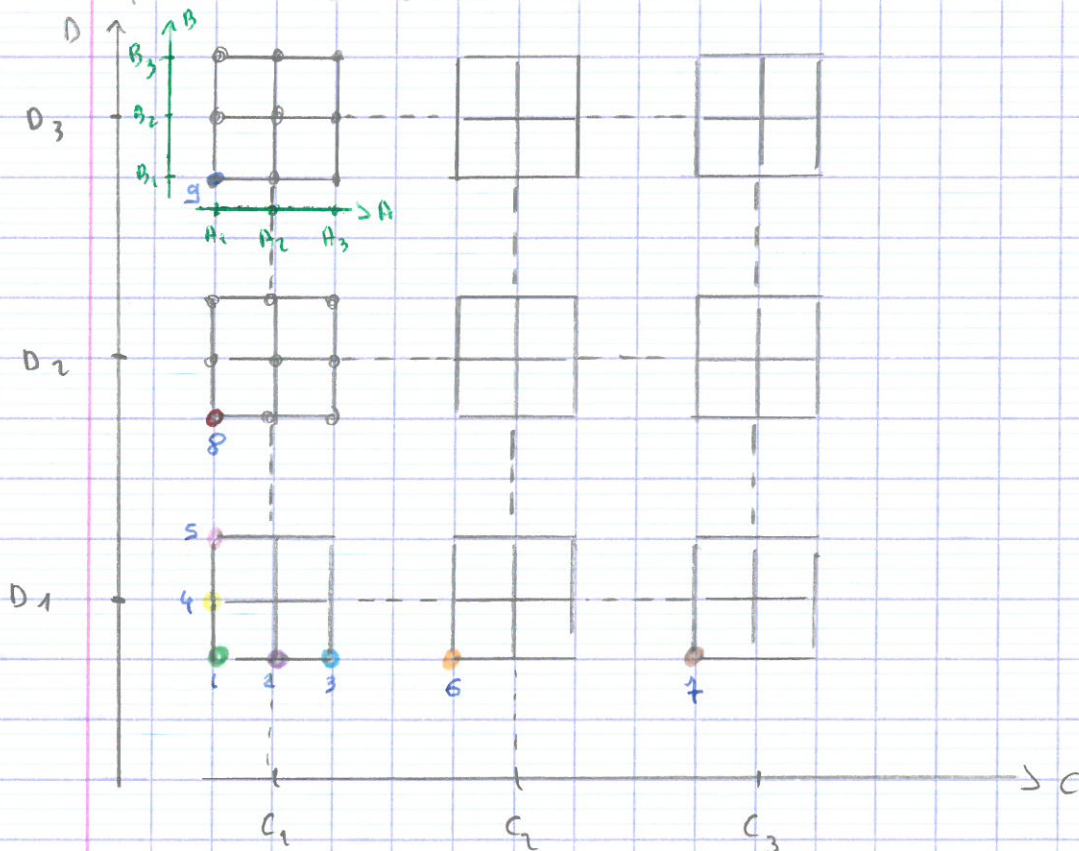
↑  
 $m_i$



PB: 81 combinaisons  
c'est der.

c'est le choix du modèle qui permet de dire combien de expériences doit on faire et la construct° du plan d'expérience permet de définir les expériences à faire.

Représentation des 81 combinaisons



## 1) Cas de la stratégie OFAT (one factor at time)

Stratégie d'étudier 1 facteur à la fois.

|     |                |                |                |                |   |  |
|-----|----------------|----------------|----------------|----------------|---|--|
| (1) | A <sub>1</sub> | B <sub>1</sub> | C <sub>1</sub> | D <sub>1</sub> | • | on calcule le sommet qui correspond à la stratégie                     |
| (2) | A <sub>2</sub> | B <sub>1</sub> | C <sub>1</sub> | D <sub>1</sub> | • |  |
| (3) | A <sub>3</sub> | B <sub>1</sub> | C <sub>1</sub> | D <sub>3</sub> | • | Il y a 1 zone où on n'a pas fait d'expérience                          |
| (4) | A <sub>1</sub> | B <sub>2</sub> | C <sub>1</sub> | D <sub>1</sub> | • |  |
| (5) | A <sub>1</sub> | B <sub>3</sub> | C <sub>1</sub> | D <sub>1</sub> | • | inconvenient on travaille que ds 1 zone très réduite                   |
| (6) | A <sub>1</sub> | B <sub>1</sub> | C <sub>2</sub> | D <sub>1</sub> | • | on a utilisé 7 fois A <sub>1</sub> ou B <sub>1</sub>                   |
| (7) | A <sub>1</sub> | B <sub>1</sub> | C <sub>3</sub> | D <sub>1</sub> | • | → ne prouve pas que A <sub>1</sub> (1 seule fois) n'est pas important. |
| (8) | A <sub>1</sub> | B <sub>1</sub> | C <sub>1</sub> | D <sub>2</sub> | • | → on n'a pas d'info  |
| (9) | A <sub>1</sub> | B <sub>1</sub> | C <sub>1</sub> | D <sub>3</sub> | • |  |

Le plan d'expérience sert à équi répartir les facteurs.

## VI Modèle empirique

### 1) Modèle additif

Sous forme générale ils s'écrivent:  $Y = cte + \sum_{i=1}^k W_i$

ici:  $Y = cte + W_A + W_B + W_C + W_D$

avec  $W_A$ : "poids de A"

$W_C$ : "poids de C"

$W_B$ : "poids de B"

$W_D$ : "poids de D"

Le modèle additif (modèle du panier de la ménagère)

nombre d'inconnues  $p = 1 + \sum_{i=1}^k (m_i - 1)$

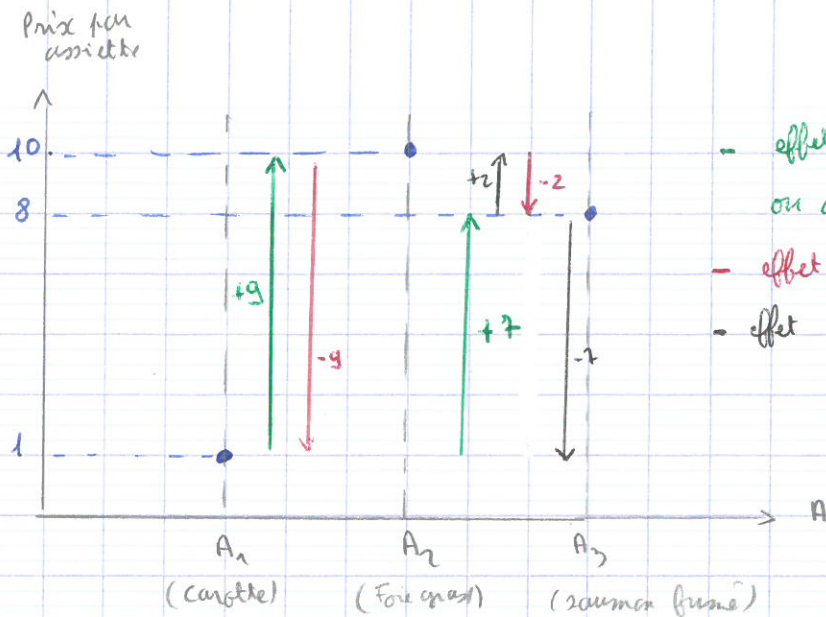
ici  $p = 1 + (m_A - 1) + (m_B - 1) + (m_C - 1) + (m_D - 1)$

$= 1 + 2 + 2 + 2 + 2$

$= 9$  inconnus il faut faire 9 expériences.

### 2) justification du nombre d'inconnues





- effet des cigarettes au Foire gras ou au saumon
- effet du Foire gras au reste
- effet du saumon au reste

L'effet d'un facteur est caractérisé par la variat° de la réponse lorsque ce facteur change de modalité

Combien d'effets voit-on sur cette figure?

Nombre total d'effets il y en a 6 dans l'exemple du dessus (on compte les flèches)

$$\text{nombre total d'effets du facteur } i = n_i \cdot (n_i - 1)$$

Si on connaît l'effet de  $A_1$  à  $A_2$  : il y a l'effet de +9 on connaît l'effet de  $A_2$  à  $A_1$  (-9).

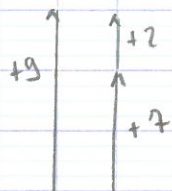
On peut supprimer la moitié des flèches car en changeant de signe on retrouve les autres.

Si on garde les flèches positives

Es 3 flèches ne st pas indépendantes

$$+7 + 2 \rightarrow +9$$

il suffit donc de donner 2 flèches pour retrouver le reste.



Le 2 vient de  $(m_i - 1)$

On a vu au dessus qu'on a 9 inconnus, il faut faire au ③ d'expériences.  $N \geq P$

## VII Construction du plan d'expériences

Quelles expériences doit-on faire dans le domaine expérimental et estimer quels sont les inconnus  $P$  du modèle

|   | I             | II            | III           |
|---|---------------|---------------|---------------|
| 1 | $\alpha$<br>A | $\beta$<br>B  | $\gamma$<br>C |
| 2 | $\delta$<br>B | $\alpha$<br>C | $\beta$<br>A  |
| 3 | B<br>C        | $\delta$<br>A | $\alpha$<br>B |

carre greco-latin.

plan carré. greco latin - On remplit le carré avec des lettres grecques de sorte qu'elles n'apparaissent qu'une seule fois par ligne et par colonne.

Ensuite on remplit avec des lettres latines A, B, C de sorte qu'elles n'apparaissent qu'une seule fois par ligne et par colonne.

La combinaison lettre grec-latine ne doit apparaître qu'une seule fois dans le carré

Ce carré a été rempli par permutation circulaire.

|   | ligne | colonne | latin | Grec     |
|---|-------|---------|-------|----------|
| 1 | 1     | I       | A     | $\alpha$ |
| 2 | 1     | II      | B     | $\beta$  |
| 3 | 1     | III     | C     | $\gamma$ |
| 4 | 2     | I       | B     | $\delta$ |
| 5 | 2     | II      | C     | $\alpha$ |
| 6 | 2     | III     | A     | $\beta$  |
| 7 | 3     | I       | C     | $\beta$  |
| 8 | 3     | II      | A     | $\delta$ |
| 9 | 3     | III     | B     | $\alpha$ |

On réécrit les coordonnées du carré.

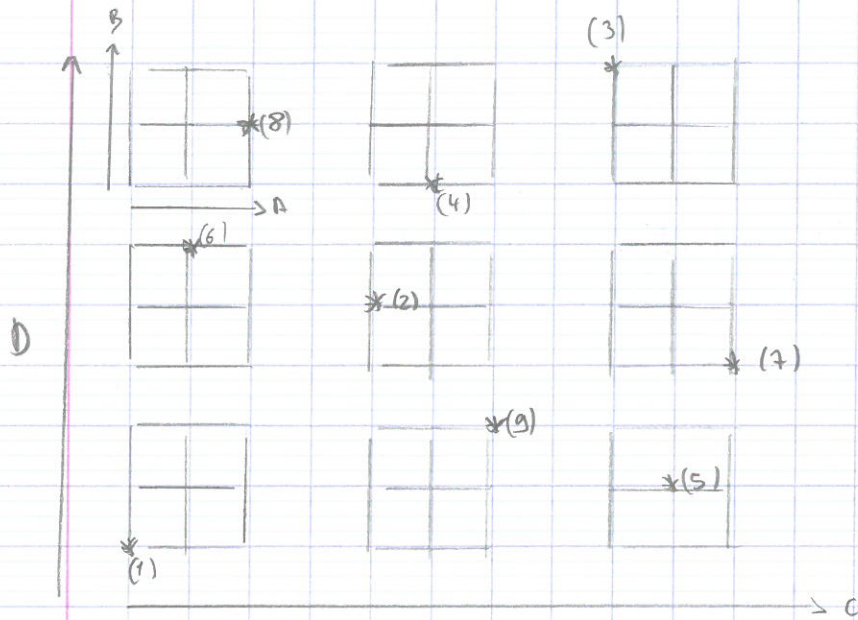
-> on a 9 combinaisons particulières.

-> on a 4 facteurs

-> chaque facteur possède 3 modalités

plan carré greco-latin de la catapulte voir feuille 2.

Répartition des expériences.



On remarque ici que les pts. st mieux répartis, le plan carré greco-latin a permis de répartir uniformément les expériences. Ici on respecte le syst de comparaison équitable. Ici on recueille plus d'info que qd on fait varier qu'un facteur à la fois.

### VIII expérimentation

voir feuille 2, on fait 10 tirs à chaque expérience. A partir de cet instant, on dépense de l'argent.

### IX Analyse globale des résultats d'essai

- j'écris ce que je vais faire
- je fais ce que j'ai écrit
- j'écris ce que j'ai réellement fait
- je garde tous ce que j'ai écrit : traçabilité des résultats.

Avant de calculer les données, il faut mesurer les effets.



si on regarde nos séries. Pour la 3, on va de 182 à 195  
Pour la 4 on a augmenté la distance 289 à 388  
entre les deux, on a déréglé la machine. Il faut essayer et  
voir qu'elles st les variat°.  
Il faut vérifier si il y a des facteurs qui ne donnent pas de variat°.

On constate 1 variat° significatif entre l'essai 4 où on a le  
maxi et l'essai 6 où on a le mini  $\Rightarrow$  il faut expliquer les  
 $\neq$  des facteurs

## X Analyse mathématique

### 1) objectif

L'analyse mathématique a pour objectif de déterminer les p du modèle

### 2) Outils $\rightarrow$ grille de dépouillement

La grille de dépouillement permet d'isoler les résultats d'essai  
tenant en compte de la calcul de moyenne arithmétique  
et ceci a été promu par LOCHNER et MATAP

La grille comprend 3 zones (feuille 3)

- La zone de la réponse à analyser  
de la colonne Y on reporte la moyenne des lés obtenus avec  
la catapulte (on reporte la moyenne de ce qu'on veut étudier)

- La zone des facteurs  
elle contient autant de blocs qu'il y a de facteurs, au sein  
de chaque facteur il y a autant de colonne que de modalités  
La structure des  $\times$  blancs reproduit exactement le plan d'expérience  
on recopie de les  $\times$  vide les valeurs Y

• zone 3 : zone des résultats  
consiste à calculer la moyenne des valeurs présente de  
chacune des colonnes.

## XI Analyse graphique du modèle

### 1) objectif

L'analyse graphique consiste à retranscrire de façon  
interprétable les inconnus du modèle à savoir les effets  
des facteurs.

### 2) outils

On va utiliser la dernière ligne de la grille de dépouillement  
pour construire le tracé des effets (graphe des effets)  
(voir feuille 4)

Pour chaque modalité de chaque facteur on reporte les résultats

Le passage de  $C_2$  à  $C_3$  a un effet de 10 cm

ou  $B_1$  à  $B_3$  " " " négatif - 131 cm

⇒ on a réussi à comparer les modalités de chaque facteur.

Un modèle est décrit entre la variable de réponse et  
les facteurs, le mot décrit n'est pas synonyme  
d'équation.

## XII Validation du modèle

### 1) objectif de la validat° du modèle

Valider au travers d'expérience complémentaire ou au travers de  
la confirmat° des experts toutes les hypothèses faites depuis le  
début

- La recherche <sup>d'éléments</sup> d'info passe par la construct<sup>°</sup> et l'interprét<sup>°</sup> d'un modèle  $\Rightarrow$  le modèle sert-il à qqc?
- Hyp 2: on a choisit 1 modèle additif  $\Rightarrow$  l'additivité des effets des facteurs est-elle bien vérifiée?
- Hyp 3: le réglage 7, permet d'atteindre en moyenne ces distances supérieures au réglage 6  $\Rightarrow$  Comment que faut-il mettre en œuvre et vérifier ces hyp

## 2) Les outils

Peut-on avoir confiance dans le graphique que l'on veut de faire?  
Comment vérifier l'additivité des effets?

L'effet de l'ancrage s'ajoute l'effet de la position...

$$Y = \mu + W_A + W_B + W_C + W_D$$

- $\rightarrow$  le réglage qui permet de "maximiser"  $Y$   $A_3 B_1 C_3 D_1$   
on le voit à partir du graphe des modalités des facteurs.
- $\rightarrow$  réglage qui permet de "minimiser"  $Y$   $A_1 B_3 C_1 D_3$

Va-t-on au delà de 368 cm (essai 7)?

Va-t-on en deçà de 172 cm (essai 6)?

Dans le cas présent le modèle va au delà de ce qu'on attend, on atteint 430 cm (au max) et 120 cm (au min)

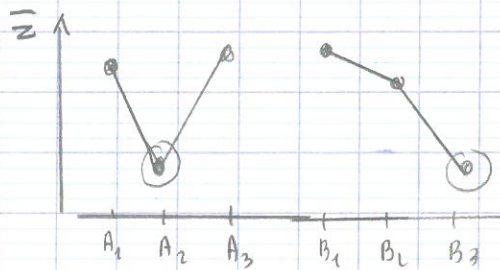
$\rightarrow$  un autre objectif: atteindre une valeur cible (Target)  
exemple: On veut atteindre une valeur moyenne de 205 cm  
quel réglage propose-t-on pour atteindre 205 cm?

1<sup>ère</sup> approche on met la moyenne de nos expériences sur le tableau de répartition des expériences  $\Rightarrow$  et on essaie de visualiser 205 cm. (on ne regarde pas celle-ci)

2<sup>ème</sup> approche:  $|\bar{z}| = |\bar{Y} - 205| = |\bar{Y} - Y_{cible}|$

Si on minimise  $\bar{z}$ ,  $\bar{y}$  tend vers 205

2<sup>ème</sup> on trace  $\bar{z}$  en fon<sup>ct</sup> de facteurs,

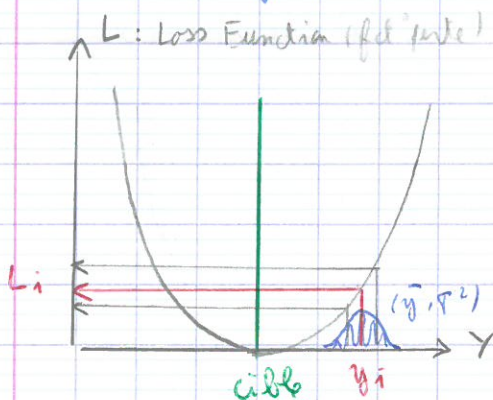


on prend les plus basses valeurs car on minimise  $\bar{z}$

3<sup>ème</sup> approche:  $\bar{z} = (\bar{y} - 205)^2$

On minimise le carré, et ensuite on trace au graphe  $\bar{z}$  précédemment.

4<sup>ème</sup> approche: Fonction coût de la non-qualité. (Genichi Taguchi)  
Robust design.



La fon<sup>ct</sup> perte est 1 parabole centrée sur la cible

$$L_i = R (y_i - \text{cible})^2$$

$$(\$) = \frac{\$}{\text{cm}^2} (\text{cm}^2)$$

$L_i$ : perte financière occasionnée par l'objet  $i$ .

$\sigma^2$ : variance

Pour 1 réglage donné, on va avoir une distrib<sup>ti</sup> de valeurs de  $y$

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i$$

$\bar{L}$ : moyenne des  $L_i$

$$\sigma^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2$$

Pour 1 réglage donné quelle est en moyenne la perte d'argent?

$$\bar{L} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n L_i = \frac{R}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \text{cible})^2$$

$$\bar{L} = \frac{R}{n} \sum_{i=1}^n [(y_i - \bar{y}) + (\bar{y} - \text{cible})]^2$$

$$\bar{L} = \frac{R}{n} \left\{ \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2 + \sum_{i=1}^n (\bar{y} - \text{cible})^2 + 2 \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})(\bar{y} - \text{cible}) \right\}$$

Calcul de  $\sum (y_i - \bar{y})(\bar{y} - \text{cible})$ . On justifie que c'est = à 0

$$\sum (y_i - \bar{y})(\bar{y} - \text{cible}) = \sum (y_i \bar{y} - y_i \text{cible} - \bar{y}^2 + \bar{y} \text{cible})$$

$$\sum_{i=1}^n y_i \bar{y} - \sum_{i=1}^n y_i \text{cible} - \sum_{i=1}^n \bar{y}^2 + \sum_{i=1}^n \bar{y} \text{cible}$$

on sait ce qui est de

$$\bar{y} \sum_{i=1}^n y_i - \text{cible} \sum_{i=1}^n y_i - n \bar{y}^2 + n \bar{y} \text{cible}$$

on remplace  $\sum y_i = n \bar{y}$

$$\text{soit } n \bar{y}^2 - n \bar{y} \text{cible} - n \bar{y}^2 + n \bar{y} \text{cible} = 0$$

on a alors :

$$\bar{L} = \frac{R}{n} \left\{ \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2 + \sum_{i=1}^n (\bar{y} - \text{cible})^2 \right\}$$

$$= R \left\{ \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n} + \frac{n (\bar{y} - \text{cible})^2}{n} \right\}$$

$$\bar{L} = R \left\{ \sigma^2 + (\bar{y} - \text{cible})^2 \right\}$$

Pour 1 réglage donné d'un processus et pour 1 produit n objet la pte financière moyenne sera d'autant + grde que

- 1) la moyenne de valeur produit  $\bar{y}$  sera éloignée de la cible
- 2) la dispers° autour de cette moyenne sera grde

Dans le plan d'expérience le rapport  $\frac{\bar{L}_{\max}}{\bar{L}_{\min}}$  est très grand il est délicat de modéliser

à partir d'un modèle additif de grde variat°. Pour diminuer l'amplitude de variat° de la fct°  $\bar{L}$ , on utilise 1 opérateur de compression  $\log_{10}$  de la fct°  $[\sigma^2 + (\bar{y} - \text{cible})^2]$

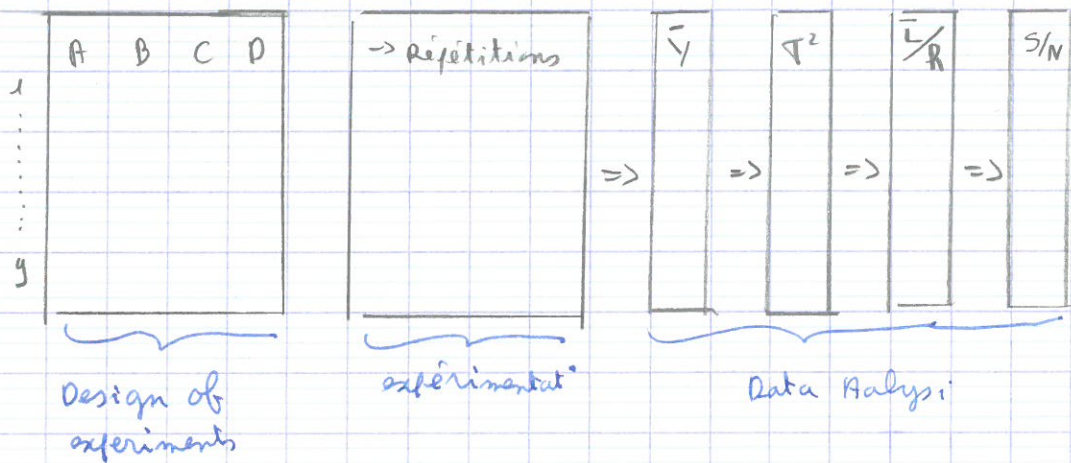
→ s'exprime en Bel

$$10 \log_{10} [\sigma^2 + (\bar{y} - \text{cible})^2] \Rightarrow \text{dB}$$

Rapport Signal / Bruit (signal to noise ratio)

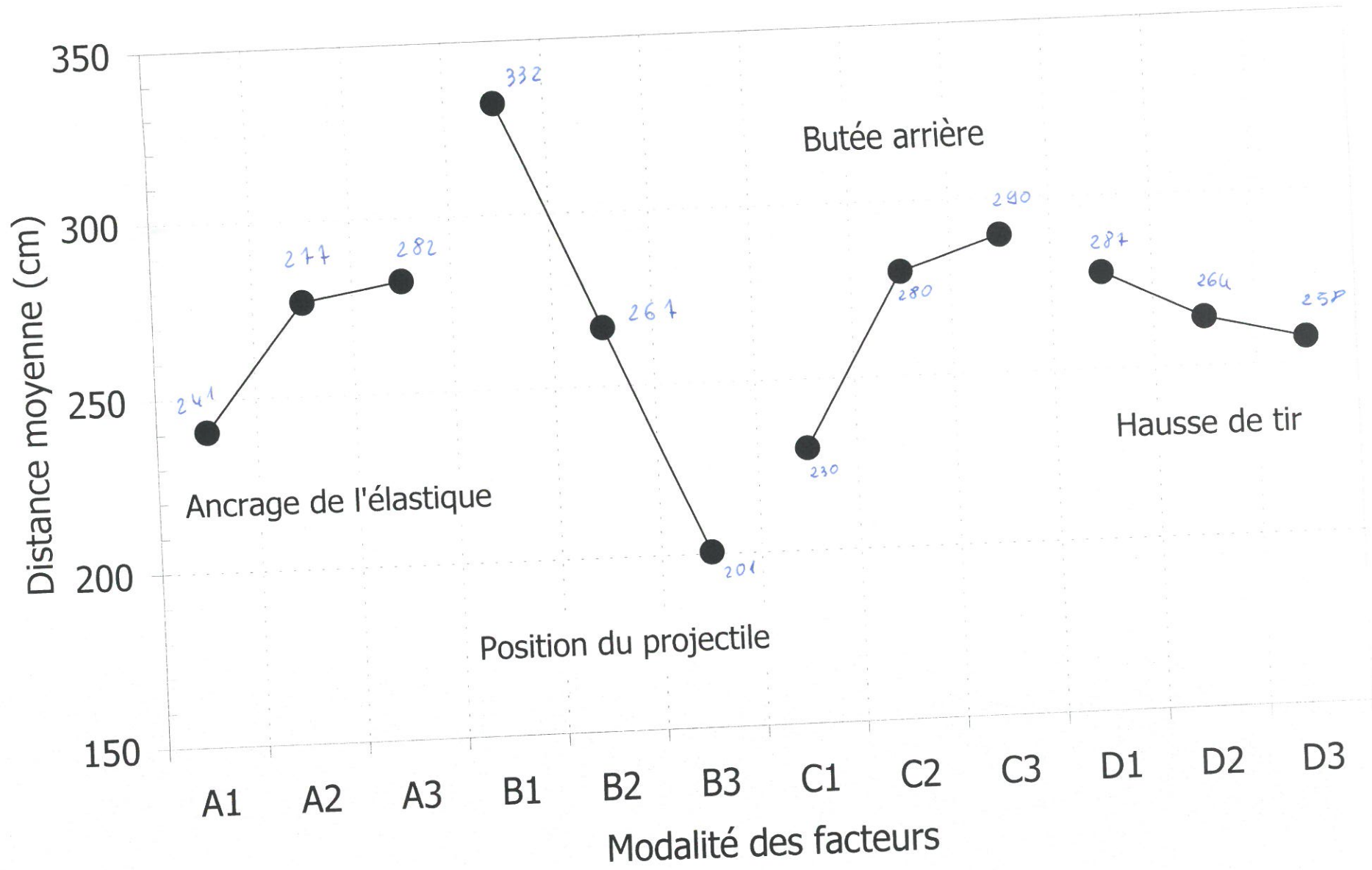
$$S/N (\text{dB}) = -10 \log_{10} [\sigma^2 + (\bar{y} - \text{cible})^2]$$

chercher le réglage qui maximise ce rapport S/N



$$\frac{\bar{L}}{R} = \int \sigma^2 + (\bar{y} - \text{cible})^2$$

$$S/N (\text{dB}) = -10 \log_{10} \int \sigma^2 + (\bar{y} - \text{cible})^2$$



feuille 4

zone 1

zone 2

| Traitement | Y    | Facteur A |     |     | Facteur B |     |     | Facteur C |     |     | Facteur D |     |     |
|------------|------|-----------|-----|-----|-----------|-----|-----|-----------|-----|-----|-----------|-----|-----|
|            |      | 1         | 2   | 3   | 1         | 2   | 3   | 1         | 2   | 3   | 1         | 2   | 3   |
| 1          | 281  | 281       |     |     | 281       |     |     | 281       |     |     | 281       |     |     |
| 2          | 252  | 252       |     |     |           | 252 |     |           | 252 |     |           | 252 |     |
| 3          | 189  | 189       |     |     |           |     | 189 |           |     | 189 |           |     | 189 |
| 4          | 347  |           | 347 |     | 347       |     |     |           | 347 |     |           |     | 347 |
| 5          | 312  |           | 312 |     |           | 312 |     |           |     | 312 | 312       |     |     |
| 6          | 172  |           | 172 |     |           |     | 172 | 172       |     |     |           | 172 |     |
| 7          | 368  |           |     | 368 | 368       |     |     |           |     | 368 |           | 368 |     |
| 8          | 237  |           |     | 237 |           | 237 |     | 237       |     |     |           |     | 237 |
| 9          | 241  |           |     | 241 |           |     | 241 |           | 241 |     | 241       |     |     |
| Total      | 2399 | 122       | 831 | 846 | 996       | 801 | 602 | 690       | 840 | 869 | 834       | 192 | 173 |
| Nombre     | 9    | 3         | 3   | 3   | 3         | 3   | 3   | 3         | 3   | 3   | 3         | 3   | 3   |
| Moyenne    | 264  | 241       | 277 | 282 | 332       | 264 | 201 | 230       | 280 | 290 | 278       | 264 | 258 |

zone 3

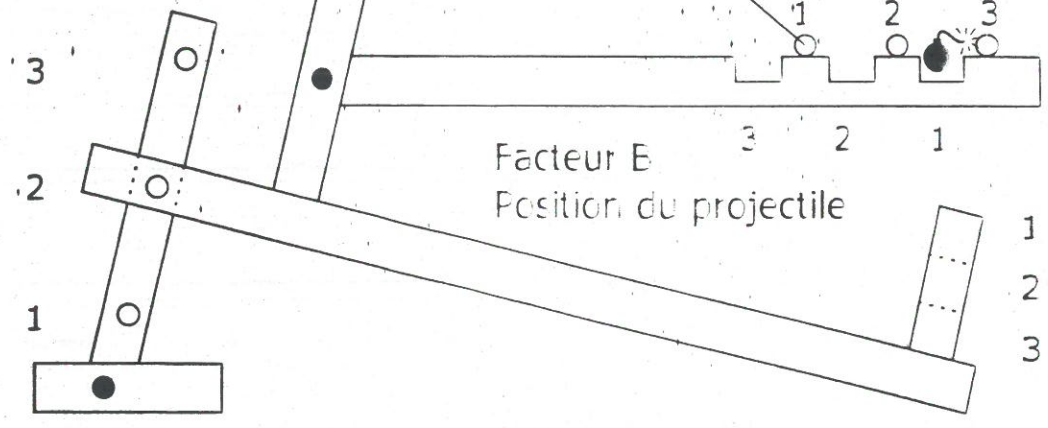
feuille 3  
grille de dépouillement



fait un angle de 45° si possible  
la + longue distance

**Facteur D**  
Hausse de tir

**Facteur A**  
Ancrage de l'élastique



feuille 1

|   | A | B | C | D |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 2 | 1 | 2 | 2 | 2 |
| 3 | 1 | 3 | 3 | 3 |
| 4 | 2 | 1 | 2 | 3 |
| 5 | 2 | 2 | 3 | 1 |
| 6 | 2 | 3 | 1 | 2 |
| 7 | 3 | 1 | 3 | 2 |
| 8 | 3 | 2 | 1 | 3 |
| 9 | 3 | 3 | 2 | 1 |

→

→

→

→

→

→

→

→

→

| Tir n°1 | Tir n°2 | Tir n°3 | Tir n°4 | Tir n°5 | Tir n°6 | Tir n°7 | Tir n°8 | Tir n°9 | Tir n°10 |
|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|----------|
| 283     | 265     | 334     | 279     | 293     | 268     | 280     | 274     | 241     | 293      |
| 236     | 258     | 245     | 268     | 247     | 266     | 248     | 260     | 255     | 236      |
| 190     | 195     | 191     | 183     | 184     | 182     | 188     | 192     | 192     | 190      |
| 383     | 356     | 289     | 355     | 373     | 304     | 388     | 345     | 372     | 302      |
| 309     | 322     | 309     | 313     | 303     | 334     | 310     | 318     | 298     | 300      |
| 191     | 178     | 169     | 168     | 170     | 166     | 166     | 165     | 169     | 179      |
| 383     | 346     | 375     | 421     | 332     | 353     | 362     | 324     | 443     | 342      |
| 221     | 202     | 207     | 209     | 280     | 231     | 269     | 268     | 241     | 239      |
| 207     | 234     | 248     | 237     | 247     | 231     | 244     | 244     | 268     | 248      |

feuille 2

## Introduction

Il n'est pas courant de commencer la présentation des plans d'expérience par un exemple de plan en carré gréco-latin. Cependant, il est important de surprendre le lecteur par le potentiel de la démarche méthodologique associée à l'utilisation des plans d'expérience, en évitant le cas d'école trop classique d'un petit domaine expérimental défini seulement par "3 facteurs à 2 niveaux".

Le processus modélisé est ludique ; il s'agit d'une catapulte expérimentale (Fig.1) qui peut être réalisée aisément par tout bricoleur. La créativité du lecteur pourra intervenir par la suite pour augmenter, par quelques paramètres de réglage supplémentaires, le champ d'investigation de ce processus et l'application de la méthode à d'autres dispositifs expérimentaux.

Cet exemple permet d'illustrer de façon concrète les différentes étapes énoncées dans la partie consacrée à la méthodologie. On limitera volontairement les démonstrations mathématiques afin de focaliser l'attention du lecteur sur le pragmatisme de la méthode lié à des réflexes relevant du bon sens. La notion de comparaison équitable de moyennes arithmétiques, base de la réflexion menée dans ce chapitre, est accessible à tous.

A défaut de faire une analyse statistique du modèle au sens académique du terme, analyse que le lecteur pourra retrouver dans d'autres chapitres, on appliquera aux données de cette étude une transformation originale proposée dans la méthode Taguchi. Cette approche est basée sur la définition du rapport signal/bruit ; elle fait partie des méthodes d'ingénierie robuste, traduction de la locution anglaise *Robust Design*.

On présentera en conclusion de ce chapitre les avantages et les inconvénients de la démarche retenue pour la modélisation de ce processus par un plan d'expérience.

## Définition des objectifs et de la réponse

### Définition des objectifs

Contrairement à ce que l'on pourrait penser en observant la catapulte expérimentale et en la remplaçant dans un contexte historique, il ne s'agit pas d'identifier le réglage permettant d'atteindre une cible la plus éloignée. On cherche essentiellement à quantifier le rôle respectif de chacun des facteurs sur la distance atteinte par le projectile.

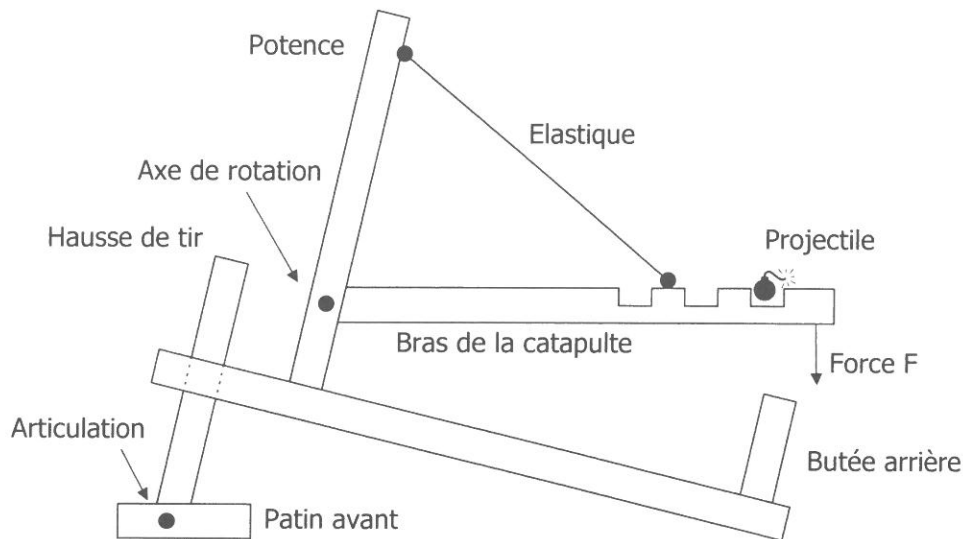
L'objectif de cette étude consiste à hiérarchiser la contribution respective de chacun des facteurs agissant sur la distance atteinte par un projectile, lors d'un tir réalisé à partir d'une catapulte expérimentale.

L'analyse du rapport signal/bruit proposé dans la méthode Taguchi et illustré en fin de chapitre permettra d'aller au delà de cet objectif, en guidant l'utilisateur de la catapulte vers un réglage destiné à atteindre une cible donnée, en minimisant la dispersion autour de cette cible.

### Définition de la réponse

Il est primordial que la réponse mesurée par l'expérimentateur soit le plus possible en adéquation avec les objectifs fixés.

La réponse caractérisant l'objectif est représentée par la distance entre le pied avant de la catapulte et le point d'impact du projectile au sol. Pour un réglage donné, les jeux fonctionnels de l'appareillage provoqueront inévitablement une dispersion des résultats d'essai, justifiant ainsi l'application des méthodes liées à l'ingénierie robuste.



**Figure 1.** Schéma de principe de la catapulte expérimentale.

Un projectile représenté par le symbole  $\bullet$  est disposé sur le bras de la catapulte, lui-même articulé au bas d'une potence. Une force  $F$ , appliquée à l'extrémité du bras, permet de tendre un élastique en amenant ainsi l'ensemble mobile au contact de la butée arrière. En supprimant l'action de la force  $F$ , le système retransmet une grande partie de l'énergie emmagasinée au projectile qui décrit alors, une trajectoire approximativement parabolique. De nombreux paramètres de réglage permettent d'agir sur la trajectoire et donc sur le point d'impact du projectile.

## Choix d'une stratégie expérimentale

### Analyse du système et solution intuitive

L'observation de la catapulte, associée à des connaissances élémentaires de physique, permettrait de trouver un réglage pour atteindre une cible éloignée. Il suffirait pour cela d'emmagasiner une plus grande énergie élastique en agissant sur la position de l'élastique et sur la hauteur de la butée arrière, puis en éloignant au maximum le projectile de l'axe de rotation du bras de la catapulte et enfin, en adoptant une hausse de tir permettant au vecteur vitesse initial de présenter un angle optimal (environ  $45^\circ$ ) avec le sol.

Toutefois, dans le cadre de l'étude d'un processus par un modèle de criblage, il n'est pas possible de proposer une solution intuitive puisqu'il s'agit de comparer les effets moyens respectifs de chacun des facteurs de réglage du processus.

De même, la recherche d'un réglage particulier permettant d'atteindre une cible donnée avec une dispersion minimale, résulte rarement d'une première intuition. La mise en œuvre de corrections successives à partir d'un réglage intuitif conduit fréquemment à la réalisation de nombreux traitements expérimentaux, à partir desquels il est souvent délicat d'obtenir une information rationnelle. Le recours à un modèle empirique constitue alors une alternative intéressante.

## Recours à un modèle empirique

En l'absence de données expérimentales disponibles, il est nécessaire d'acquérir de l'information à partir de la réalisation de traitements expérimentaux. Ces traitements représentent des réglages particuliers permettant d'établir, de la meilleure façon possible, un modèle empirique reliant la variable de réponse, définie précédemment, aux paramètres de réglage de l'appareillage que l'on va préciser à l'étape suivante.

On espère que l'interprétation de ce modèle empirique permettra d'apporter des éléments de réponse aux objectifs fixés ; on vérifiera cette hypothèse importante lors de l'étape consacrée à la validation du modèle.

### **Définition des facteurs et des modalités**

#### Définition des facteurs

Afin de pouvoir préciser la forme particulière du modèle empirique, il est nécessaire de définir les paramètres de réglage du processus dont on souhaite identifier les effets moyens. En matière de méthodologie de recherche expérimentale et de plan d'expérience, c'est le terme facteur ou encore variable de prédiction qui est utilisé pour la définition des paramètres.

En milieu industriel, l'identification et la définition des facteurs n'est jamais immédiate et nécessite parfois plusieurs séances de brainstorming pour argumenter des choix judicieux.

Dans cette étude, et parce que l'on souhaite initier le lecteur à la construction d'un dispositif expérimental particulier, on ne retiendra que quatre facteurs (Fig.2) décrits ci-après :

- La position de l'ancrage de l'élastique sur le bras de la catapulte
- La position du projectile sur le bras de la catapulte
- La hauteur de la butée arrière
- La hausse de tir

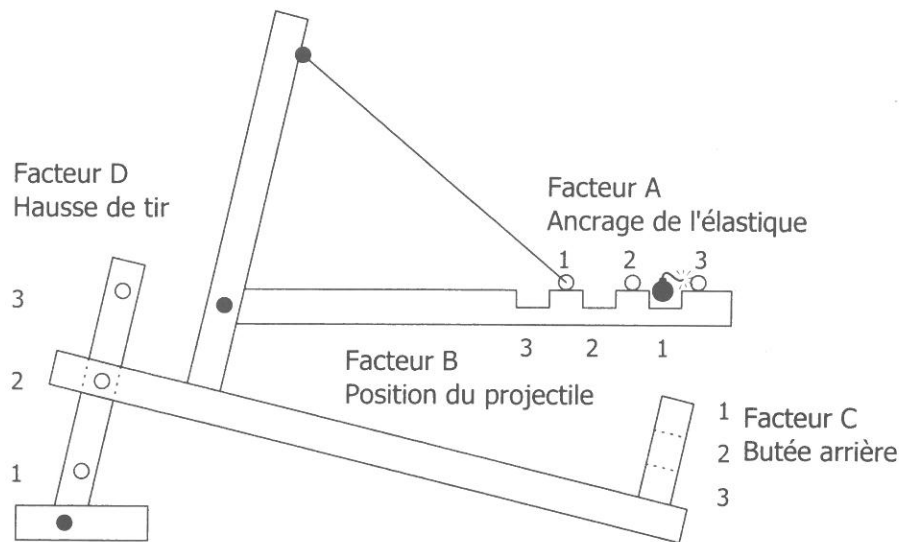
#### Définition des modalités

Dès lors que l'on souhaite quantifier l'effet moyen des variations des facteurs sur la variation de la réponse, il est impératif de préciser les différents états que l'on souhaite attribuer aux facteurs en cours d'expérimentation.

La terminologie associée aux plans d'expérience définit ces états en tant que niveaux ou modalités. Si la notion de niveau laisse sous-entendre la possibilité de variation continue d'un facteur, la notion de modalité se veut plus générale ; elle permet de préciser à la fois les états distincts d'une variable qualitative et les niveaux particuliers d'une variable quantitative continue.

La conception de la catapulte autorise, par construction, 3 modalités pour l'ensemble des facteurs cités précédemment ; ces modalités seront repérées classiquement, dans la méthode des plans d'expérience associés aux problèmes de criblage, par des chiffres arabes (Fig.2).

Dans un contexte plus général, on rappelle que le nombre de facteurs de l'étude est désigné par la lettre  $k$  et le nombre de modalités du facteur  $i$  par le symbole  $m_i$ .



**Figure 2.** Repérage des facteurs et des modalités.

Chacun des facteurs de réglage présente, par construction, 3 modalités repérées sur la figure par des chiffres arabes. Le passage d'une modalité à l'autre ne pose aucun problème technologique majeur. On dispose de pignes de différentes hauteurs afin de modifier le réglage de la butée arrière. Le projectile ● sera matérialisé par un bouchon en liège dont on repérera facilement le point d'impact sur un lit de sable.

### Définition du domaine expérimental

L'affectation de niveaux d'études particuliers, appelés modalités, pour les facteurs à variation continue, contribue à la détermination d'un nombre fini de combinaisons. Dans cette étude, tous les facteurs sont qualitatifs en raison de la conception de la catapulte expérimentale (Fig.2).

Le domaine expérimental est défini à partir de l'ensemble des combinaisons réalisables des facteurs et de leurs modalités.

Dans le cas présent, le nombre total de combinaisons réalisables est égal à :

$$N_{\text{total}} = 3^4 = 81 \text{ combinaisons} \quad (1)$$

Il est évident qu'en disposant de patience et d'acharnement, la réalisation de l'ensemble des combinaisons permettrait, par différentes comparaisons successives, de hiérarchiser le rôle des facteurs sur la distance parcourue par le projectile.

En milieu industriel, le nombre total de combinaisons dépasse très rapidement ce qu'il est raisonnable d'envisager en terme d'investigations expérimentales. Il faudra donc extraire, de la façon la plus équitable et la moins partisane possible, un sous-ensemble de réglages particuliers définissant les traitements expérimentaux à réaliser dans l'étude. C'est l'objet de la construction d'un plan d'expérience.

Le nombre de traitements minimal à extraire sera obtenu en choisissant une forme particulière de modélisation ; la définition des traitements sera précisée par la construction du plan d'expérience le plus adapté au modèle postulé.

## Définition du modèle empirique

Les problèmes de criblage et donc de classification des effets moyens des facteurs utilisent tous le recours à une forme particulière de modélisation, appelée modèle additif, qu'il est important de distinguer des modèles polynomiaux dédiés préférentiellement à des problèmes d'optimisation. Dans le cas présent, on va utiliser un modèle additif sans couplage.

### Forme générale du modèle additif sans couplage

La forme générale d'un modèle additif sans couplage s'écrit de la manière suivante :

$$Y = C^{tc} + \sum_{i=1}^k W_i \quad (2)$$

Cette écriture reflète bien les préoccupations de cette étude, en identifiant le poids de chacun des facteurs par le symbole  $W_i$ . Dans le cas présent, en exprimant les indices sous forme de lettres et à partir des notations de la figure 2, on écrira :

$$Y = C^{tc} + W_A + W_B + W_C + W_D \quad (3)$$

### Nombre d'inconnues associées au modèle additif sans couplage

L'écriture de la forme générale, commentée dans la présentation méthodologique des plans d'expérience, ne permet pas de déterminer le nombre  $p$  d'inconnues qui lui est associé. On utilise pour cela la relation suivante :

$$p = 1 + \sum_{i=1}^k (m_i - 1) \quad (4)$$

Un retour à la présentation méthodologique des modèles est conseillée au lecteur novice afin de bien apprécier le sens et l'origine de cette équation.

En raison des définitions des facteurs de cette étude, on obtient :

$$p = 1 + (m_A - 1) + (m_B - 1) + (m_C - 1) + (m_D - 1) \quad (5)$$

Soit encore :

$$p = 9 \text{ inconnues} \quad (6)$$

Le nombre  $p$  d'inconnues croît en fonction du nombre  $k$  de facteurs à étudier et du nombre de modalités  $m_i$  qui leur est affecté. Le nombre  $p$  d'inconnues dépend également du type de modèle retenu pour explorer le domaine expérimental. On constate que les modèles additifs sans couplage sont les plus utilisés en milieu industriel.

Il peut être parfois nécessaire, à cette étape d'avancement de la méthodologie, de redéfinir la problématique et le domaine expérimental afin d'aboutir à un nombre d'inconnues compatible avec ce qu'il est raisonnable d'envisager, de manière technico-économique, en terme de traitements expérimentaux.

La redéfinition d'un domaine expérimental doit faire l'objet d'arguments car l'exploration d'un domaine plus restreint se traduit inéluctablement par une perte globale d'information.

## Construction du plan d'expérience

### Objectif

Bien que la diffusion de nombreux plans d'expérience au travers de livres et de logiciels facilite grandement cette tâche en milieu industriel, il est intéressant dans un ouvrage de vulgarisation, d'expliquer de la façon la plus pédagogique possible, les étapes de la construction d'un plan d'expérience. Le plan d'expérience que l'on souhaite faire découvrir au lecteur au travers de ce chapitre est un plan en carré gréco-latin, dénomination paraissant bien compliquée pour une démarche relevant de la construction des carrés magiques.

Construire un plan d'expérience consiste, d'une certaine façon, à extraire du domaine expérimental un nombre suffisant de combinaisons particulières afin d'estimer, de la meilleure façon possible, les  $p$  inconnues du modèle additif.

Une première condition pour la construction d'un plan d'expérience peut s'écrire sous la forme suivante, dans laquelle  $N$  représente le nombre de traitements distincts du plan :

$$p \leq N \leq N_{\text{total}} \quad (7)$$

### Notes historiques

Les plans en carré gréco-latin sont dus à Sir Ronald Aylmer Fisher (1890-1962) qui, en tant que professeur de mathématiques, en favorisa le développement et l'exploitation à la station agronomique de Rothamsted près de Londres, dès 1924. Il fut rejoint un peu plus tard par Franck Yates (1902-1994), plus connu par les notations qu'il proposa pour l'étude des plans factoriels.

Bien avant les applications des carrés gréco-latins dans le monde agronomique puis dans le monde industriel, le mathématicien suisse Leonhard Euler (1707-1783), avait travaillé sur les carrés latins. Dans un article de 1782, il proposa une récréation mathématique visant à disposer 36 officiers appartenant à 6 grades différents et à 6 régiments distincts, dans un carré de 36 cases.

Chaque grade et chaque régiment ne devaient apparaître qu'une seule fois par ligne et par colonne du carré et il n'était permis qu'une seule association d'un même grade d'officier à un même type de régiment au sein du carré.

Ce problème de 1782, connu sous le nom de conjecture d'Euler, n'a pas de solution comme l'a démontré le mathématicien français Gaston Tarry (1843-1913) en 1901. Toutefois, cette approche précise le mode de construction des carrés gréco-latins que l'on va exposer ci-après.

### Principe de construction

La construction d'un carré gréco-latin est ludique. Elle repose sur une disposition particulière et structurée, dans les cellules d'un carré, de caractères issus des premières lettres des alphabets grecs et latins. On retrouve ainsi l'origine de l'expression carré gréco-latin.

Dans le cas présent, on construit un carré de neuf cases, correspondant au carré du nombre de modalités des facteurs. Les colonnes sont repérées (Tab.I) par des chiffres romains et les lignes par des chiffres arabes.

On peut commencer le remplissage des cellules par les lettres grecques, de telle sorte que ces lettres n'apparaissent qu'une seule fois par ligne et par colonne. Il est facile de constater qu'une simple permutation circulaire permet d'atteindre cet objectif.



On vient ensuite compléter chacune des cellules par les lettres latines, disposées elles aussi de façon à n'apparaître qu'une seule fois par ligne et par colonne. Toutefois, une même association de lettres grecques et latines ne doit apparaître qu'une seule fois au sein du carré.

La transposition à un problème de modélisation de processus n'apparaît pas spontanément à la lecture et à la découverte d'un carré gréco-latin. Il suffit cependant de réécrire les coordonnées des différentes cases du carré pour commencer à y voir plus clair.

**Tableau I.** Carré gréco-latin et coordonnées des cellules du carré gréco-latin.

|   | I          | II         | III        |
|---|------------|------------|------------|
| 1 | A $\alpha$ | B $\beta$  | C $\gamma$ |
| 2 | B $\gamma$ | C $\alpha$ | A $\beta$  |
| 3 | C $\beta$  | A $\gamma$ | B $\alpha$ |

→

→

→

→

|   | Numéro de ligne | Numéro de colonne | Lettre latine | Lettre grecque |
|---|-----------------|-------------------|---------------|----------------|
| 1 | 1               | I                 | A             | $\alpha$       |
| 2 | 1               | II                | B             | $\beta$        |
| 3 | 1               | III               | C             | $\gamma$       |
| 4 | 2               | I                 | B             | $\gamma$       |
| 5 | 2               | II                | C             | $\alpha$       |
| 6 | 2               | III               | A             | $\beta$        |
| 7 | 3               | I                 | C             | $\beta$        |
| 8 | 3               | II                | A             | $\gamma$       |
| 9 | 3               | III               | B             | $\alpha$       |

En renommant les modalités présentes dans les colonnes du tableau précédent, il est possible d'obtenir (Tab.II) une version plus exploitable industriellement du carré gréco-latin, appelée arrangement orthogonal  $L_9(3^4)$  par les adeptes de la méthode Taguchi.

**Tableau II.** Notation originale et arrangement orthogonal  $L_9(3^4)$ .

|   | Numéro de ligne | Numéro de colonne | Lettre latine | Lettre grecque |
|---|-----------------|-------------------|---------------|----------------|
| 1 | 1               | I                 | A             | $\alpha$       |
| 2 | 1               | II                | B             | $\beta$        |
| 3 | 1               | III               | C             | $\gamma$       |
| 4 | 2               | I                 | B             | $\gamma$       |
| 5 | 2               | II                | C             | $\alpha$       |
| 6 | 2               | III               | A             | $\beta$        |
| 7 | 3               | I                 | C             | $\beta$        |
| 8 | 3               | II                | A             | $\gamma$       |
| 9 | 3               | III               | B             | $\alpha$       |

→

→

→

→

→

→

→

→

→

|   | A | B | C | D |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 2 | 1 | 2 | 2 | 2 |
| 3 | 1 | 3 | 3 | 3 |
| 4 | 2 | 1 | 2 | 3 |
| 5 | 2 | 2 | 3 | 1 |
| 6 | 2 | 3 | 1 | 2 |
| 7 | 3 | 1 | 3 | 2 |
| 8 | 3 | 2 | 1 | 3 |
| 9 | 3 | 3 | 2 | 1 |

Après avoir rappelé la signification de la notation  $L_9(3^4)$  et les propriétés remarquables d'un arrangement orthogonal, on présentera une généralisation de cette méthode de construction applicable aux plans en carré hyper gréco-latin pour l'étude d'un nombre plus important de facteurs, tous ayant le même nombre de modalités.

## Notation $L_9(3^4)$

L'origine de la notation  $L_9(3^4)$  est parfois controversée, en particulier à propos de la signification de la lettre L, qui peut correspondre à l'initiale de *Latin Square*, traduction anglaise de carré latin, ou à l'initiale du terme anglais *Layout*, signifiant agencement ou disposition.

On retiendra donc qu'il s'agit d'une disposition expérimentale particulière permettant en 9 traitements distincts, l'étude des effets moyens de 4 facteurs à 3 modalités à l'aide d'un modèle additif sans couplage.

La construction du carré gréco-latin a permis d'isoler neuf combinaisons particulières des modalités des facteurs dans le domaine expérimental. Il est donc important maintenant de comprendre l'intérêt de ces combinaisons particulières.

On étendra cette notation à celle des plans en carré hyper gréco-latin de type  $L_{16}(4^5)$  et  $L_{25}(5^6)$ .

## Interprétation de la notion d'arrangement orthogonal

Lorsque l'on souhaite effectuer des comparaisons, il est primordial d'opérer de manière la plus équitable possible.

Imaginons que l'on souhaite comparer la moyenne des notes en mathématiques obtenues respectivement par les garçons et les filles dans une grande université. Comme il est très difficile de recueillir l'ensemble des notes, on procède par échantillonnage. C'est ce que l'on fait dans le principe même d'un plan d'expérience. Il ne viendrait à l'idée de personne de travailler avec des échantillons d'effectifs très différents suivant les garçons et les filles. L'objectif consiste à obtenir des incertitudes les plus proches possibles sur chacune des deux moyennes, afin de faire une comparaison équitable pour apporter une réponse fiable à la question posée.

La matrice d'expérience issue de la construction d'un carré gréco-latin respecte le principe de comparaison équitable. Chacun des facteurs est en effet mis en œuvre un même nombre de fois suivant l'ensemble de ses modalités. Par ailleurs, lorsque le réglage d'un facteur est maintenu constant sur une modalité particulière, l'ensemble des autres facteurs intervient un même nombre de fois suivant l'ensemble de leurs modalités respectives. On ne privilégie aucune modalité particulière : les effets moyens des facteurs seront donc estimés avec la même incertitude. On peut démontrer par ailleurs que cette incertitude est minimale.

Cette constatation est à la base de ce que l'on appelle un arrangement orthogonal, propriété fondamentale facilitant par la suite l'estimation des  $p$  inconnues du modèle et l'interprétation des résultats d'essai à partir d'une simple grille de dépouillement.

## Généralisation à la construction des plans en carré hyper gréco-latin

Il est possible de généraliser le principe de construction précédent à la construction de plans en carré hyper gréco-latin par simple superposition de plans en carré latin. Rappelons que les motifs présents dans les cellules d'un carré latin n'apparaissent qu'une seule fois par ligne et par colonne.

Pour des raisons de simplicité d'écriture, les motifs seront matérialisés dans cette généralisation par les premières lettres de l'alphabet latin.

On se limitera à la présentation de deux plans en carré hyper gréco-latin pour l'étude respective de cinq facteurs à quatre modalités et six facteurs à cinq modalités. Ce sont ces dispositifs que l'on rencontre le plus fréquemment dans la pratique des plans d'expérience.

La superposition des trois carrés latins suivants (Tab.III) permet de former un plan en carré hyper gréco-latin équivalent à celui désigné dans la méthode Taguchi par la notation  $L_{16}(4^5)$ .

**Tableau III.** Carrés latins à superposer pour construire un plan en carré hyper gréco-latin.

|   |   |   |   |
|---|---|---|---|
| A | B | C | D |
| B | A | D | C |
| C | D | A | B |
| D | C | B | A |

|   |   |   |   |
|---|---|---|---|
| A | B | C | D |
| D | C | B | A |
| B | A | D | C |
| C | D | A | B |

|   |   |   |   |
|---|---|---|---|
| A | B | C | D |
| C | D | A | B |
| D | C | B | A |
| B | A | D | C |

La superposition des quatre carrés latins suivants (Tab.IV) permet de former un plan en carré hyper gréco-latin équivalent à celui désigné dans la méthode Taguchi par la notation  $L_{25}(5^6)$ .

**Tableau IV.** Carrés latins à superposer pour construire un plan en carré hyper gréco-latin.

|   |   |   |   |   |
|---|---|---|---|---|
| A | B | C | D | E |
| B | C | D | E | A |
| C | D | E | A | B |
| D | E | A | B | C |
| E | A | B | C | D |

|   |   |   |   |   |
|---|---|---|---|---|
| A | B | C | D | E |
| C | D | E | A | B |
| E | A | B | C | D |
| B | C | D | E | A |
| D | E | A | B | C |

|   |   |   |   |   |
|---|---|---|---|---|
| A | B | C | D | E |
| D | E | A | B | C |
| B | C | D | E | A |
| E | A | B | C | D |
| C | D | E | A | B |

|   |   |   |   |   |
|---|---|---|---|---|
| A | B | C | D | E |
| E | A | B | C | D |
| D | E | A | B | C |
| C | D | E | A | B |
| B | C | D | E | A |

Ces différents plans en carré hyper gréco-latin sont retranscrits en annexe avec les principaux arrangements orthogonaux utilisés dans la pratique.

### Expérimentation

Il convient maintenant d'affecter les différents facteurs de réglage de la catapulte dans les colonnes de la matrice d'expérience (Tab.V), puis de réfléchir à l'ordre selon lequel les traitements expérimentaux doivent être effectués.

**Tableau V.** Arrangement orthogonal  $L_9(3^4)$  et plan d'expérimentation.

|   |   |   |   |   |
|---|---|---|---|---|
|   | A | B | C | D |
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 2 | 1 | 2 | 2 | 2 |
| 3 | 1 | 3 | 3 | 3 |
| 4 | 2 | 1 | 2 | 3 |
| 5 | 2 | 2 | 3 | 1 |
| 6 | 2 | 3 | 1 | 2 |
| 7 | 3 | 1 | 3 | 2 |
| 8 | 3 | 2 | 1 | 3 |
| 9 | 3 | 3 | 2 | 1 |

→  
→  
→  
→  
→  
→  
→  
→  
→

|   |                        |                        |               |               |
|---|------------------------|------------------------|---------------|---------------|
|   | Ancrage de l'élastique | Position du projectile | Butée arrière | Hausse de tir |
| 1 | 1                      | 1                      | 1             | 1             |
| 2 | 1                      | 2                      | 2             | 2             |
| 3 | 1                      | 3                      | 3             | 3             |
| 4 | 2                      | 1                      | 2             | 3             |
| 5 | 2                      | 2                      | 3             | 1             |
| 6 | 2                      | 3                      | 1             | 2             |
| 7 | 3                      | 1                      | 3             | 2             |
| 8 | 3                      | 2                      | 1             | 3             |
| 9 | 3                      | 3                      | 2             | 1             |

Cet exemple particulier permet une réalisation des traitements expérimentaux dans un ordre aléatoire car les changements de modalité, pour chacun des facteurs, ne présentent pas de

difficultés techniques. Par ailleurs, la réalisation dans un ordre aléatoire des essais permet de limiter l'influence des biais liée à l'usure de l'élastique au cours de la campagne expérimentale.

Il est cependant primordial de bien identifier les modalités des facteurs sur la catapulte et de consigner les réglages constituant le plan d'expérimentation sous forme de fiche d'essai. On constatera que, contrairement aux habitudes, les opérateurs seront amenés à modifier systématiquement plusieurs facteurs entre chaque réglage : il est donc nécessaire de se prémunir de toute erreur de réalisation dans le déroulement du plan d'expérimentation.

Pour chacun des réglages, les opérateurs réaliseront dix tirs. La valeur des résultats d'essai est consignée dans un tableau (Tab.VI) ; elle est exprimée en centimètre.

**Tableau VI.** Arrangement  $L_9(3^4)$  et résultats d'essai exprimés en centimètre.

|   | A | B | C | D |   | Tir n°1 | Tir n°2 | Tir n°3 | Tir n°4 | Tir n°5 | Tir n°6 | Tir n°7 | Tir n°8 | Tir n°9 | Tir n°10 |
|---|---|---|---|---|---|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|----------|
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | → | 283     | 265     | 334     | 279     | 293     | 268     | 280     | 274     | 241     | 293      |
| 2 | 1 | 2 | 2 | 2 | → | 236     | 258     | 245     | 268     | 247     | 266     | 248     | 260     | 255     | 236      |
| 3 | 1 | 3 | 3 | 3 | → | 190     | 195     | 191     | 183     | 184     | 182     | 188     | 192     | 192     | 190      |
| 4 | 2 | 1 | 2 | 3 | → | 383     | 356     | 289     | 355     | 373     | 304     | 388     | 345     | 372     | 302      |
| 5 | 2 | 2 | 3 | 1 | → | 309     | 322     | 309     | 313     | 303     | 334     | 310     | 318     | 298     | 300      |
| 6 | 2 | 3 | 1 | 2 | → | 191     | 178     | 169     | 168     | 170     | 166     | 166     | 165     | 169     | 179      |
| 7 | 3 | 1 | 3 | 2 | → | 383     | 346     | 375     | 421     | 332     | 353     | 362     | 324     | 443     | 342      |
| 8 | 3 | 2 | 1 | 3 | → | 221     | 202     | 207     | 209     | 280     | 231     | 269     | 268     | 241     | 239      |
| 9 | 3 | 3 | 2 | 1 | → | 207     | 234     | 248     | 237     | 247     | 231     | 244     | 244     | 268     | 248      |

### Analyse globale des résultats d'essai

#### Objectif de l'analyse globale des résultats d'essai

Avant de mettre en œuvre des outils mathématiques pour estimer les  $p$  inconnues du modèle et visualiser ensuite les effets moyens  $W_i$  des facteurs, il est important de porter un jugement global sur l'ensemble des résultats d'essai.

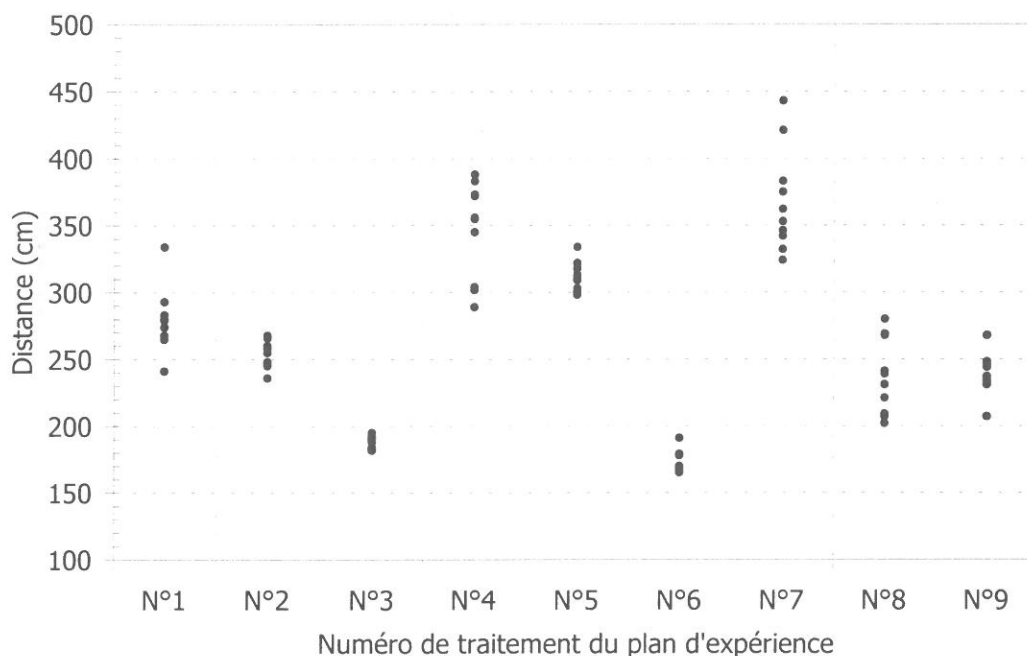
Le nuage de points (Fig.3) complété éventuellement par le nuage des boîtes à moustaches (Fig.4) sont des représentations graphiques constituant des outils fort pertinents pour l'analyse globale des résultats d'essai.

#### Analyse du nuage de points

L'analyse du nuage de points (Fig.3) permet d'énoncer les remarques suivantes :

- Les modifications des réglages de la catapulte ont eu un effet manifeste à la fois sur la distance de tir et sur la dispersion des points d'impact pour un réglage donné : les tirs les plus courts sont moins dispersés que les tirs les plus longs. La dispersion est à l'origine de la définition d'une nouvelle réponse appelée rapport signal/bruit dans la méthode Taguchi. Elle fera l'objet d'un exposé spécifique à la suite de l'analyse mathématique.

- Le nuage de points ne signale pas de valeurs suspectes pouvant être liées à une erreur de saisie des résultats d'essai ou à une erreur expérimentale. Si tel était le cas, une interrogation des opérateurs et une consultation du cahier de bord du processus pourrait éventuellement renseigner l'analyse sur la présence d'une cause assignable.
- Pour chacun des traitements du plan d'expérience, la moyenne arithmétique semble convenir pour résumer la tendance centrale de chacune des distributions. La moyenne arithmétique est retenue afin d'estimer les effets moyens des facteurs pour l'analyse de la distance entre le pied avant de la catapulte et le point d'impact du projectile.
- Le réglage de la catapulte mis en œuvre lors du traitement n°7 a permis d'atteindre, en moyenne, les plus grandes distances entre le pied avant de la catapulte et le point d'impact.



**Figure 3.** Nuage de points.

L'axe horizontal matérialise les différents traitements du plan d'expérience. L'axe vertical indique la distance mesurée au sol entre le pied avant de la catapulte et le point d'impact du projectile. Pour chacun des traitements, les points reportés dans le plan de la figure correspondent aux répétitions effectuées afin d'apprécier l'effet de dispersion. On constate immédiatement que les modifications du réglage des facteurs de la catapulte ont eu un effet à la fois sur la distance moyenne et sur la dispersion.

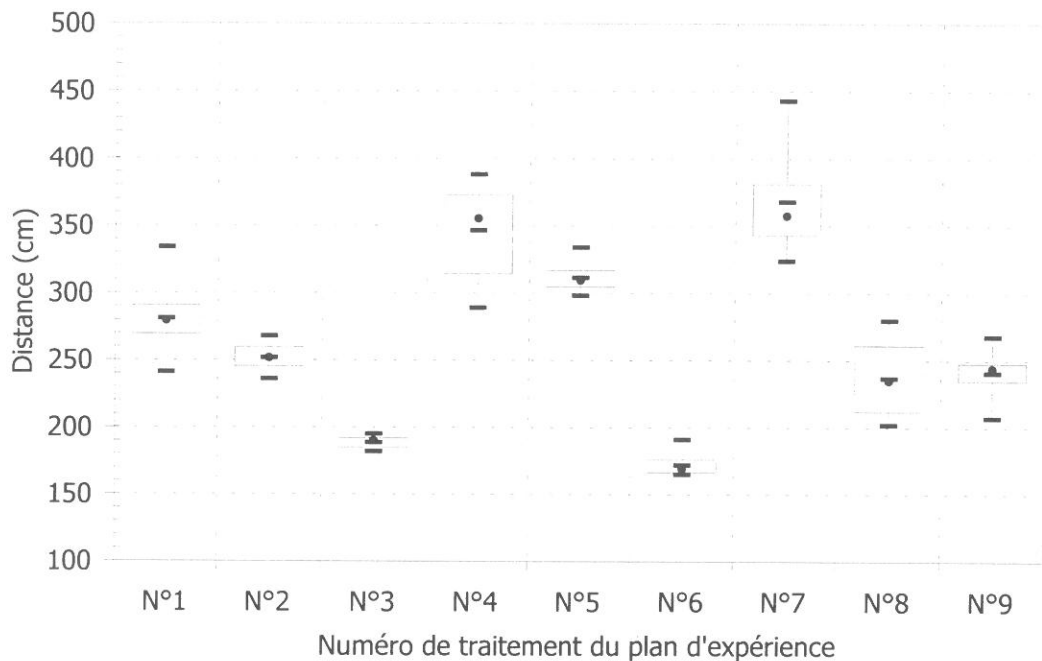
### Analyse des boîtes à moustaches

La représentation de boîtes à moustaches (Fig.4), traduction de la locution anglaise *Box and Whiskers Plot*, est une technique récente de statistique descriptive pour résumer des distributions unidimensionnelles de données.

Ce mode de visualisation graphique a été initialement proposé par John W. Tukey (1915-2000) en 1977. Il connaît de nombreuses variantes développées par différents auteurs. L'objectif consiste cependant à représenter sur un même graphique les caractéristiques suivantes :

- La caractéristique de tendance centrale choisie comme étant la valeur médiane de la distribution est représentée par un trait horizontal à l'intérieur de la boîte.

- La caractéristique de dispersion autour de la tendance centrale est représentée par l'intervalle interquartile défini par la différence entre le 3<sup>ème</sup> quartile et le 1<sup>er</sup> quartile. Cet intervalle constitue la boîte.
- L'étendue de la distribution est signalée par la longueur des moustaches permettant d'identifier des valeurs suspectes au delà d'une longueur égale à 1,5 fois l'intervalle interquartile.
- L'asymétrie de la distribution peut être mise en évidence par l'écart entre la moyenne arithmétique, matérialisée par un cercle plein, et la médiane.



**Figure 4.** Représentation des boîtes à moustaches.

Les boîtes à moustaches matérialisent bien les différentes caractéristiques des distributions des résultats d'essai pour chacun des traitements du plan d'expérience. Cette représentation est d'autant plus pertinente que le nombre de résultats d'essai est important. La juxtaposition des boîtes à moustaches permet d'identifier les différences en terme de tendance centrale, de dispersion et de forme.

### **Analyse mathématique des résultats d'essai**

#### Objectif de l'analyse mathématique des résultats d'essai

Dès lors que l'analyse globale des résultats d'essai a permis d'argumenter le fait que les modifications des réglages des facteurs ont eu manifestement un effet sur la variation de la réponse, il devient nécessaire de quantifier ces effets pour ensuite les hiérarchiser.

Cette étape mathématique va conduire à estimer les p inconnues du modèle en analysant la variation des moyennes observées pour chacun des traitements du plan d'expérience.

Les propriétés d'orthogonalité du plan d'expérience en carré gréco-latin facilitent l'estimation des inconnues du modèle à partir de la définition puis de la comparaison de simples moyennes arithmétiques. On utilise pour cela une grille de dépouillement.

## Construction et utilisation d'une grille de dépouillement

L'analyse mathématique des résultats d'essai fait appel dans cet exemple à la construction d'une grille de dépouillement (Tab.VII), concept pragmatique particulièrement adapté en présence d'un arrangement orthogonal.

Cette méthode a été proposée en 1990, par Robert H. Lochner et Joseph E. Matar dans un ouvrage intitulé *Designing for Quality*. Elle répond parfaitement à un besoin d'analyse rapide et manuel des résultats d'essai.

Si aujourd'hui le déploiement des outils informatiques dédiés à la construction et à l'analyse de plans d'expérience ou encore une programmation simple de feuilles de calcul à l'aide de tableurs informatiques permet d'éviter cette opération, cette présentation reste néanmoins utile pour bien comprendre le principe d'analyse des résultats d'essai.

**Tableau VII.** Grille de dépouillement associée à un arrangement  $L_9(3^4)$ .

| Traitement | Y | Facteur A |   |   | Facteur B |   |   | Facteur C |   |   | Facteur D |   |   |
|------------|---|-----------|---|---|-----------|---|---|-----------|---|---|-----------|---|---|
|            |   | 1         | 2 | 3 | 1         | 2 | 3 | 1         | 2 | 3 | 1         | 2 | 3 |
| 1          |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |
| 2          |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |
| 3          |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |
| 4          |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |
| 5          |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |
| 6          |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |
| 7          |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |
| 8          |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |
| 9          |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |
| Total      |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |
| Nombre     | 9 | 3         | 3 | 3 | 3         | 3 | 3 | 3         | 3 | 3 | 3         | 3 | 3 |
| Moyenne    |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |           |   |   |

Chaque grille de dépouillement (Tab.VII) comprend 3 zones :

- La zone destinée au report des valeurs de la réponse à analyser correspond à la colonne Y de la grille de dépouillement : dans cette première application, il s'agit de la moyenne arithmétique observée pour chacun des traitements du plan d'expérience.
- La zone des facteurs contient autant de blocs qu'il y a de facteurs. Le nombre de colonnes de chacun des blocs correspond au nombre de modalités affectées à chacun des facteurs présents dans le plan d'expérience. Pour chacune des lignes, on complète les cellules vides, par les valeurs de la réponse à analyser.
- La zone de calcul et d'affichage des résultats permet d'établir, pour chacune des modalités des facteurs, la moyenne arithmétique caractérisant la modalité étudiée.

La structure des cellules vides correspond, stricto sensu, aux combinaisons particulières des modalités des facteurs retenues dans le plan d'expérience (Tab.V). Cette présentation facilite ainsi le calcul des moyennes propres à chacune des modalités. Une grille de dépouillement renseignée à

partir des données de cet exemple (Tab.VIII) marque la fin de l'étape consacrée à l'analyse mathématique des résultats. On exploitera la dernière ligne de la grille de dépouillement pour la construction du tracé des effets (Fig.5), lors de l'étape consacrée à l'analyse graphique du modèle.

**Tableau VIII.** Utilisation de la grille de dépouillement pour la distance moyenne.

| Traitement | Y    | Ancrage de l'élastique |     |     | Position du projectile |     |     | Hauteur de la butée arrière |     |     | Hauteur de la hausse de tir |     |     |
|------------|------|------------------------|-----|-----|------------------------|-----|-----|-----------------------------|-----|-----|-----------------------------|-----|-----|
|            |      | 1                      | 2   | 3   | 1                      | 2   | 3   | 1                           | 2   | 3   | 1                           | 2   | 3   |
| 1          | 281  | 281                    |     |     | 281                    |     |     | 281                         |     |     | 281                         |     |     |
| 2          | 252  | 252                    |     |     |                        | 252 |     |                             | 252 |     |                             | 252 |     |
| 3          | 189  | 189                    |     |     |                        |     | 189 |                             |     | 189 |                             |     | 189 |
| 4          | 347  |                        | 347 |     | 347                    |     |     |                             | 347 |     |                             |     | 347 |
| 5          | 312  |                        | 312 |     |                        | 312 |     |                             |     | 312 | 312                         |     |     |
| 6          | 172  |                        | 172 |     |                        |     | 172 | 172                         |     |     |                             | 172 |     |
| 7          | 368  |                        |     | 368 | 368                    |     |     |                             |     | 368 |                             | 368 |     |
| 8          | 237  |                        |     | 237 |                        | 237 |     | 237                         |     |     |                             |     | 237 |
| 9          | 241  |                        |     | 241 |                        |     | 241 |                             | 241 |     | 241                         |     |     |
| Total      | 2398 | 722                    | 830 | 846 | 996                    | 800 | 602 | 690                         | 839 | 868 | 833                         | 792 | 772 |
| Nombre     | 9    | 3                      | 3   | 3   | 3                      | 3   | 3   | 3                           | 3   | 3   | 3                           | 3   | 3   |
| Moyenne    | 266  | 241                    | 277 | 282 | 332                    | 267 | 201 | 230                         | 280 | 289 | 278                         | 264 | 257 |

On utilisera à nouveau une grille de dépouillement pour l'analyse du rapport signal/bruit.

### **Analyse graphique du modèle**

#### **Objectif de l'analyse graphique du modèle**

Un des avantages incontestable des plans d'expérience est de permettre la visualisation du modèle sous une forme facilement interprétable par l'utilisateur.

En effet, une équation ou un système d'équations, reliant la réponse à analyser aux modalités des facteurs demanderait une certaine dextérité pour extraire l'information recherchée. La restitution des résultats sous forme du tracé des effets permet immédiatement d'illustrer les inconnues du problème et de susciter des réactions de la part des utilisateurs.

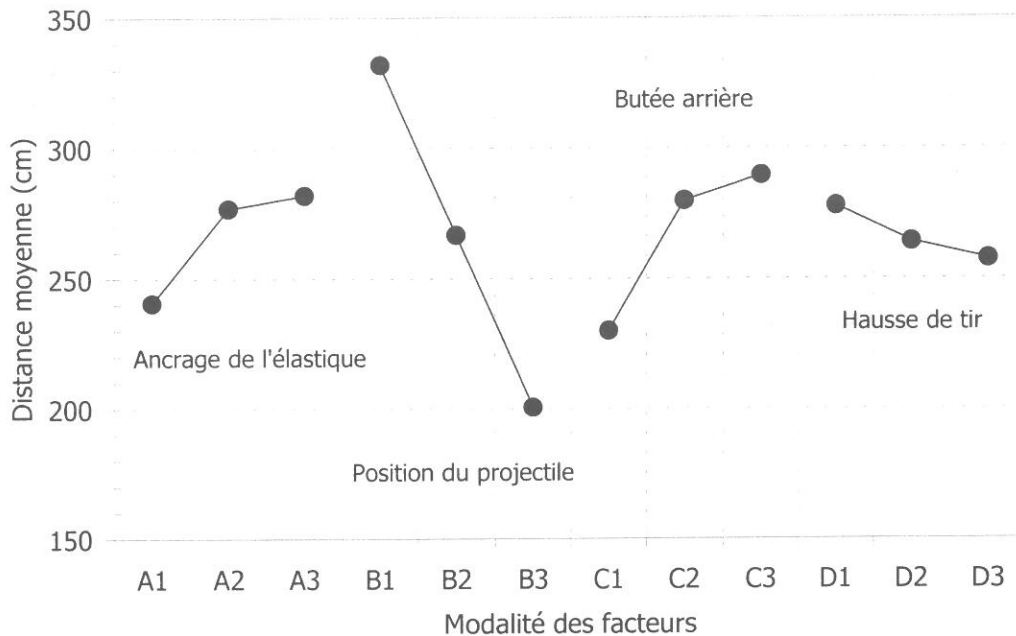
Toutefois, il ne faut pas arrêter la démarche à la construction d'un graphique ; c'est l'interprétation des résultats qui prime dans le monde industriel.

#### **Tracé des effets**

Le tracé des effets (Fig.5) consiste à reporter sur un graphique les valeurs calculées à la dernière ligne de la grille de dépouillement (Tab.VIII) en regard de chacune des modalités des facteurs.

Le tracé des effets facilite la restitution de l'information. C'est un atout incontestable de la démarche méthodologique associée aux plans d'expérience.





**Figure 5.** Tracé des effets.

Pour chacune des modalités des facteurs, on reporte la distance moyenne parcourue par le projectile. Cette distance est indiquée sur la dernière ligne de la grille de dépouillement. Une première analyse du tracé des effets révèle l'importance de la position du projectile lorsqu'on passe de la modalité 1 à la modalité 3. Par contre, les modifications du réglage de la hausse de tir affectent peu les variations de la distance moyenne.

L'effet moyen d'un facteur est défini à partir de la différence observée ou modélisée d'une variable de réponse, lorsque ce facteur subit un changement de modalité. La grille de dépouillement et le tracé des effets facilitent l'estimation et la visualisation des effets moyens.

### Analyse du rapport signal/bruit

L'analyse du rapport signal/bruit est une méthode vulgarisée par Genichi Taguchi dans la seconde moitié du XX<sup>ème</sup> siècle. Elle a fait l'objet de nombreuses critiques mais elle a suscité également de nombreuses applications industrielles.

Ce paragraphe a pour objectif de présenter une mise en œuvre de cette approche lorsqu'on dispose de répétitions pour les différents traitements d'un plan d'expérience. On se restreindra à la recherche d'un réglage des facteurs pour atteindre une valeur donnée de la réponse, appelée valeur cible. Dans cette présentation, la valeur cible est fixée à 250 cm à titre d'exemple. Il s'agit donc d'une approche complémentaire à l'objectif essentiel cette étude qui portait sur la détermination des effets moyens des facteurs.

### Objectif de l'analyse du rapport signal/bruit

Comme en témoigne l'observation du nuage de points (Fig.3), on constate une dispersion des résultats d'essai pour chacun des réglages de la catapulte. Cette dispersion peut traduire non seulement la variabilité naturelle des résultats, mais aussi les effets de facteurs non pris en compte dans le plan d'expérience. Ces facteurs sont généralement appelés facteurs bruits.

Quelle que soit son origine, la conséquence de cette dispersion se traduit par un écart à la valeur moyenne observée pour un réglage donné. Ces écarts conduisent parfois à des valeurs en dehors

des limites de tolérances pour les valeurs de la réponse et occasionnent des pertes financières pour l'entreprise.

Il est donc important de proposer un réglage des facteurs permettant d'une part de respecter la valeur cible et d'autre part de minimiser la dispersion autour de cette valeur. Ce constat est à l'origine du développement de l'ingénierie robuste.

La recherche d'un réglage robuste nécessite une transformation de la réponse sous la forme d'une perte financière, puis sous la forme d'un rapport signal/bruit.

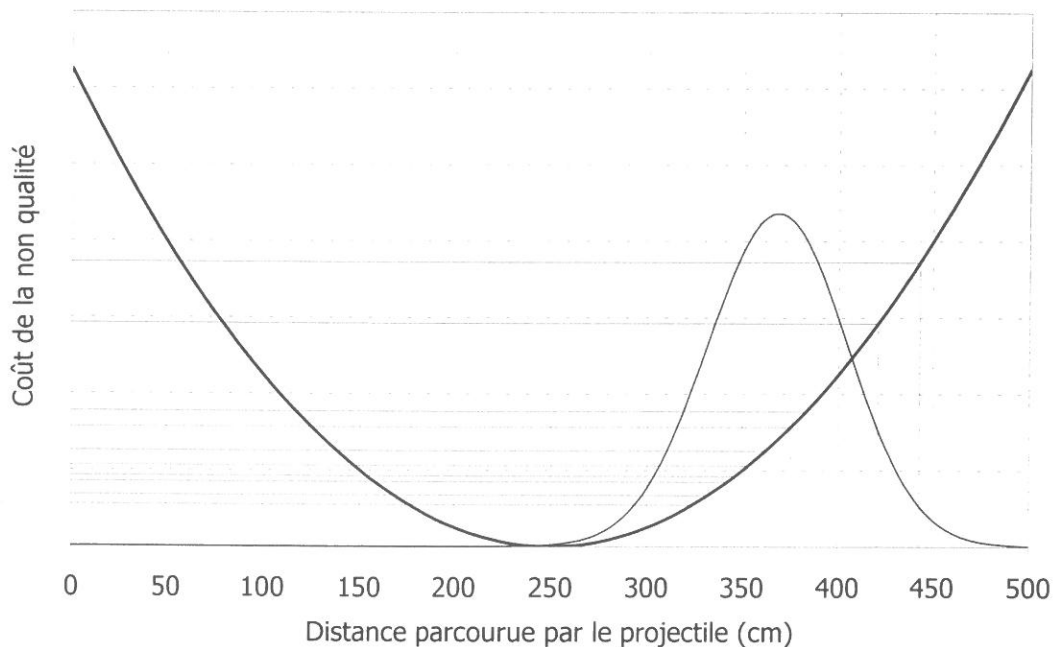
### Définition de la fonction perte financière

La méthode proposée par Genichi Taguchi utilise un concept simple pour associer, à chacun des objets produits dans un processus industriel, la valeur d'une réponse financière traduisant le coût de la non-qualité.

Dans le cas où l'on recherche à respecter une valeur cible, la modélisation (Fig.6) de la perte financière individuelle, c'est-à-dire pour chacun des objets, s'exprime de la façon suivante :

$$L_i = h(y_i - y_{\text{cible}})^2 \quad (8)$$

La constante  $h$  permet de convertir une réponse donnée dans une unité financière ; elle précise par ailleurs la forme de l'évolution de la perte financière en fonction de l'éloignement de la valeur cible. Ce modèle parabolique est couramment admis à défaut de modèle plus précis. L'origine de la lettre  $L$  provient de l'initiale de la locution anglaise *Loss Function*.



**Figure 6.** Illustration de la fonction perte financière.

L'axe horizontal de la figure représente la variable de réponse, à savoir la distance entre le pied avant de la catapulte et le point d'impact du projectile. L'axe vertical représente le coût de la non qualité établi à partir de la fonction perte financière. L'unité associée à cet axe n'est pas mentionnée car elle ne correspond ici à aucune réalité physique. La parabole matérialisée dans le plan de la figure montre l'évolution du coût de la non qualité en considérant que la valeur cible est égale à 250 cm. On a également indiqué l'utilisation de cette fonction pour chacun des résultats d'essai correspondant au 7<sup>ème</sup> traitement du plan d'expérience. La distribution des résultats d'essai pour un réglage donné est représentée, de façon complètement arbitraire, par une courbe de Gauss dont on retiendra la valeur de la moyenne et de la variance pour la suite des calculs.

Pour un réglage donné et pour une production de  $n$  objets, on peut définir la tendance centrale de la distribution des résultats d'essai à partir de la moyenne arithmétique :

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i \quad (9)$$

De même, on peut définir une statistique traduisant la dispersion des résultats d'essai autour de leur moyenne à partir de la variance :

$$\sigma^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2 \quad (10)$$

A la fin d'une période de production, il est donc possible de définir la perte financière moyenne à partir de la relation :

$$\bar{L} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n L_i \quad (11)$$

En utilisant la définition de la perte individuelle (8), on peut écrire :

$$\bar{L} = \frac{h}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - y_{\text{cible}})^2 \quad (12)$$

Soit encore en introduisant la moyenne arithmétique :

$$\bar{L} = \frac{h}{n} \sum_{i=1}^n [(y_i - \bar{y}) + (\bar{y} - y_{\text{cible}})]^2 \quad (13)$$

On développe cette relation sous la forme :

$$\bar{L} = \frac{h}{n} \left[ \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2 + 2 \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})(\bar{y} - y_{\text{cible}}) + \sum_{i=1}^n (\bar{y} - y_{\text{cible}})^2 \right] \quad (14)$$

On va démontrer que la somme des doubles produits est nulle :

$$\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})(\bar{y} - y_{\text{cible}}) = \sum_{i=1}^n y_i \bar{y} - \sum_{i=1}^n y_i y_{\text{cible}} - \sum_{i=1}^n \bar{y}^2 + \sum_{i=1}^n y_{\text{cible}} \bar{y} \quad (15)$$

D'après la définition (9) de la moyenne arithmétique, on peut écrire :

$$\sum_{i=1}^n y_i = n\bar{y} \quad (16)$$

En utilisant cette relation dans l'équation (15), on vérifie bien :

$$\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})(\bar{y} - y_{\text{cible}}) = 0 \quad (17)$$

La perte financière moyenne s'exprime donc sous la forme :

$$\bar{L} = \frac{h}{n} \left[ \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2 + \sum_{i=1}^n (\bar{y} - y_{\text{cible}})^2 \right] \quad (18)$$

En utilisant la définition de la variance (10), on obtient finalement :

$$\bar{L} = h \left[ \sigma^2 + (\bar{y} - y_{\text{cible}})^2 \right] \quad (19)$$

Pour un réglage donné, la perte financière moyenne est d'autant plus grande que la moyenne des résultats d'essai est éloignée de la valeur cible et que la dispersion autour de cette valeur moyenne est importante. La recherche d'un réglage robuste conduit à définir une combinaison des modalités des facteurs qui minimise la perte financière moyenne.

### Définition du rapport signal/bruit

La variation des valeurs du coût de la non qualité est généralement importante en raison de la nature de la fonction traduisant la perte financière. Il est donc nécessaire de définir une nouvelle réponse, appelée rapport signal/bruit, afin de garantir les propriétés d'additivité des effets moyens dans le modèle mathématique :

$$S/N = -10 \log_{10} \left[ \sigma^2 + (\bar{y} - y_{\text{cible}})^2 \right] \quad (20)$$

Cette nouvelle grandeur s'exprime en décibel. On conserve ici la notation S/N qui symbolise la locution anglaise *Signal to Noise Ratio*.

Il existe dans la littérature de nombreuses définitions pour le rapport signal/bruit. Toutefois l'interprétation reste simple : le réglage des facteurs est d'autant plus robuste qu'il permet de maximiser le rapport signal/bruit. Une augmentation de 3 dB de ce rapport se traduit par une division de moitié des bruits.

Suite à cette transformation de la réponse, il est donc possible de construire à nouveau une grille de dépouillement (Tab.IX) pour l'analyse du rapport signal/bruit.

**Tableau VIII.** Utilisation de la grille de dépouillement pour le rapport signal/bruit.

| Traitement | Y      | Ancrage de l'élastique |        |       | Position du projectile |       |       | Hauteur de la butée arrière |       |        | Hauteur de la hausse de tir |        |        |
|------------|--------|------------------------|--------|-------|------------------------|-------|-------|-----------------------------|-------|--------|-----------------------------|--------|--------|
|            |        | 1                      | 2      | 3     | 1                      | 2     | 3     | 1                           | 2     | 3      | 1                           | 2      | 3      |
| 1          | -31.7  | -31.7                  |        |       | -31.7                  |       |       | -31.7                       |       |        | -31.7                       |        |        |
| 2          | -20.8  | -20.8                  |        |       |                        | -20.8 |       |                             | -20.8 |        |                             | -20.8  |        |
| 3          | -35.8  | -35.8                  |        |       |                        |       | -35.8 |                             |       | -35.8  |                             |        | -35.8  |
| 4          | -40.2  |                        | -40.2  |       | -40.2                  |       |       |                             | -40.2 |        |                             |        | -40.2  |
| 5          | -35.9  |                        | -35.9  |       |                        | -35.9 |       |                             |       | -35.9  | -35.9                       |        |        |
| 6          | -37.9  |                        | -37.9  |       |                        |       | -37.9 | -37.9                       |       |        |                             | -37.9  |        |
| 7          | -41.8  |                        |        | -41.8 | -41.8                  |       |       |                             |       | -41.8  |                             | -41.8  |        |
| 8          | -29.5  |                        |        | -29.5 |                        | -29.5 |       | -29.5                       |       |        |                             |        | -29.5  |
| 9          | -24.8  |                        |        | -24.8 |                        |       | -24.8 |                             | -24.8 |        | -24.8                       |        |        |
| Total      | -298.4 | -88.3                  | -114.0 | -96.1 | -113.8                 | -86.2 | -98.5 | -99.0                       | -85.8 | -113.5 | -92.5                       | -100.5 | -105.4 |
| Nombre     | 9      | 3                      | 3      | 3     | 3                      | 3     | 3     | 3                           | 3     | 3      | 3                           | 3      | 3      |
| Moyenne    | -33.2  | -29.4                  | -38.0  | -32.0 | -37.9                  | -28.7 | -32.8 | -33.0                       | -28.6 | -37.8  | -30.8                       | -33.5  | -35.1  |

Comme précédemment, la grille de dépouillement n'est qu'une étape préliminaire du tracé des effets (Fig.7) pour l'interprétation du rapport signal/bruit et la recherche d'un réglage robuste pour les facteurs de cette étude.

Si les utilisateurs souhaitent atteindre une valeur cible située à 250 cm du pied avant de la catapulte avec une dispersion minimale, on peut suggérer le réglage suivant :

- Ancrage de l'élastique : modalité 1
- Position du projectile : modalité 2
- Butée arrière : modalité 2
- Hausse de tir : modalité 1

Ce réglage n'a pas été mis en œuvre au cours du plan d'expérimentation. Il devra faire l'objet de traitements expérimentaux de validation.

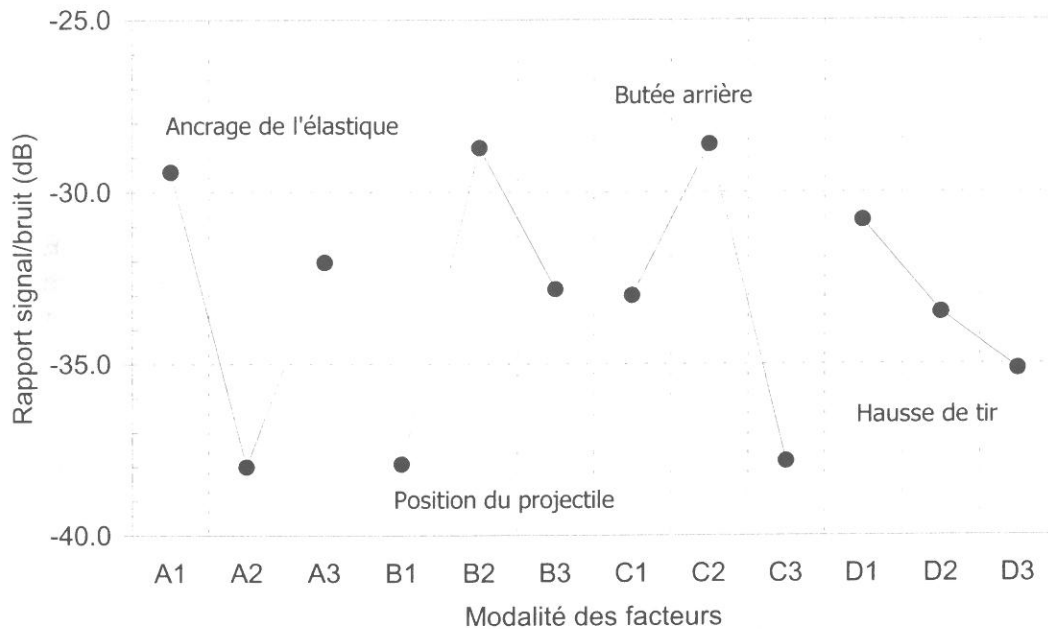


Figure 7. Tracé des effets.

La représentation des effets moyens des facteurs sur la variation du rapport signal/bruit dans le plan de la figure permet d'identifier immédiatement le réglage des facteurs précisé dans le corps du texte. Il faut choisir la modalité des facteurs qui maximise le rapport signal/bruit, en supposant naturellement que les effets moyens sont additifs et que le modèle utilisé est bien approprié. On peut constater qu'à l'exception de la hausse de tir, ce modèle suggère un réglage similaire à celui mis en œuvre lors du 2<sup>ème</sup> traitement du plan d'expérience. En se reportant au nuage des boîtes à moustaches par exemple, on peut immédiatement vérifier que ce réglage est très proche de la valeur cible et de surcroît avec une dispersion faible. Un changement de modalité de la hausse de tir peut permettre sans doute de réduire encore un peu la dispersion des résultats d'essai sans modifier la distance moyenne atteinte par le projectile.

D'autres méthodes de recherche d'un réglage robuste existent dans la littérature en considérant en particulier qu'il s'agit d'un problème d'optimisation et non d'une étude de criblage. De la même façon, d'autres fonctions traduisant le coût de la non qualité ont été définies ; elles ne peuvent naturellement pas être toutes présentées dans un ouvrage de vulgarisation.

Ce paragraphe consacré à l'analyse du rapport signal/bruit ne constitue donc qu'une présentation rapide de l'esprit de la méthode Taguchi. Il peut cependant constituer une introduction à cette approche que le lecteur pourra approfondir en se référant à la bibliographie.

Il faut toutefois garder en mémoire que la recherche d'un réglage robuste nécessite la mise en œuvre de nombreuses répétitions des traitements expérimentaux afin que les effets des bruits se manifestent pour pouvoir être quantifiés.

## Validation du modèle

### Objectif de l'étape de validation du modèle

La validation du modèle est primordiale afin de capitaliser, par la suite, les résultats et les conclusions du plan d'expérience.

La mise en œuvre de la démarche a conduit à effectuer deux hypothèses qu'il convient maintenant de vérifier :

- La première hypothèse porte sur le recours à un modèle empirique dont l'interprétation doit permettre à l'utilisateur d'apporter des éléments de réponse aux questions posées.
- La deuxième hypothèse porte sur l'écriture particulière du modèle mathématique sous forme additive.

Une validation expérimentale des hypothèses doit toujours venir compléter et enrichir une analyse mathématique et statistique du modèle. Cette validation passe par la définition de nouveaux traitements expérimentaux. Ces derniers contribueront à conforter l'interprétation industrielle des premiers résultats.

### Définition des réglages de validation

La lecture du tracé des effets (Fig.5) permet d'identifier immédiatement deux réglages particuliers visant à valider, au moins localement, la forme additive de la modélisation retenue dans cette étude (Tab.IX). Il est en effet facile de définir, à partir de cette figure, la modalité pour chacun des facteurs qui permet, si le modèle est additif, d'atteindre une distance maximale et une distance minimale.

Ces réglages n'ayant pas été réalisés au cours du plan d'expérience (Tab.V), il convient de les mettre maintenant en œuvre.

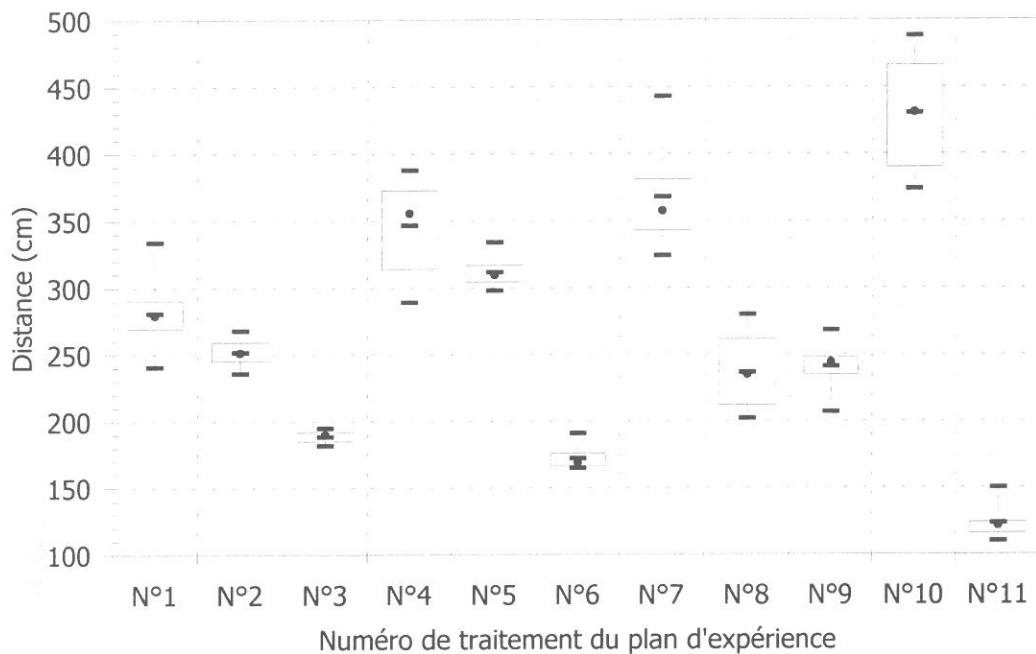
**Tableau IX.** Définition des traitements de validation et résultats d'essai.

|    | A | B | C | D |   | Tir n°1 | Tir n°2 | Tir n°3 | Tir n°4 | Tir n°5 | Tir n°6 | Tir n°7 | Tir n°8 | Tir n°9 | Tir n°10 |
|----|---|---|---|---|---|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|----------|
| 10 | 3 | 1 | 3 | 1 | → | 454     | 488     | 390     | 488     | 374     | 470     | 388     | 418     | 390     | 444      |
| 11 | 1 | 3 | 1 | 3 | → | 110     | 110     | 123     | 140     | 115     | 120     | 150     | 124     | 119     | 124      |

Une analyse globale des nouveaux résultats d'essai (Tab.IX) confirme l'orientation donnée par le modèle additif sans couplage. La construction et la représentation (Fig.8) de boîtes à moustaches pour les deux derniers traitements permettent de valider que la tendance centrale des distances mesurées, pour le traitement n°10, est significativement supérieure à celle du traitement n°7, considéré comme étant le meilleur suite au plan d'expérience. De même, le réglage n°11 conduit à des valeurs de la réponse significativement inférieures à celles observées lors du traitement n°6.

En milieu industriel, il conviendra de justifier les essais de validation en fonction des intérêts directs des expérimentateurs. La recherche d'un maximum ou d'un minimum n'est jamais systématique bien qu'elle relève naturellement du bon sens pour la validation d'un modèle de type additif.

On validera donc la forme additive de la modélisation à partir de ces deux traitements complémentaires. De même, le réglage proposé par l'analyse du rapport signal/bruit a bien été validé par les expérimentateurs.



**Figure 8.** Utilisation des boîtes à moustaches pour l'analyse des résultats des traitements de validation.

La représentation des résultats des traitements de validation sous forme de boîtes à moustaches permet de confirmer l'additivité du modèle postulé. Les traitements n°10 et n°11 permettent d'atteindre, en moyenne, des distances respectivement supérieures et inférieures aux réponses déjà observées dans le plan d'expérience.

## Conclusion

Cette étude montre l'intérêt que peuvent présenter les plans d'expérience dans une stratégie expérimentale visant à établir une classification hiérarchique des effets moyens des facteurs. Ce chapitre a permis de préciser les articulations de la démarche méthodologique au travers d'étapes clairement identifiées. Le recours à l'utilisation d'outils mathématiques se limite à la notion de moyenne arithmétique, des aspects statistiques plus complexes pouvant être ignorés au moins dans une première approche.

Contrairement à ce que l'on pourrait croire, la diffusion de ce type de plan d'expérience reste confidentielle, aussi bien dans l'enseignement que dans les exemples industriels publiés. Exception faite du monde du vivant dans lequel on retrouve l'agronomie et la biologie, les plans en carré gréco-latin laissent souvent la place à des dispositifs expérimentaux présentant seulement deux modalités par facteur dans les applications industrielles les plus diffusées.

On va profiter de la conclusion de ce chapitre pour énoncer quelques avantages et quelques inconvénients associés à la mise en œuvre d'un plan d'expérience.

### Quelques avantages de la stratégie expérimentale retenue

- La démarche est balisée par des étapes clairement identifiées et reproductibles d'une étude à l'autre. Les expérimentateurs doivent renseigner chacune des étapes de façon à instruire de la façon la plus précise possible la construction du plan d'expérience.

- On peut connaître, préalablement à l'expérimentation, la durée de la campagne expérimentale dès lors que le nombre de traitements a été fixé par la construction du plan d'expérience. Le passage des résultats d'essai à une restitution graphique sous forme de tracé des effets ne demande que peu de temps.
- La restitution des résultats d'essai s'effectue sous une forme graphique, facilement interprétable par les acteurs de l'étude. Les opérations mathématiques associées à l'analyse des résultats d'essai se restreignent à l'exploitation de la moyenne arithmétique.
- La conception du dispositif expérimental garantit, dès lors que le plan d'expérience est respecté, une estimation des effets moyens des facteurs avec la même incertitude. De plus, on pourrait montrer que cette incertitude est minimale.
- Un des avantages indéniable et souvent commercial de la méthode des plans d'expérience est souvent la réduction du nombre d'essai pour atteindre un objectif. N'oublions pas que la recherche de conclusions passe par l'interprétation d'un modèle et qu'il ne faut pas oublier de prévoir quelques traitements expérimentaux complémentaires pour valider la modélisation obtenue.

### Quelques inconvénients de la stratégie expérimentale retenue

- La mise en œuvre d'un plan d'expérience va à l'encontre des habitudes rencontrées chez les expérimentateurs qui, fréquemment, ne modifient qu'un seul facteur à la fois. Il faudra donc s'assurer, au travers de la rédaction de fiches d'essai par exemple, de mettre en œuvre tous les moyens nécessaires au respect du plan d'expérience.
- Le fait de modifier plusieurs facteurs d'un traitement expérimental à l'autre, empêche de tirer des conclusions avant d'avoir achevé la campagne expérimentale. Dans le cadre d'essais de longue durée, il est donc indispensable de maintenir l'intérêt de l'expérimentateur pour l'étude. Il faut se garder de donner une interprétation partielle des résultats d'essai.
- Le non respect du plan d'expérience détruit irrémédiablement les propriétés d'orthogonalité du dispositif expérimental, empêchant l'analyse des résultats d'essai à l'aide de la grille de dépouillement. Le recours à une analyse informatique des résultats s'impose alors sans toutefois rendre l'interprétation des résultats plus complexe. Un chapitre spécifique sera consacré à l'analyse de plans d'expérience non orthogonaux.
- Comme dans tous les exemples de plans en carré gréco-latin ou de plans en carré hyper gréco-latin, tous les facteurs doivent avoir le même nombre de modalités ce qui limite les dispositifs expérimentaux de ce type aux arrangements  $L_9(3^4)$ ,  $L_{16}(4^5)$  et  $L_{25}(5^6)$  qui sont les plus rencontrés. Il existe toutefois des techniques de construction d'arrangements asymétriques, pour lesquels le nombre de modalités diffère suivant les facteurs. Les constructions algorithmiques actuelles des plans d'expérience prennent peu à peu le pas sur les techniques de construction combinatoires et permettent d'adapter le plan d'expérience au domaine expérimental à étudier.
- Il ne faut pas se limiter à l'établissement d'un modèle sous forme d'équation ou de représentation graphique. C'est l'interprétation du modèle et sa validation qui permettent d'apporter des conclusions capitalisables.



## Quelques éléments de bibliographie

Ces quelques éléments de bibliographie peuvent permettre au lecteur de trouver des références complémentaires, aussi bien pour la construction des plans d'expérience similaires aux carrés gréco-latins que pour la mise en œuvre de techniques statistiques élémentaires, dans le cadre de l'analyse des résultats d'essai. Quelques lignes de commentaires font suite aux références bibliographiques.

### Livres

ALEXIS J., ALEXIS P., *Pratique industrielle des plans d'expériences – La qualité à moindre coût : l'approche Taguchi*, Afnor, Ed. Paris, 1999, 276 pages.

Le titre du livre positionne la présentation des plans d'expérience dans un contexte industriel. Les auteurs sont des fervents promoteurs de la méthode Taguchi qu'ils illustrent à partir d'exemples. Ce livre permet donc de découvrir des applications de la méthode d'analyse des résultats basée sur le concept du rapport signal/bruit. Le lecteur trouvera également en appendice de nombreux arrangements orthogonaux. Cet ouvrage en langue française constitue une excellente initiation à la méthode Taguchi.

BERGONZINI J.CL., *Analyse et planification des expériences, Les dispositifs en blocs*, Masson, Ed. Paris, 1995, 350 pages.

Cet ouvrage est d'inspiration agronomique ; il insiste plus particulièrement sur les techniques de construction de dispositifs en blocs et leur analyse sous forme d'effets et parfois d'interactions. Même si des compléments mathématiques sont reportés en annexe, la présentation de nombreuses démonstrations peut parfois nuire à une lecture plus pragmatique de l'ouvrage. Peu d'exemples viennent illustrer cet ouvrage cependant très complet, en particulier quant aux techniques d'analyse statistique des résultats d'essai.

DESCOMBES R., *Les carrés magiques, Histoire, théorie et technique du carré magique, de l'Antiquité aux recherches actuelles*, Vuibert, Ed. Paris, 2000, 494 pages.

Cet ouvrage représente plus un dérivatif ludique qu'une référence supplémentaire sur les plans d'expérience dont il parle d'ailleurs très peu. Toutefois, il existe une présentation détaillée des techniques de construction des carrés latins et des carrés gréco-latins facilement accessible à tous. Par ailleurs des notes historiques et différentes récréations mathématiques pourront instruire le lecteur curieux sur ce sujet.

DODGE Y., *Premier pas en statistique*, Springer, Ed. Paris, 1999, 428 pages.

Cet auteur a écrit plusieurs ouvrages de vulgarisation des techniques statistiques dont un dictionnaire encyclopédique. L'ouvrage indiqué ci-dessus présente autour de nombreux chapitres concis, des techniques spécifiques qui permettent de comprendre facilement, pour cet exemple, la construction des boîtes à moustaches.

FISHER R.A., *The design of experiments*, 5<sup>ème</sup> édition, Oliver and Boyd, Ed. Edinbourg, 1949, 242 pages.

On ne peut pas traiter un chapitre sur les plans en carré gréco-latins sans faire référence à l'ouvrage de Sir Ronald Aylmer Fisher. Il est curieux de constater en lisant cette 5<sup>ème</sup> édition datant de 1949, que seulement 6 figures (dont 2 tableaux) illustrent le discours de l'auteur, alors qu'aujourd'hui, les représentations graphiques sont mises largement en avant dans les publications sur les plans d'expérience. Bien qu'il ne s'agisse pas de la présentation d'une démarche méthodologique complète sur le sujet des plans d'expérience, on doit à cet auteur la mise en avant des techniques de randomisation, de blocs et de répétabilité, pour fiabiliser l'interprétation statistique des résultats d'essai.

LOCHNER R.H., MATAR J.E., *Designing for quality, An introduction to the best of Taguchi and western methods of statistical experimental design*, Productivity Press, Ed. Portland, Oregon, 1990, 243 pages.

Il s'agit d'un ouvrage pragmatique qui a connu, en son temps, une traduction publiée par l'AFNOR. Les grilles de dépouillement sont remplies de façon manuscrite pour renforcer l'idée qu'il s'agit d'une méthode

de terrain. Peu de dispositifs expérimentaux sont présentés mais, en contre partie, ils sont largement illustrés par des exemples. Cet ouvrage doit être perçu comme un ouvrage d'initiation.

PILLET M., Les plans d'expériences par la méthode Taguchi, Les éditions d'organisation, Ed. Paris, 1997, 330 pages.

Cet ouvrage est empreint du dynamisme de son auteur ; il permet de découvrir de façon pédagogique l'approche Taguchi et la notion de robustesse au travers d'exemples simples. On trouvera au fil des chapitres beaucoup d'informations complémentaires sur la construction des plans d'expérience destinés aux problèmes de criblage et une réflexion sur la notion d'interaction. La lecture de ce livre est accessible à un large public.

## Normes

AFNOR, FD X 06-080, Application de la statistique, Plan d'expériences, Vocabulaire et indications générales, Afnor, Ed. Paris, Novembre 1989, 25 pages.

Ce fascicule de documentation a été le premier à proposer un vocabulaire commun pour l'application des plans d'expérience. Même si l'on déroge parfois à l'utilisation de ce vocabulaire, ce document constitue un guide intéressant à consulter pour trouver des définitions concises. Il ne faut pas hésiter à compléter parfois ces définitions par la lecture du document proposé dans les normes ISO et référencé ci-après.

ISO TC 69/SC 1, ISO/FDIS 3534-3, Statistique, Vocabulaire et symboles, Partie 3 : Plans d'expérience, ISO, Ed. Genève, 1998, 34 pages.

Le développement des plans d'expérience et leur déploiement dans le monde industriel a suscité la création de normes ou de fascicules de documentation normatifs visant essentiellement à préciser le vocabulaire associé à la démarche méthodologique. Régulièrement mise à jour, cette norme présente de façon structurée la définition en langue anglaise et en langue française des principaux termes spécifiques repris dans ce chapitre.

## I Introduction

Les plans de Plackett et Burman sont des dispositifs expérimentaux destinés à identifier les effets d'un nombre important de facteurs, tous ces facteurs ayant 2 modalités.

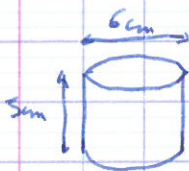
Les plans de P et B font partie d'une famille de plans d'expérience appelés Plan de Criblage (Screening Design).

Ces plans de criblage sont généralement une étape préliminaire à l'étape d'optimisation, seuls les facteurs aux effets importants étant pris en compte de l'optimisation.

Ces plans ont été inventés en 1946, ils se construisent manuellement par permutation circulaire et l'analyse se fait préférentiellement à partir d'un produit vecteur. (ou par 1 grille de dépouillement).

## II Objectifs et réponses

Il y a 2 types de réponses. La Rhéologie : étude de l'écoulement on utilise l'anneau de Schmidt ; c'est un anneau métallique.



on colle le pâte à l'intérieur de l'anneau, avant de faire cuire on soulève l'anneau, une galette va alors se former on va mesurer le diamètre de la galette. Plus les pâtes, plus fines.



Les  $T$  industrielles font qu'on va travailler entre 20 et 27 cm  
cela évite l'eau de lavage, Au dessus de 27 cm inconvenients  
+ c'est fluide + ça prend lentement

• cinétique de prise : c'est le passage de l'état de  
suspens<sup>o</sup> à l'état de solide continu, on peut mesurer avec de l'IR  
ou avec une prise au couteau, on fait avec le couteau une  
fisure tant qu'elle se referme sous son propre poids, c'est que le  
plâtre n'a pas pris, si ça ne se referme pas le plâtre a pris  
Temps de prise : entre 5 et 9 min

L'objectif c'est de comprendre le rôle des facteurs qui  
agissent sur le temps de prise et le diamètre.

### III Stratégie expérimentale

on a recours à l'approche empirique, dont on tirera des  
informats après analyse

### IV Facteurs

diagramme d'Ishikawa (p 6)

Il y a 11 facteurs  $k = 11$

Chaque facteur possède 2 modalités  $m_i = 2$  (tab p 7)

### V Domaine expérimental

C'est l'ens des combinaisons que l'on peut réaliser avec les modalités  
de ces facteurs

$$N_{\text{total}} = 2^{11} = 2048$$

On va supposer qu'elles sont toutes réalisables

on va en extraire qq uns pour fabriquer un modèle et voir si elles st réalisables

## VI Modèle

On utilise un modèle empirique, modèle additif

$$Y = cte + \sum_{k=1}^k W_i$$

$$P = 1 + \sum_{k=1}^k (m_i - 1)$$

$$P = 12 \text{ inconnues}$$

si on veut  $\searrow$  le nbre d'inconnus il faut  $\searrow$  le nbre de facteurs

## VII Construction du plan PB

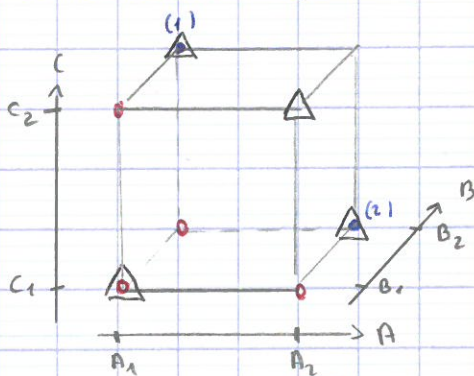
### 1) Etude de $k=3$ facteurs à 2 modalités

A  $A_1 - A_2$

B  $B_1 - B_2$

C  $C_1 - C_2$

le domaine expérimental représente  $N_{\text{total}} = 2^3 = 8$  combinaisons



(1)  $A_1 - B_2 - C_2$

(2)  $A_2 - B_2 - C_1$

nombre d'inconnus  $p = 4$

expériences :

$A_1 \quad B_1 \quad C_1$

$A_2 \quad B_1 \quad C_1$

$A_1 \quad B_2 \quad C_1$

$A_1 \quad B_1 \quad C_2$

on a du mal à apprécier les effets des facteurs  
mauvaise méthode car  
 $3 \times A_1$  et  $1 \times A_2$

On va rendre équilibré les facteurs  $\Delta$ , marche bien  
 et en plus on a pris notre référence  $A_1 B_1 C_1$ .

Enfin on peut utiliser le tab de Plackett et Burman  
 (p. 11)

$$N = 4 \quad + \quad + \quad -$$

on fait un tableau avec 3 facteurs

on place +- de la colonne A, ensuite

on fait des permutat<sup>o</sup> circulaires

on ajoute une ligne de -

|       |       |       |
|-------|-------|-------|
| A     | B     | C     |
| +     | -     | +     |
| +     | +     | -     |
| -     | +     | +     |
| -     | -     | -     |
| $A_2$ | $B_1$ | $C_2$ |
| $A_2$ | $B_2$ | $C_1$ |
| $A_1$ | $B_2$ | $C_2$ |
| $A_1$ | $B_1$ | $C_1$ |

## 2) Etude de $k = 4$ facteurs à 2 modalités

$N_{\text{total}} = 2^4 = 128$  combinaisons  
 nombre d'inconnus  $p = 8$

expérience : un facteur à la fois.

- $A_1 \quad B_1 \quad C_1 \quad D_1 \quad E_1 \quad F_1 \quad G_1$
- $A_2 \quad B_1 \quad C_1 \quad D_1 \quad E_1 \quad F_1 \quad G_1$
- $A_1 \quad B_2 \quad C_1 \quad D_1 \quad E_1 \quad F_1 \quad G_1$
- $A_1 \quad B_1 \quad C_2 \quad D_1 \quad E_1 \quad F_1 \quad G_1$
- $A_1 \quad B_1 \quad C_1 \quad D_2 \quad E_1 \quad F_1 \quad G_1$
- $A_1 \quad B_1 \quad C_1 \quad D_1 \quad E_2 \quad F_1 \quad G_1$
- $A_1 \quad B_1 \quad C_1 \quad D_1 \quad E_1 \quad F_2 \quad G_1$
- $A_1 \quad B_1 \quad C_1 \quad D_1 \quad E_1 \quad F_1 \quad G_2$

Tableau de P.B.

|   | A | B | C | D | E | F | G | Y   |                               |
|---|---|---|---|---|---|---|---|-----|-------------------------------|
|   | + | - | - | + | - | + | + | 200 | $A_2 B_1 C_1 D_2 E_1 F_2 G_2$ |
|   | + | + | - | - | + | - | + | 100 | $A_2 B_2 C_1 D_1 E_2 F_1 G_2$ |
|   | + | + | + | - | - | + | - | 50  | $A_2 B_2 C_2 D_1 E_1 F_2 G_1$ |
| 4 | - | + | + | + | - | - | + | 10  | $A_1 B_2 C_2 D_2 E_1 F_1 G_2$ |
| 5 | + | - | + | + | + | - | - | 250 | $A_2 B_1 C_2 D_2 E_2 F_1 G_1$ |
|   | - | + | - | + | + | + | - | 20  | $A_1 B_2 C_1 D_2 E_2 F_2 G_1$ |
|   | - | - | + | - | + | + | + | 30  | $A_1 B_1 C_2 D_1 E_1 F_2 G_2$ |
|   | - | - | - | - | - | - | - | 40  | $A_1 B_1 C_1 D_1 E_1 F_1 G_1$ |

On remarque que d'une ligne à l'autre il y a 4 facteurs qui se sont réglés. Dans l'exemple tab VI p.13 on dérégle 6 facteurs sur 11.

Les facteurs qui prennent le + de temps doivent être le  $\ominus$  souvent réglés. Il faut identifier les facteurs les + difficiles à modifier si on dit que c'est A, on permute la ligne 4 et 5 ainsi on ne modifie qu'une fois le facteur A.

Il faut faire des fiches individuelles d'essais afin de bien préparer le bon déroulement du plan d'expériences (tab VII p.14) pour chaque expérience.

Il faut faire en priorité les 2 expériences où il y a les + gros variat° ainsi on regarde tout de suite si ça marche.

### VIII Expérimentation

### IX Analyse globale de résultats

- Il faut s'assurer que le réglage de référence a bien été reproduit
- Il faut se demander si les variat° qu'on a fait a eu l'effet

amplitude de variation de  $Y$ .

étalant min 173 mm  $\rightarrow$  étalant max 285 mm

temps de prise min 144 s  $\rightarrow$  temps de prise max 901 s

## X Analyse mathématique des résultats d'essai

### 1) Objectifs

On veut estimer les effets des facteurs pour cela il faut estimer les  $p$  inconnus.

### 2) Outils

grille de défonillement du facteur A

| A - | A + |
|-----|-----|
| /// | 200 |
| /// | 100 |
| /// | 50  |
| 10  | /// |
| /// | 250 |
| 20  | /// |
| 30  | /// |
| 40  | /// |

Si on ne dispose pas de grille de défonillement, la fabrication comporte des gros risques d'erreurs.

$$\text{L'effet de A} = E_A = +125$$

Somme  
Nbr  
moyenne

100 600  
23 130

On utilise de plus la grille de défonillement.

On va alors utiliser le produit scalaire qui comporte  $\ominus$  d'erreur.

On fait le produit scalaire de la colonne A avec la colonne Y  
 $+200 + 100 + 50 - 10 + 250 - 20 - 30 - 40$



$$\underbrace{(200 + 100 + 50 + 250)}_{A+ \quad 600} - \underbrace{(10 + 20 + 30 + 40)}_{A- \quad 100}$$

dans excel produit  
scalair.  
= SOMME.PROD(A; Y)

$$\Rightarrow \underline{500}$$

La valeur obtenue ici s'appelle  $\Delta$  contraste

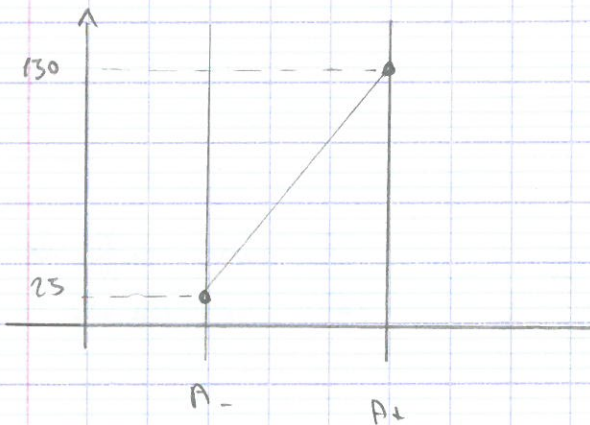
## XI Analyse graphique

### 1) Objectif

Restitue sous 1 forme interprétable graphique les valeurs des effets qu'on a obtenue.

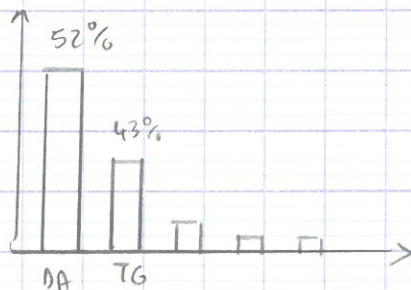
### 2) outils

Tracé des effets (1.22)



Les infos les + importantes  
doivent être en haut à  
gauche

Diagramme de Pareto  
contribut°



contribut° d'un facteur  $i$ :

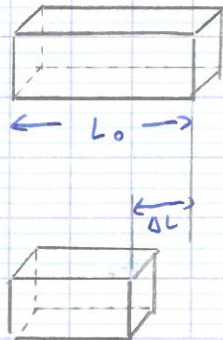
$$CTR_i = \frac{E_i^2}{\sum_{i=1}^R E_i^2}$$

$$\sum_{i=1}^R CTR_i = 1$$

## XII Application à un autre exemple

### 1) Objectif

Classer les effets des facteurs agissant sur le retrait dans un processus d'injection plast.



$$\epsilon = \frac{|\Delta L|}{L_0}$$

### 2) stratégie

recours à 1 modèle empirique

### 3) facteurs

7 facteurs :  $k = 7$

modalités :  $m_i = 2$

○ "réglage" très difficile

⊙ assez difficile

⊙ "réglage" très facile

⊙ assez facile

### 4) Démarche expérimentale

$$N_{\text{total}} = 2^7 = 128$$

toutes les combinaisons st réalisables

### 5) Modèle

On va utiliser 1 modèle additif

$$Y = \alpha_0 + \sum_{i=1}^k W_i$$

$$p = 1 + \sum_{i=1}^k (m_i - 1)$$

soit  $p = 8$  inconnus

6) plan d'expérience

$$P \leq N \leq 50$$

on peut faire 50 inject.

analyse mathématique

analyse graphique

tracé des effets →

$m_i (m_i - 1)$  effets

$m_i = 2 \Rightarrow 2$  effets

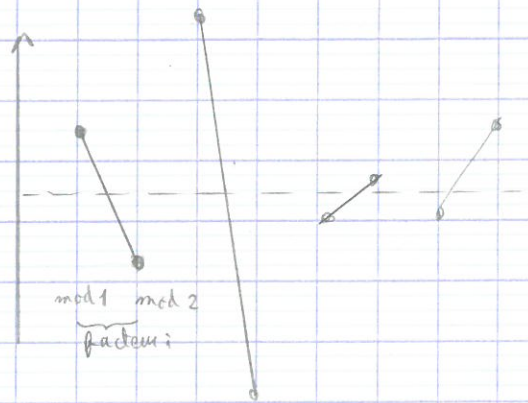


Diagramme de Pareto

Ce diagramme utilise la contribution du facteur  $i$

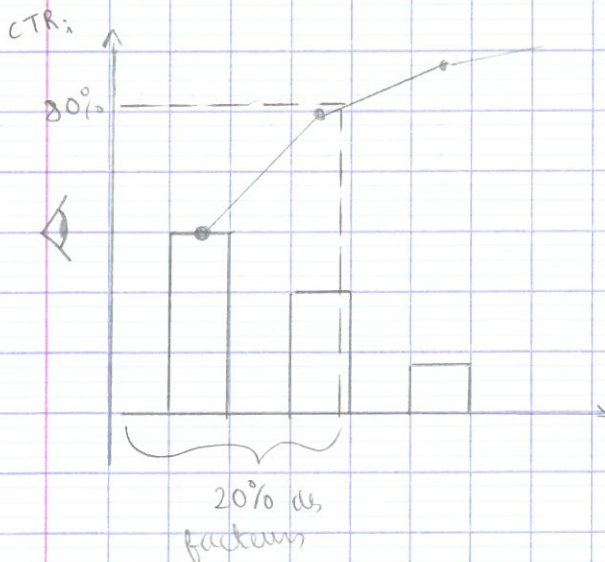
$$CTR_i = \frac{w_i^2}{\sum_{i=1}^k w_i^2} \text{ moyenne de effets}$$

$$\sum_{i=1}^k CTR_i = 1$$

on peut faire une représentation en camembert



Diagramme de Pareto c'est 1 diagramme en bâton.



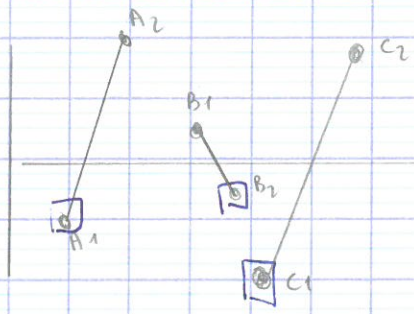
Pareto avait constaté que 80% des  $y$  étaient liés à 20% des facteurs

en fait

Il y a  $N_{\text{total}} = 128$  combinaisons et on en a utilisé  $N = 12$

on a utilisé 1 modèle additif, il faut s'assurer que le modèle

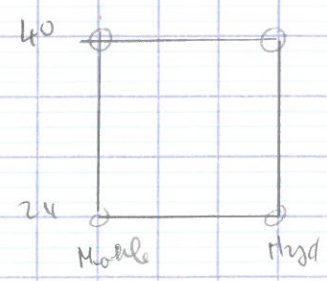
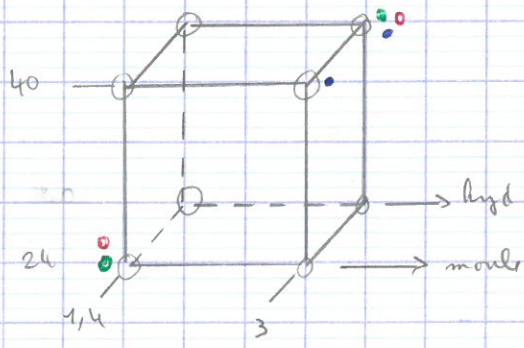
est bien additif  
 → Traitements de validation



à partir du graphe des effets on regarde la combinaison qui tend à minimiser les effets.

|                               | groupe 1             | groupe 2                     | groupe 3             |
|-------------------------------|----------------------|------------------------------|----------------------|
| Premier                       | 500                  | 500                          | 500                  |
| T° sol                        | 210                  | 210                          | 210                  |
| Tps traj                      | 1,4 < 1%             | 3 < 1%                       | 3 3%                 |
| Débit Réf                     | 16                   | 16                           | 16                   |
| T° c Réf                      | 25                   | 25                           | 25                   |
| Commutat°                     | mode 10%             | hyd 1,2%                     | hyd 0%               |
| Tps refroidissem <sup>t</sup> | 24                   | 40                           | 40                   |
| Résultat                      | 1,22<br>1,28<br>1,28 | 1,08<br>1,09<br>1,11<br>1,04 | 1,07<br>1,04<br>1,01 |

○ Les 3 groupes ont pris les m<sup>ê</sup>m modalités → on peut considérer qu'il n'en tient pas compte, ils sont fixés.



$k = 7$      $m_i = 2$     50 ordonnées.

tableau à ~~8~~  $\rightarrow 3 \times 12 \equiv 36$  ordonnées

$6 \times 3 \rightarrow 18$  ordonnées par modalités.

~~tableau à 8  $\Rightarrow 4 \times 8 = 8$~~

tab à 12

|    | A | B | C | D | E | F | G | Y  |
|----|---|---|---|---|---|---|---|--|
| 1  |   | + |   |   |   |   |   | 1,41    1,40    1,40 $\Rightarrow$ 1,406 |
| 2  |   | + |   |   |   |   |   | 1,496                                    |
| 3  |   | + |   |   |   |   |   | 1,666                                    |
| 4  |   | - |   |   |   |   |   | 1,24    1,28    1,32 $\Rightarrow$ 1,28  |
| 5  |   | - |   |   |   |   |   | 1,76    1,69    1,80 $\Rightarrow$ 1,75  |
| 6  |   | - |   |   |   |   |   | 1,69    1,71    1,72 $\Rightarrow$ 1,706 |
| 7  |   | + |   |   |   |   |   | 1,56    1,56    1,62 $\Rightarrow$ 1,58  |
| 8  |   | + |   |   |   |   |   | 1,73    1,74    1,73 $\Rightarrow$ 1,733 |
| 9  |   | + |   |   |   |   |   | 1,50    1,62    1,60 $\Rightarrow$ 1,573 |
| 10 |   | - |   |   |   |   |   | 1,50    1,59    1,43 $\Rightarrow$ 1,513 |
| 11 |   | - |   |   |   |   |   | 1,28    1,18    1,24 $\Rightarrow$ 1,233 |
| 12 |   | - |   |   |   |   |   | 1,10    1,11    1,12 $\Rightarrow$ 1,11  |

$$B \quad Y_1 + Y_2 + Y_3 - Y_4 - Y_5 - Y_6 + Y_7 + Y_8 + Y_9 - Y_{10} - Y_{11} - Y_{12} = 0,862$$
$$\Rightarrow (Y_1 + Y_2 + Y_3 + Y_7 + Y_8 + Y_9) - (Y_4 + Y_5 + Y_6 + Y_{10} + Y_{11} + Y_{12})$$

de facteur B

moyenne

moyenne.

ainsi on peut tracer le tableau des effets.

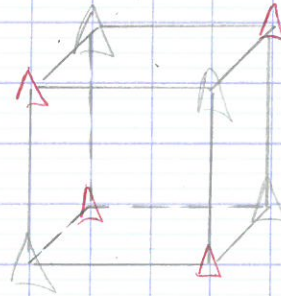
les essais que conseille PB

$$Y = d_0 + W_H + W_B + W_C$$

$$P = 1 + 3 = 4$$

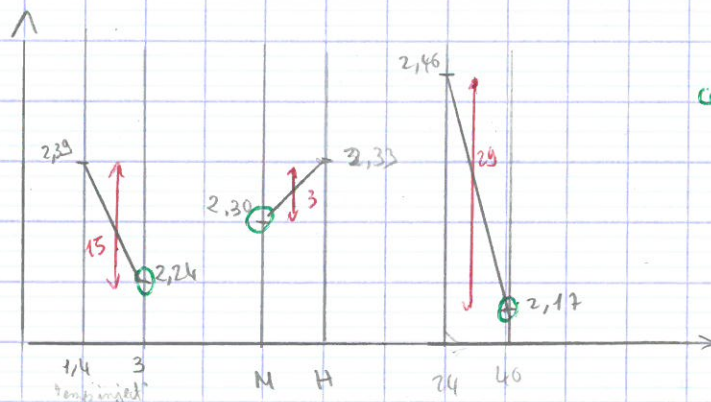
$$1/4 \times 3 \text{ M} \times \text{H} \quad 24 - 40$$

|   |   |   |   |
|---|---|---|---|
| + | - | + | = |
| + | + | - |   |
| - | + | + |   |
| - | - | - |   |



on prend la médiane

|     |   |    |   |      |   |      |   |      |       |
|-----|---|----|---|------|---|------|---|------|-------|
| 3   | M | 40 | → | 1,04 | - | 1,03 | - | 1,09 | 1,04  |
| 3   | H | 24 | → | 1,20 | - | 1,18 | - | 1,22 | 1,20  |
| 1/4 | H | 40 | → | 1,14 | - | 1,11 | - | 1,13 | 1,13  |
| 1/4 | M | 24 | → | 1,24 | - | 1,26 | - | 1,36 | -1,26 |



combinaison qui minimise les effets : 3, M, 40

$$2,24 = 1,04 + 1,20$$

$$2,39 = 1,14 + 1,26$$

### XIII Analyse statistique

#### 1) Objectif

Déterminer les effets significatifs des facteurs des plans d'expérience en l'absence de répétition.

#### 2) Hypothèse

On suppose que seulement un effet est significatif et qu'on respecte le diagramme de Pareto

### 3) Utilis

- \* Méthode de Daniel qui est 1 méthode graphique  
On se base sur la loi normale.
- \* Méthode de Henry.

Loi normale:

soit  $X$  1 variable aléatoire dont les valeurs  $x \in ]-\infty; +\infty[$

soit  $\mu$ : espérance mathématique de  $x$

$\sigma^2$ : variance de  $x$

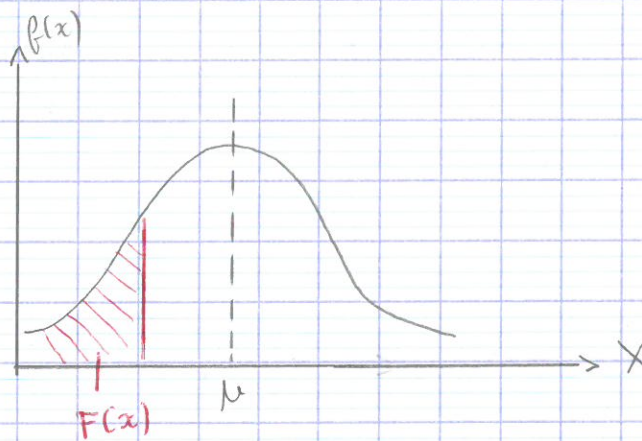
On a la fonction:

$$f(x) = \frac{1}{\sigma \sqrt{2\pi}} \exp \left\{ -\frac{1}{2} \left( \frac{x - \mu}{\sigma} \right)^2 \right\}$$

$f(x)$ : fct<sup>o</sup> de densité de probabilité de la loi normale

$N(\mu, \sigma)$

loi à 2 paramètres

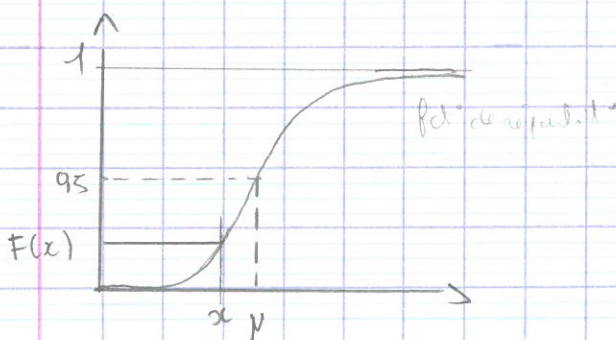


$$\int_{-\infty}^{+\infty} f(x) dx = 1$$

$F(x)$ : fct<sup>o</sup> de répartition de la loi normale

$$F(x) = \int_{-\infty}^x f(t) dt$$

il n'existe pas de solution à cette intégrale



on définit  $U$  variable centrée réduite avec  $u \in ]-\infty; +\infty[$

$$u = \frac{x - N}{\Delta} \quad \begin{array}{l} \leftarrow \text{centrage / moyenne} \\ \leftarrow \text{réduct. / écart-type} \end{array}$$

$U$  est sans dimension.

variable réelle

variable centrée réduite

$x$

$U$

$x_i$

$u_i$

$N$

$\bar{u} = 0$

centrage par rapport à la moyenne

réduction par rapport à l'écart type.

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i$$

$$\bar{u}_i = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left( \frac{x_i - N}{\Delta} \right)$$

$$\bar{u} = \frac{1}{N\Delta} \sum_{i=1}^N (x_i - N) = \frac{1}{N\Delta} \left[ \left( \sum_{i=1}^N x_i \right) - NN \right]$$

VARIANCE

$N$  valeurs  
 $x_i$

$N$  valeurs  
 $u_i = \frac{x_i - N}{\Delta}$

$$N = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i$$

$$\sigma^2 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (x_i - N)^2$$

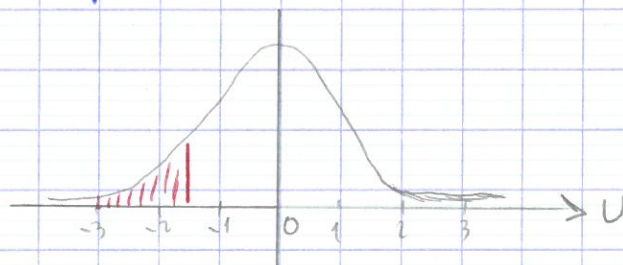
$$N^* = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N u_i = 0$$

variance  $\sigma^{*2}$

$$\sigma^{*2} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (u_i - N^*)^2 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N u_i^2 \quad \text{car } N^* = 0$$

$$= \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left( \frac{x_i - N}{\Delta} \right)^2 = \frac{1}{N\Delta^2} \sum_{i=1}^N (x_i - N)^2 = 1$$

$$f(u) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \exp \left\{ -\frac{1}{2} u^2 \right\}$$



$$F(u) = \int_{-\infty}^u f(\epsilon) d\epsilon$$

$\Rightarrow$  Table de la loi normale.



Comment savoir si l'effet d'un facteur est significativement différent de zéro ?

1) Classer les effets par ordre croissant

|              |          |                     |       |                      |
|--------------|----------|---------------------|-------|----------------------|
| • A : -0,14  | 1        | 0,0714              | } = 1 | -1,47                |
| • B : -0,116 | 2        | 0,2143              |       | -0,49                |
| • C : 0,05   | 3        | 0,3511              |       | -0,31                |
| • D : 0,05   | 4        | 0,5000              |       | 0                    |
| • E : 0,065  | 5        | 0,6428              |       | 0,31                 |
| • F : 0,104  | 6        | 0,7857              |       | 0,49                 |
| • G : 0,280  | 7        | 0,9285              |       | 1,47                 |
|              | rang $i$ | fréquence (maximal) |       | $u$<br>(2 décimales) |

2) Affecter 1 rang

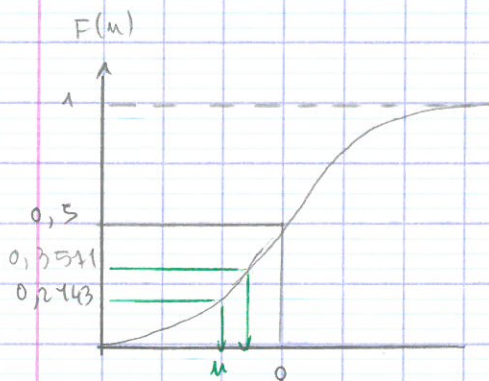
3) Calculer la fréquence

$$F_i = \frac{i - 3/8}{k + 1/4}$$

$k$ : facteur

$$F_i = \frac{i - 0,3}{k}$$

4) Utiliser la fct. de répartition de la loi normale centrée réduite  $F(u)$  pour calculer la valeur de  $u$



5) Représenter sur le graphique le nuage de points

abscisse : effet

ordonnée :  $u$

# Plan de Plackett et Burman

## Introduction

Les exemples de vulgarisation des plans d'expérience se limitent le plus souvent à l'étude de facteurs à deux niveaux. C'est en effet le nombre minimal d'états distincts que doit revêtir une variable de prédiction pour pouvoir en estimer son effet moyen, concept fondamental dans la plupart des problèmes faisant appel à la méthodologie de la recherche expérimentale.

L'effet moyen d'un facteur est défini par la variation observée ou modélisée de la réponse caractérisant le phénomène à étudier entre deux états distincts que l'on désigne, d'un point de vue méthodologique, sous le nom de modalités.

De nombreux développements ont jalonné l'histoire des plans d'expérience dans ce domaine, aussi bien pour la construction des dispositifs expérimentaux que pour l'analyse de leurs résultats d'essai. Toutefois, on doit à R.L. Plackett et J.P. Burman, dès 1946, une généralisation de la construction des plans d'expérience destinés à l'étude des effets moyens des facteurs à deux niveaux. Ces dispositifs expérimentaux sont également appelés plans de criblage, traduction de la locution anglaise *Screening Design*, ou plans multifactoriels ; ils représentent l'approche la plus rationnelle pour identifier les facteurs les plus influents dans un processus.

La construction des plans de Plackett et Burman s'effectue par permutation circulaire, méthode déjà évoquée lors de la construction des plans en carré gréco-latin. Les propriétés d'orthogonalité des plans de Plackett et Burman autorisent l'utilisation d'une grille de dépouillement pour l'analyse des résultats d'essai et l'estimation des effets moyens.

On profitera de cet exemple pour introduire des approches équivalentes basées sur le concept de contraste ou encore sur l'analyse des coefficients d'une modélisation polynomiale particulière. La présentation matricielle des plans de Plackett et Burman facilite la mise en œuvre de ces approches non seulement du point de vue de l'analyse mathématique, mais aussi du point de vue de l'analyse statistique des résultats d'essai. Le lecteur trouvera dans ce chapitre une application des méthodes proposées par C. Daniel en 1959, puis par R.V. Lenth en 1989. Ces méthodes sont particulièrement utiles lorsqu'on ne dispose pas de répétition des traitements expérimentaux pour estimer la variabilité naturelle des résultats d'essai. Une représentation sous forme de graphe de Pareto viendra compléter le tracé des effets des facteurs.

Ce chapitre confirme les possibilités de restitution graphique offertes par les méthodes d'analyse des résultats d'essai issus d'un plan d'expérience. Véritable outil de communication, l'approche graphique est incontournable et favorise des échanges et des réactions constructives au sein des groupes de travail.

## Définition des objectifs et des réponses

### Description du contexte expérimental

Le plâtre, matériau minéral issu de la transformation du gypse, est connu depuis la plus haute antiquité. Les propriétés physico-chimiques de ce matériau lui permettent de trouver des applications dans de nombreux secteurs industriels. L'utilisation du plâtre est bien connue dans le monde du bâtiment sous forme d'enduits ou d'éléments de construction ; elle est sans doute

moins connue dans le monde de la fonderie et de la joaillerie où le plâtre constitue la matière première des moules, au même titre que dans de nombreuses applications en céramique.

Le plâtre est commercialisé sous forme d'une fine poudre, qui fait prise et durcit lorsqu'on la mélange à de l'eau. La réaction d'hydratation qui accompagne le passage d'un état de suspension à un état de solide continu est influencée par de nombreux paramètres dont il convient d'identifier les effets, afin de garantir les performances d'un processus destiné à produire, de façon continue, de nombreux objets comme par exemple des carreaux de plâtre.

L'opération de mélange du plâtre avec l'eau, appelée gâchage, s'effectue à l'aide d'un malaxeur. La suspension alors obtenue doit présenter une rhéologie satisfaisante pour permettre la vidange du malaxeur par gravité et le remplissage parfait des moules métalliques dont la géométrie représente la forme de la pièce à obtenir. Après la prise et dans le cas d'une géométrie simple, la pièce est retirée du moule par extrusion. Elle est ensuite acheminée vers un séchoir permettant d'évacuer l'excédent d'eau d'hydratation et de conférer à la pièce ses propriétés finales. Si l'opération de séchage est longue et peut nécessiter plusieurs heures, la succession des opérations de gâchage, de coulage et d'extrusion ne demande que quelques minutes. L'identification des paramètres les plus influents sur ces opérations permettra de mettre sous contrôle ces différents postes de travail.

### Définition des objectifs de l'étude

On dispose bien souvent en milieu industriel d'un état ou d'un réglage de référence, plus ou moins satisfaisant certes, mais dont la connaissance et les performances permettent d'initier une réflexion sinon une étude.

Dans cet exemple, les objectifs de productivité de l'entreprise sont respectés, mais on constate de temps à autre, des dysfonctionnements au niveau des temps de cycle. Un allongement du temps de prise du plâtre entraîne une immobilisation plus longue des moules. Un épaissement de la suspension de plâtre nuit au bon remplissage de ces derniers et nécessite un nettoyage plus conséquent du malaxeur. Ces incidents peuvent provoquer des arrêts de plusieurs dizaines de minutes et des pertes financières pour l'entreprise.

L'objectif de cette étude consiste à identifier les facteurs les plus influents, en hiérarchisant leurs effets moyens sur la consistance de la gâchée de plâtre et sur son temps de début de prise, réponses caractérisant le processus. Les effets moyens seront déterminés en se basant sur un réglage de référence connu.

L'observation de la chaîne de production des pièces en plâtre fait apparaître un grand nombre de paramètres, gérés pour la plupart à partir d'automates programmables. Une reproduction du processus à partir d'un pilote de laboratoire fait l'objet de cette étude.

### Définition des réponses

On se limitera dans cette présentation à l'étude des effets moyens des facteurs sur deux variables de réponse uniquement. Ces réponses reflètent les premières caractéristiques de la gâchée que l'on observe dans le processus décrit précédemment.

La première réponse concerne la rhéologie de la suspension de plâtre. La consistance est souvent une grandeur qualitative, l'œil et le toucher permettant de juger parfois subtilement le caractère plus ou moins fluide de la gâchée. L'application traditionnelle des méthodes de planification expérimentale et des outils de modélisation qui leur sont associés, nécessite toutefois l'usage de réponses quantitatives.

Pour traduire la consistance de la gâchée de plâtre, on utilisera donc ici un essai d'étalement. La méthode consiste à prélever, juste avant sa mise en œuvre, un échantillon représentatif de la gâchée, puis à l'introduire dans un tube cylindrique creux de diamètre égal à 6 cm et de hauteur égale à 3 cm, appelé anneau de Schmidt, reposant sur un marbre. On soulève l'anneau et on observe l'étalement du plâtre sous forme d'une galette circulaire ; le résultat du mesurage du diamètre permet d'apprécier la consistance de la gâchée.

Dans un processus bien réglé, la valeur de l'étalement doit être proche de 250 mm. En dessous de 200 mm, la consistance épaisse crée une adhérence avec les parois du malaxeur et rend plus difficile le remplissage des moules. Au delà de 270 mm, la fluidité excessive de la gâchée de plâtre entraîne des phénomènes de ségrégation, la perte d'homogénéité étant néfaste aux propriétés mécaniques observées ultérieurement sur le plâtre durci.

Toute réponse qualitative doit faire l'objet d'une transformation en grandeur quantitative dont la plage de variation permet de représenter, le plus fidèlement possible, les différents états observés par l'intermédiaire d'un mesurage. Une grande attention doit être apportée à cette transformation qui nécessite souvent une expérimentation préalable.

La seconde réponse concerne le temps de début de prise, temps au bout duquel il est possible de procéder à l'extrusion de la pièce moulée en conservant sa géométrie. La méthode de mesure du temps de début de prise consiste à tracer, à intervalles réguliers et à l'aide d'un couteau normalisé, des sillons à la surface de la galette d'étalement. Dès que les lèvres du sillon ne se referment plus, on considère que l'on a atteint le début de prise ; l'origine des temps fait référence à l'instant d'introduction du plâtre dans l'eau.

Dans un processus bien réglé, la valeur du temps de début de prise doit être proche de 9 minutes pour tenir compte du cycle de fabrication et du remplissage des moules. Toute augmentation du temps de début de prise provoque inévitablement une baisse de la productivité car elle contribue à une augmentation du temps d'occupation des moules. Une réduction trop importante du temps de début de prise limite le délai de maniabilité, période entre la fin du malaxage et le coulage de la gâchée dans les moules. Une gâchée qui fait prise dans le malaxeur entraîne un arrêt de la production. Compte-tenu du procédé de moulage et d'extrusion utilisé, on considère que des temps de début de prise inférieurs à 5 minutes peuvent provoquer des dysfonctionnements.

Indépendamment de la représentativité des réponses en regard des objectifs fixés dans une étude, il est important de s'assurer de leur caractère répétable et reproductible. Une réflexion sur la métrologie des variables de réponse est toujours une étape primordiale dans toute démarche expérimentale, qu'elle soit associée ou non à un plan d'expérience.

## **Choix d'une stratégie expérimentale**

### Analyse de données existantes

Dans cette étude, l'examen et l'analyse des données disponibles ont permis de justifier la nécessité de prendre en compte simultanément un nombre important de variables de prédiction et d'argumenter le choix des modalités pour ces facteurs.

### Etude d'un seul facteur à la fois

En présence d'un grand nombre de facteurs à étudier et en l'absence d'outils méthodologiques d'aide à l'exploration d'un grand domaine expérimental, il est légitime d'envisager une stratégie

visant à n'étudier qu'un seul facteur à la fois, en rajoutant la mention « toutes choses égales par ailleurs » dans la définition de chaque traitement expérimental.

Une illustration de cette stratégie est résumée ci-après (Tab.I) dans le cadre d'une étude mettant en œuvre 11 facteurs, chacun d'eux pouvant présenter deux modalités. Le premier traitement expérimental correspond au réglage de référence, repéré par la modalité 1 pour chacun des facteurs. L'effet d'un facteur est alors estimé à partir de la variation observée de la réponse lorsque ce facteur change de modalité.

**Tableau I.** Illustration d'une stratégie mettant en œuvre un seul facteur à la fois.

|    | A | B | C | D | E | F | G | H | I | J | K |
|----|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1  | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 2  | 2 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 3  | 1 | 2 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 4  | 1 | 1 | 2 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 5  | 1 | 1 | 1 | 2 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 6  | 1 | 1 | 1 | 1 | 2 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 7  | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 2 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 8  | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 2 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 9  | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 2 | 1 | 1 | 1 |
| 10 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 2 | 1 | 1 |
| 11 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 2 | 1 |
| 12 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 2 |

On constate immédiatement (Tab.I) que la modalité 2, modalité utilisée pour la détection de l'effet éventuel d'un facteur, n'apparaît qu'une seule fois dans chaque colonne en comparaison avec les 11 occurrences de la modalité de référence, repérée par le chiffre 1. Il n'en faut pas beaucoup plus pour conclure que l'analyse des comparaisons sera délicate.

### Recours à un modèle empirique

La recherche d'éléments d'information sur les effets moyens des facteurs doit faire l'objet impérativement d'une modélisation pour être efficace.

Basée sur l'analyse des résultats d'essai, il s'agit d'une modélisation empirique, approche d'autant plus pertinente que le domaine expérimental défini à partir des facteurs et de leurs modalités est important et difficilement représentable. Le modèle empirique constitue alors un outil d'exploration de ce domaine.

La notion de modèle renvoie à la notion d'inconnues dont on conçoit immédiatement qu'elles seront d'autant plus nombreuses que le modèle empirique sera complexe et que le domaine à explorer sera grand. Toutefois les modèles les plus simples sont généralement les modèles les plus faciles à construire et à interpréter.

Conscients des limites de la stratégie qui consiste à ne faire varier qu'un seul facteur à la fois, les expérimentateurs devraient désormais avoir recours plus souvent à des outils rationnels d'exploration de vastes domaines d'étude.

Les modèles additifs offrent des performances souvent constatées dans de nombreux problèmes de recherche expérimentale lorsque l'objectif d'une étude porte sur l'étude des effets des facteurs. L'analyse des résultats d'essai d'un plan d'expérience permet alors une estimation efficace et économique des inconnues de ces modèles.

## Définition des facteurs et des modalités

### Définition des facteurs

Des données disponibles et des observations rigoureuses associées à une bonne connaissance du processus par les différents acteurs de l'entreprise vont permettre d'établir une liste de variables de prédiction solidement argumentée. Dans cette étude, l'utilisation d'un réglage de référence permet d'indiquer immédiatement une modalité d'étude pour chacune des variables de prédiction. La recherche des effets conduira donc le groupe de travail à définir au moins une autre modalité pour chacun des facteurs (Tab.II).

La description du processus de fabrication permet d'organiser le recensement des différentes variables de prédiction en groupes homogènes :

- Variables de prédiction liées à l'environnement du malaxeur : le gâchage du plâtre s'effectue au sein d'un malaxeur qui est nettoyé entre chaque préparation. La propreté du matériel a une grande importance sur la cinétique d'hydratation, les dépôts résiduels de plâtre sur les parois du malaxeur ou sur la pale d'agitation servant de germes de cristallisation. Un malaxeur sale est donc supposé accélérer la prise. Un nettoyage plus espacé peut permettre une économie sur l'eau de lavage et son recyclage.
- Variables de prédiction liées à la défloculation : au même titre que de nombreuses poudres minérales, le plâtre présente un comportement hydrophobe en présence d'eau, nuisant ainsi à l'homogénéité du mélange. On introduit donc systématiquement un agent de défloculation appelé adjuvant. Ce dernier provoque une meilleure fluidité de la gâchée tout en limitant des rajouts d'eau intempestifs pouvant affecter les performances mécaniques des produits durcis. On s'intéressera à la nature de l'adjuvant sous forme de poudre ou sous forme liquide, au dosage de l'adjuvant dont les excès provoquent des retards de prise et à l'instant d'introduction de l'adjuvant dans la gâchée, facteur influençant le mode d'action de la molécule organique.
- Variables liées à la méthode : le gâchage du plâtre et son coulage dans les moules nécessitent une grande rigueur. Toutes les opérations sont effectuées à partir d'automates programmables. On envisage ainsi d'étudier l'influence du temps d'attente entre le versement du plâtre dans l'eau et le début du malaxage, l'effet de la durée et la vitesse du malaxage et enfin, l'importance du temps d'attente entre la fin du malaxage et le coulage de la gâchée dans les moules. Les changements potentiels de modalité de ces différents facteurs peuvent provenir de dysfonctionnements sur le processus de fabrication et/ou d'actions volontaires des opérateurs suite à un arrêt momentané de fabrication par exemple.
- Variables liées au gâchage : les proportions relatives de plâtre et d'eau sont obtenues par pesage. Le taux de gâchage traduit le rapport entre la masse de plâtre et la masse d'eau. Cette variable conditionne à la fois la fluidité et la cinétique d'hydratation, une augmentation du dosage en eau entraînant un étalement plus important mais aussi un allongement du temps de début de prise. Les performances mécaniques du matériau durci sont également corrélées au taux de gâchage. On souhaite par ailleurs apprécier l'effet

d'une variation du volume de la gâchée de plâtre pour un même malaxeur. Cette variable permet une adaptation en fonction de la géométrie des pièces à couler et donc en fonction de leur volume. La prise du plâtre s'accompagne de variations dimensionnelles ; afin de garantir la facilité d'extrusion, on introduit dans la gâchée un agent limitant le gonflement dont on étudiera l'influence du dosage.

Un diagramme d'Ishikawa (Fig.1) permet de représenter une synthèse la plus complète possible du recensement des variables de prédiction. Il résulte souvent d'un brainstorming et fait partie des outils traditionnels mis en œuvre dans la démarche qualité des entreprises.

Les variables de prédiction intégrées dans un plan d'expérience deviendront des facteurs dont le nombre sera désigné par la lettre k. Il faudra pour cela leur assortir un certain nombre de modalités d'étude, traduisant les différents états que l'on souhaite attribuer aux facteurs pour révéler leur effet éventuel. Le nombre de modalités du facteur i sera désigné par le symbole m, dans la démarche méthodologique.

Les arêtes du diagramme d'Ishikawa offrent la possibilité d'un regroupement logique et organisé des différents facteurs.

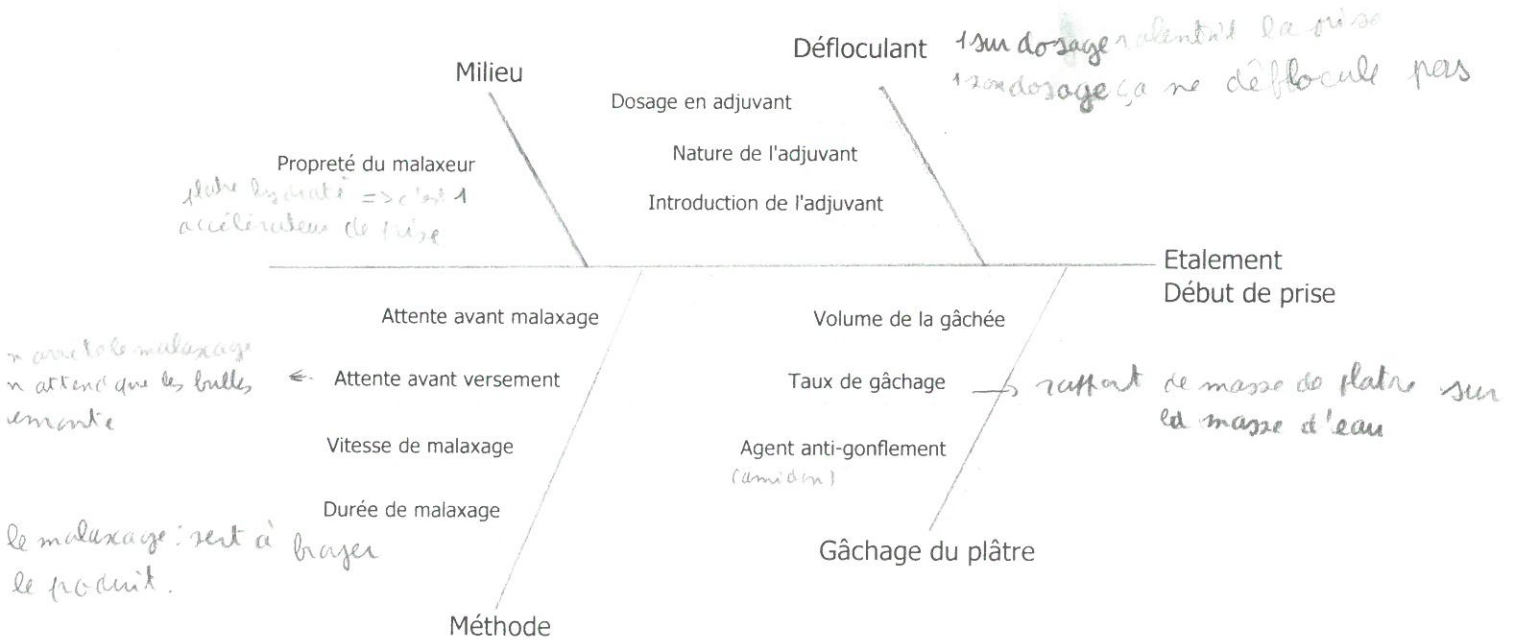


Figure 1. Diagramme d'Ishikawa.

Le diagramme d'Ishikawa permet au groupe de travail de représenter, sous la forme symbolique d'une arête de poisson, les différentes variables de prédiction qui peuvent potentiellement avoir un effet sur les variables de réponse mentionnées à l'extrémité droite de l'arête centrale. Dans le cas présent, l'étude consiste à identifier les effets moyens de 11 facteurs, regroupés de façon homogène en fonction des étapes du processus de fabrication des pièces en plâtre. La définition des modalités fera l'objet d'un tableau complémentaire (Tab.II) à cette représentation graphique.

## Définition des modalités

La définition des modalités des facteurs résulte de la réflexion du groupe de travail et complète l'identification des variables de prédiction (Tab.II).

Les modalités expriment les possibilités de changement d'état des facteurs afin d'en déterminer les effets moyens. La nature quantitative ou qualitative des facteurs importe peu, compte-tenu de l'approche méthodologique utilisée dans les plans de criblage.

Pour les variables qualitatives par nature, la désignation des modalités pose souvent moins de problème que pour les variables quantitatives :

- Le malaxeur pourra être propre ou sale.
- L'agent de défloculation sera introduit dans l'eau avant le plâtre (E+A+P) ou a posteriori dans la suspension en cours de formation (E+P+A).
- Le défloculant, pour une même molécule, pourra être introduit sous forme de poudre ou sous forme liquide, la poudre étant préalablement diluée dans de l'eau.

Pour les variables quantitatives, le groupe de travail a défini une étendue de variation associée à chacun des facteurs. Les niveaux distincts désignés pour l'identification des effets moyens des facteurs sont appelés modalités. Il convient que le nombre de modalités, correspondant au découpage de l'étendue de variation des facteurs, traduise un besoin d'information plus ou moins important sur les effets supposés des facteurs.

**Tableau II.** Facteurs et modalités.

*référence de l'industriel*

*méthode la + néjudicielle*

| Facteur                    | Abréviation | Modalité 1 (-)              | Modalité 2 (+)               |
|----------------------------|-------------|-----------------------------|------------------------------|
| Propreté du malaxeur       | PM          | Propre                      | Sale                         |
| Dosage en adjuvant         | DA          | 0,5%                        | 1,0%                         |
| Nature de l'adjuvant       | NA          | Poudre                      | Liquide                      |
| Introduction de l'adjuvant | IA          | Eau+Adjuvant+Plâtre (E+A+P) | Eau+Plâtre+ Adjuvant (E+P+A) |
| Attente avant malaxage     | AM          | 0 s                         | 20 s                         |
| Durée de malaxage          | DM          | 20 s                        | 40 s                         |
| Vitesse de malaxage        | VM          | 350 tr/min (lent)           | 500 tr/min (rapide)          |
| Attente avant versement    | AV          | 30 s                        | 60 s                         |
| Volume de la gâchée        | VG          | 1,2 l                       | 1,5 l                        |
| Taux de gâchage            | TG          | 1,4                         | 1,6                          |
| Agent anti-gonflement      | AG          | 0,1%                        | 0,3%                         |

En présence d'un grand nombre de facteurs, des considérations économiques limitent souvent le nombre de modalités de ces derniers. Dans le cas présent, tous les facteurs présentent deux modalités, la première modalité indiquant conventionnellement l'état de référence.

On rappelle qu'il s'agit d'une étude de laboratoire visant à reproduire les phénomènes observés dans un processus industriel : ceci explique ici les faibles volumes préparés pour chaque gâchée, comparativement à une fabrication industrielle.

### **Définition du domaine expérimental**

L'utilisation de modalités pour l'estimation des effets moyens des facteurs facilite grandement la définition du domaine expérimental ; il s'agit du nombre total de combinaisons qu'il est possible d'établir et de réaliser à partir des modalités des facteurs.

Dans le cas présent, on obtient :

$$N_{\text{total}} = 2^{11} = 2048 \text{ combinaisons} \quad (1)$$



Des considérations technico-économiques interdisent la réalisation d'un nombre aussi important de combinaisons. Par ailleurs, a-t-on besoin de disposer d'un si grand nombre de résultats d'essai pour obtenir l'information recherchée ?

Il est donc nécessaire de trouver une approche intermédiaire entre la stratégie consistant à n'étudier qu'un seul facteur à la fois présentée précédemment et la réalisation de l'ensemble des combinaisons, que la terminologie désigne sous le nom de plan factoriel complet, traduction de la locution anglaise *Full Factorial Design*.

On obtiendra des éléments d'information sur les effets moyens des facteurs grâce à l'interprétation d'un modèle d'exploration du domaine expérimental. Les inconnues de ce modèle, dont le nombre dépend à la fois de la nature du modèle et de la géométrie du domaine expérimental, seront estimées grâce à l'analyse des résultats d'essai associés à des traitements expérimentaux particuliers définis par la construction du plan d'expérience.

En présence d'un nombre important de combinaisons, il est souvent difficile de préciser a priori, si certaines d'entre-elles ne sont pas réalisables. Cette réflexion est néanmoins nécessaire car elle permet de traduire des contraintes techniques ou encore des considérations physico-chimiques. La construction du plan d'expérience devient alors algorithmique ; elle impose bien souvent le recours à des logiciels spécialisés.

Dans le cas présent, on s'assurera auprès des opérateurs qu'il est possible de mettre en œuvre les traitements proposés par la construction du plan d'expérience.

### **Définition du modèle empirique**

Les objectifs d'un plan d'expérience renvoient à une forme spécifique de modélisation. Les modèles additifs sont associés aux études de classification des effets des facteurs.

### **Forme générale du modèle additif sans couplage**

Un modèle additif sans couplage s'écrit sous la forme générale :

$$Y = C^{tc} + \sum_{i=1}^k W_i \quad (2)$$

Dans le cas présent, en utilisant les abréviations (Tab.II) des facteurs, on obtient :

$$Y = C^{tc} + W_{PM} + W_{DA} + W_{NA} + W_{IA} + W_{VM} + W_{DM} + W_{VM} + W_{AV} + W_{AG} + W_{IG} + W_{AG} \quad (3)$$

Cette écriture reflète bien les objectifs de l'étude, en identifiant le poids de chacun des facteurs par le symbole  $W_i$ .

### **Nombre d'inconnues associé au modèle additif sans couplage**

Comme il a été mentionné dans la présentation méthodologique des plans d'expérience, on associe à l'écriture du modèle additif sans couplage une formule permettant d'établir, de façon simple et rapide, le nombre  $p$  d'inconnues associé au modèle :

$$p = 1 + \sum_{i=1}^k (m_i - 1) \quad (4)$$

La définition du nombre de facteurs et des modalités attribuées à chacun des facteurs permet d'obtenir immédiatement :

$$p = 12 \text{ inconnues} \quad (5)$$

On conçoit aisément qu'en présence d'un grand nombre de facteurs, les considérations économiques d'une étude conduisent à limiter le nombre de modalités.

Bien que les plans d'expérience destinés à l'étude des facteurs à 2 modalités soient les plus répandus dans la littérature, il ne faut pas en faire une généralisation trop systématique sous prétexte d'économie. La redéfinition du domaine expérimental, en terme de nombre de facteurs et/ou de modalités, doit se faire avec prudence et en argumentant chacune des décisions. Toute modification peut entraîner une perte d'information.

### Réflexion sur le modèle additif avec couplages

Lors de cette étape de la démarche méthodologique, il n'est pas rare que les participants les plus avisés d'un groupe de travail évoquent les interactions, appelées volontairement couplages dans ce livre afin d'éviter toute confusion.

La prise en compte des couplages dans un modèle additif permet d'apporter des précisions en terme de signe et d'amplitude sur les effets moyens des facteurs. Un chapitre est consacré à cette problématique dans ce livre.

On rappelle qu'un modèle additif avec couplages s'écrit sous la forme générale suivante :

$$Y = C^{tc} + \sum_{i=1}^k W_i + \sum_{i \neq j} C_{ij} \quad (6)$$

Le nombre d'inconnues associé à cette modélisation est établi à partir de la formule suivante :

$$p = 1 + \sum_{i=1}^k (m_i - 1) + \sum_{i \neq j} (m_i - 1)(m_j - 1) \quad (7)$$

Compte-tenu du nombre de facteurs présents dans cette étude, on obtient :

$$p = 67 \text{ inconnues} \quad (8)$$

Comme il est rarement envisageable de réaliser un nombre de traitements expérimentaux suffisamment important pour estimer l'ensemble des inconnues, il faut donc prendre des décisions sur la suite à donner à l'étude. Ces décisions conduisent généralement à estimer uniquement certains couplages dont la définition est dictée parfois par l'expérience, mais souvent par la prémonition. Les données pour valider de telles hypothèses sont rarement disponibles, ou alors elles appartiennent à des domaines expérimentaux différents de celui de l'étude.

L'étude des couplages doit souvent se restreindre, pour des raisons pragmatiques, à un nombre limité de facteurs. En présence d'un grand nombre de facteurs, une étude préliminaire de criblage est souvent recommandée. La confrontation des résultats avec la connaissance du groupe de travail, complétée nécessairement par quelques traitements expérimentaux de validation du modèle, peut alors suggérer un approfondissement des effets moyens des facteurs par l'estimation des couplages, sans doute dans une zone plus restreinte et plus pertinente du domaine expérimental.

## Construction du plan d'expérience

### Objectif de la construction d'un plan d'expérience

La construction d'un plan d'expérience consiste à extraire du domaine expérimental un nombre suffisant  $N$  de combinaisons particulières afin d'estimer, de la meilleure façon possible, les  $p$  inconnues du modèle additif, tout en respectant au mieux les objectifs et les contraintes techniques et/ou économiques de l'étude.

Au même titre que pour les plans en carré gréco-latin, on tentera au cours de ce chapitre de démystifier les étapes de construction du plan de Plackett et Burman ; une première condition d'existence exprime la nécessité de disposer d'un nombre  $N$  de traitements distincts supérieur ou égal au nombre  $p$  d'inconnues :

$$p \leq N \leq N_{\text{total}} \quad (9)$$

Il faut également que les  $N$  traitements distincts retenus dans le dispositif expérimental permettent d'estimer les effets moyens, de la meilleure façon possible. On recherche pour cela à obtenir une incertitude à la fois la plus faible et la plus homogène possible pour l'estimation des inconnues du modèle, ce qui se traduit en quelque sorte, par une répartition uniforme des traitements à réaliser au sein du domaine expérimental. Lorsqu'il est impossible de visualiser de façon simple le domaine expérimental pour y répartir les différents traitements, des méthodes de construction basées sur un principe de permutation circulaire permettent, dans le cadre de cet exemple, d'atteindre efficacement et rapidement cet objectif.

### Notes historiques

Précédant le déploiement de l'informatique et des logiciels facilitant une construction algorithmique et plus moderne des plans d'expérience, les méthodes de construction basées sur des permutations circulaires ont connu un grand succès et une large vulgarisation.

Les dispositifs expérimentaux pour l'étude des facteurs à deux modalités ont occupé la plus importante place dans cette diffusion au XX<sup>ème</sup> siècle, sans doute en raison de leur grande facilité de construction et d'analyse des résultats d'essai, aussi bien d'un point de vue mathématique que statistique. C'est dans cette famille de plan qu'il convient de classer les plans factoriels complets de type  $2^k$  et les plans factoriels fractionnés de type  $2^{k-1}$ , représentant des fractions régulières des plans complets. Ces deux familles de plans d'expérience permettent d'apporter une précision sur les effets moyens des facteurs par l'estimation des couplages et des interactions éventuelles d'ordre supérieur.

Les plans de criblage, traduction de la locution anglaise *Screening Design*, encore appelés plans multifactoriels, offrent uniquement des possibilités d'estimation des effets moyens des facteurs par l'intermédiaire d'un modèle additif sans couplage. Dès 1946, R.L. Plackett et J.P. Burman ont proposé une méthode générale de construction qui connaîtra, en 1968, des développements complémentaires grâce aux travaux publiés par A. Hedayat et W.D. Wallis.

Lorsque le nombre de modalités  $m_i$  est égal à 2 pour tous les facteurs, le nombre  $N$  de traitements expérimentaux distincts à réaliser est égal au multiple de 4 immédiatement supérieur ou égal au nombre  $p$  d'inconnues à estimer. R.L. Plackett et J.P. Burman ont généralisé la méthode de construction de tels plans d'expérience jusqu'à  $N=100$ , avec paradoxalement un oubli pour  $N=92$  !

Repris et remodelés lors de la diffusion de la méthode Taguchi liée à l'ingénierie robuste, les plans de Plackett et Burman ont connu et rencontrent encore aujourd'hui un grand succès dans le monde industriel où, pour des raisons économiques, le nombre N de traitements expérimentaux distincts reste généralement limité ( $N \leq 25$ ).

Des résultats d'essai obtenus par des simulations numériques ou la mise en œuvre de plans d'expérience supersaturés non présentés dans ce livre, nécessitent parfois l'utilisation des plans d'expérience multifactoriels de taille plus importante.

### Principe de construction d'un plan de Plackett et Burman

La construction d'un plan de Plackett et Burman est basée sur la duplication de lignes ou de colonnes contenant une alternance particulière de signes négatifs et positifs, par simple permutation circulaire. Cette construction s'effectue en trois étapes :

- Repérer la ligne génératrice (Tab.III) pour laquelle le nombre N de traitements à réaliser est immédiatement supérieur ou égal au nombre p d'inconnues à estimer. Dans le cas présent, on retiendra la ligne correspondant à N=12. Le nombre N est parfois appelé nombre d'Hadamard.
- Transposer cette ligne dans la première colonne d'une matrice de rang N-1, puis recopier cette première colonne par permutation circulaire dirigée vers le bas, le dernier signe de la colonne permutée étant reporté à la première ligne de la colonne suivante. Ce mode de construction illustré ci-après (Tab.IV) est valable pour la majorité des plans d'expérience proposés par Plackett et Burman.
- Compléter enfin la matrice précédente par une ligne exclusivement remplie de signes négatifs (Tab.V) ; cette ligne représentera, dans cet exemple, le réglage de référence.

**Tableau III.** Lignes génératrices d'un plan de Plackett et Burman.

|      |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |
|------|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| N=4  | + | + | - |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |
| N=8  | + | + | + | - | + | - | - |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |
| N=12 | + | + | - | + | + | + | - | - | - | + | - |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |
| N=16 | + | + | + | + | - | + | - | + | + | - | - | + | - | - | - |   |   |   |   |   |   |   |
| N=20 | + | + | - | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - | - | - | - | + | + | - |   |   |   |
| N=24 | + | + | + | + | + | - | + | - | + | + | - | - | + | + | - | - | + | - | + | - | - | - |

Il est naturellement possible de procéder à la permutation de symboles différents de ceux proposés dans la méthode de construction de Plackett et Burman. Toutefois, l'estimation des inconnues du modèle sera d'autant plus facile que l'on conservera cette notation.

Le principe de permutation circulaire présenté ici est celui que l'on rencontre le plus fréquemment dans la littérature ou dans les logiciels de plans d'expérience à propos de la construction des plans de Plackett et Burman. La matrice d'expérience obtenue (Tab.V) possède des propriétés d'orthogonalité que l'on va rappeler ci-après.

Les propriétés d'orthogonalité garantissent une estimation des effets moyens avec une incertitude minimale. Par ailleurs, elles facilitent l'analyse mathématique et statistique des résultats d'essai, contribuant ainsi à un important déploiement de ces méthodes.

**Tableau IV.** Mode de construction par permutation circulaire.

| Lignes | Colonnes |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |   |
|--------|----------|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
|        | A        |   | B | C | D | E | F | G | H | I | J | K |
| 1      | +        | ↘ | - | + | - | - | - | + | + | + | - | + |
| 2      | +        | ↘ | + | - | + | - | - | - | + | + | + | - |
| 3      | -        | ↘ | + | + | - | + | - | - | - | + | + | + |
| 4      | +        | ↘ | - | + | + | - | + | - | - | - | + | + |
| 5      | +        | ↘ | + | - | + | + | - | + | - | - | - | + |
| 6      | +        | ↘ | + | + | - | + | + | - | + | - | - | - |
| 7      | -        | ↘ | + | + | + | - | + | + | - | + | - | - |
| 8      | -        | ↘ | - | + | + | + | - | + | + | - | + | - |
| 9      | -        | ↘ | - | - | + | + | + | - | + | + | - | + |
| 10     | +        | ↘ | - | - | - | + | + | + | - | + | + | - |
| 11     | -        |   | + | - | - | - | + | + | + | - | + | + |

**Tableau V.** Matrice d'expérience.

|    | A | B | C | D | E | F | G | H | I | J | K |
|----|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1  | + | - | + | - | - | - | + | + | + | - | + |
| 2  | + | + | - | + | - | - | - | + | + | + | - |
| 3  | - | + | + | - | + | - | - | - | + | + | + |
| 4  | + | - | + | + | - | + | - | - | - | + | + |
| 5  | + | + | - | + | + | - | + | - | - | - | + |
| 6  | + | + | + | - | + | + | - | + | - | - | - |
| 7  | - | + | + | + | - | + | + | - | + | - | - |
| 8  | - | - | + | + | + | - | + | + | - | + | - |
| 9  | - | - | - | + | + | + | - | + | + | - | + |
| 10 | + | - | - | - | + | + | + | - | + | + | - |
| 11 | - | + | - | - | - | + | + | + | - | + | + |
| 12 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |

### Interprétation de la notion d'arrangement orthogonal

L'estimation des effets des facteurs s'effectue en comparant la moyenne des réponses observées pour chacune des modalités des facteurs. Cette comparaison est d'autant plus équitable que l'on introduit le même nombre d'observations dans chacune des moyennes et que ces observations sont nombreuses. C'est pour cette raison que l'on retrouve le même nombre de signes positifs et négatifs dans chaque colonne (Tab.V).

Par ailleurs, chaque fois qu'un facteur est affecté d'un signe positif ou négatif dans une colonne, l'ensemble des autres facteurs apparaît un même nombre de fois avec un signe positif et avec un signe négatif dans les autres colonnes (Tab.V). On ne privilégie donc aucune modalité

particulière. Les propriétés précédentes, naturellement satisfaites par les plans de Plackett et Burman, permettent la définition d'un arrangement orthogonal.

Selon la norme ISO 3534-3, un arrangement orthogonal est un ensemble de combinaisons de traitements tel que pour chaque paire de facteurs, chaque combinaison de traitements survient un même nombre de fois pour tous les niveaux possibles des facteurs.

### Notation $L_{12}(2^{11})$

Comme on l'a déjà évoqué dans le chapitre consacré aux plans en carré gréco-latin, l'origine de la notation  $L_{12}(2^{11})$  peut parfois porter à controverse. Elle indique simplement un arrangement orthogonal permettant d'étudier les effets moyens de 11 facteurs à 2 modalités à partir de 12 traitements distincts.

Cette notation semble propre à la méthode Taguchi qui sur le même principe que les plans de Plackett et Burman, propose de nombreux dispositifs expérimentaux dont le plus couramment rencontré est l'arrangement  $L_8(2^7)$ . Les arrangements orthogonaux  $L_{16}(2^{15})$ ,  $L_{20}(2^{19})$  et  $L_{24}(2^{23})$  sont plus exceptionnels en raison d'un nombre important de facteurs qu'il est rare de mettre en œuvre en milieu industriel.

Toutefois, il faut noter que l'arrangement  $L_{16}(2^{15})$  permet, à partir simplement de quelques transformations mathématiques sur les colonnes, la construction de plans d'expérience asymétriques de type  $L_{16}(4^u 2^{5-u})$  pour des problèmes de criblage. Tous ces dispositifs expérimentaux sont mentionnés en annexe.

### Expérimentation

La mise en œuvre des facteurs ne pose pas ici de problèmes particuliers ; l'affectation des variables de prédiction dans les colonnes du tableau représentant le plan d'expérience reprend l'ordre de présentation de ces variables (Tab.II). Les traitements expérimentaux seront également mis en œuvre suivant l'ordre des lignes du tableau (Tab.VI).

Tableau VI. Plan d'expérimentation.

|    | PM     | DA   | NA      | IA    | AM   | DM   | VM     | AV   | VG    | TG  | AG    |
|----|--------|------|---------|-------|------|------|--------|------|-------|-----|-------|
| 1  | Sale   | 0,5% | Liquide | E+A+P | 0 s  | 20 s | Rapide | 60 s | 1,5 l | 1,4 | 0,3 % |
| 2  | Sale   | 1,0% | Poudre  | E+P+A | 0 s  | 20 s | Lent   | 60 s | 1,5 l | 1,6 | 0,1 % |
| 3  | Propre | 1,0% | Liquide | E+A+P | 20 s | 20 s | Lent   | 30 s | 1,5 l | 1,6 | 0,3 % |
| 4  | Sale   | 0,5% | Liquide | E+P+A | 0 s  | 40 s | Lent   | 30 s | 1,2 l | 1,6 | 0,3 % |
| 5  | Sale   | 1,0% | Poudre  | E+P+A | 20 s | 20 s | Rapide | 30 s | 1,2 l | 1,4 | 0,3 % |
| 6  | Sale   | 1,0% | Liquide | E+A+P | 20 s | 40 s | Lent   | 60 s | 1,2 l | 1,4 | 0,1 % |
| 7  | Propre | 1,0% | Liquide | E+P+A | 0 s  | 40 s | Rapide | 30 s | 1,5 l | 1,4 | 0,1 % |
| 8  | Propre | 0,5% | Liquide | E+P+A | 20 s | 20 s | Rapide | 60 s | 1,2 l | 1,6 | 0,1 % |
| 9  | Propre | 0,5% | Poudre  | E+P+A | 20 s | 40 s | Lent   | 60 s | 1,5 l | 1,4 | 0,3 % |
| 10 | Sale   | 0,5% | Poudre  | E+A+P | 20 s | 40 s | Rapide | 30 s | 1,5 l | 1,6 | 0,1 % |
| 11 | Propre | 1,0% | Poudre  | E+A+P | 0 s  | 40 s | Rapide | 60 s | 1,2 l | 1,6 | 0,3 % |
| 12 | Propre | 0,5% | Poudre  | E+A+P | 0 s  | 20 s | Lent   | 30 s | 1,2 l | 1,4 | 0,1 % |

A cette étape, il est important de préparer le bon déroulement du plan d'expérience. Il est en particulier nécessaire de retranscrire chacune des lignes du plan d'expérimentation sur une fiche d'essai (Tab.VII). Elle facilite la préparation des traitements expérimentaux et limite les risques d'erreur de lecture dans le tableau représentant le plan d'expérimentation (Tab.VI). C'est sur cette même fiche que l'on consignera les résultats d'essai et les observations éventuelles des opérateurs.

**Tableau VII.** Exemple de fiche d'essai prête à l'emploi.

|               |                  |                      |
|---------------|------------------|----------------------|
| Traitement n° | Titre de l'étude | Date :               |
| Opérateur :   |                  | Numéro du malaxeur : |

|                          |                                    |
|--------------------------|------------------------------------|
| Préparation de la gâchée | Masse de plâtre :                  |
|                          | Masse d'eau :                      |
|                          | Masse d'adjuvant :                 |
|                          | Masse de l'agent anti-gonflement : |

|                                 |  |                                     |
|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| Propreté du malaxeur            |  | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Dosage en adjuvant              |  | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Nature de l'adjuvant            |  | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Introduction de l'adjuvant      |  | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Attente avant malaxage          |  | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Durée de malaxage               |  | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Vitesse de malaxage             |  | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Attente avant versement         |  | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Volume de la gâchée             |  | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Taux de gâchage                 |  | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Dosage en agent anti-gonflement |  | <input checked="" type="checkbox"/> |

|                   |                           |
|-------------------|---------------------------|
| Résultats d'essai | Diamètre d'étalement :    |
|                   | Temps de débur de prise : |

|                |
|----------------|
| Observations : |
|----------------|

En présence de nombreux facteurs, la rédaction des fiches d'essai permet d'identifier plus facilement les traitements délicats à mettre en œuvre ; il conviendra de les réaliser en priorité, au même titre que les réglages supposés provoquer les plus grandes variations des réponses observées pour conforter le bien fondé de la démarche expérimentale envisagée dans le domaine expérimental retenu.

La définition des traitements expérimentaux est validée par le groupe de travail. On ne prévoit pas a priori de répétition, compte-tenu du savoir faire et de l'expérience des opérateurs. Dans cette étude, la rapidité des mesurages permettra de reproduire des traitements expérimentaux en cas de doute, lors de l'analyse des résultats d'essai.

### **Analyse globale des résultats d'essai**

L'observation des résultats d'essai (Tab.VIII) indique des variations significatives pour chacune des réponses observées. Ces variations traduisent la manifestation d'effets des facteurs au cours du plan d'expérience. Il convient donc de quantifier ces effets grâce à l'analyse mathématique puis à l'analyse statistique des résultats d'essai.

Par ailleurs, les résultats d'essai du traitement 12 correspondant au réglage de référence, sont conformes aux spécifications du cahier des charges de l'entreprise.

**Tableau VIII.** Résultats d'essai.

|               | Etalement (mm) | Temps de début de prise (s) |
|---------------|----------------|-----------------------------|
| Traitement 1  | 229            | 426                         |
| Traitement 2  | 241            | 888                         |
| Traitement 3  | 237            | 809                         |
| Traitement 4  | 191            | 173                         |
| Traitement 5  | 280            | 793                         |
| Traitement 6  | 279            | 438                         |
| Traitement 7  | 285            | 901                         |
| Traitement 8  | 173            | 414                         |
| Traitement 9  | 241            | 593                         |
| Traitement 10 | 204            | 144                         |
| Traitement 11 | 245            | 503                         |
| Traitement 12 | 240            | 511                         |

L'analyse globale des résultats d'essai ne doit pas être négligée ; cette étape requiert la participation du groupe de travail. Il est important de confirmer le bon déroulement du plan d'expérience. De même, cette première analyse permet d'apprécier la variation des résultats d'essai, par comparaison à la variabilité naturelle des réponses.

### **Analyse mathématique des résultats d'essai**

#### Objectif de l'analyse mathématique des résultats d'essai

L'analyse mathématique consiste tout simplement à estimer les  $p$  inconnues du modèle.

Afin de faciliter une analyse statistique ultérieure des résultats, mais aussi pour regrouper de façon méthodologique les différentes approches que l'on rencontre dans la littérature, la présentation de l'analyse mathématique des résultats va faire appel aux concepts suivants :

- Le concept d'effet moyen renvoie à l'utilisation d'une grille de dépouillement, déjà évoquée dans ce livre et particulièrement adaptée à l'analyse des résultats d'essai suite à un plan d'expérience respectant un arrangement orthogonal.
- Le concept de contraste est sans doute moins connu. Il est très facile à mettre en œuvre en présence d'un arrangement orthogonal quand les facteurs étudiés ne présentent que



deux modalités. La construction des plans d'expérience proposée par Plackett et Burman favorise l'estimation des contrastes à partir d'un produit scalaire.

- Le concept de coefficient ne se limite pas aux arrangements orthogonaux. Il se base sur une écriture polynomiale particulière du modèle qui peut faciliter par la suite la mise en œuvre de certains tests statistiques.

En présence de facteurs à deux modalités et grâce à l'utilisation d'un arrangement orthogonal, l'estimation des  $p$  inconnues du modèle sous forme d'effets moyens, de contrastes ou encore de coefficients conduit à la même interprétation des résultats. Il est cependant nécessaire d'en préciser les différences afin d'éclairer le lecteur sur les ambiguïtés que l'on peut rencontrer dans certaines publications ou encore dans les logiciels.

### Le concept d'effet moyen et l'utilisation d'une grille de dépouillement

La grille de dépouillement permet d'isoler de façon organisée, pour chacun des facteurs, les résultats d'essai contribuant à l'estimation de l'effet moyen à partir d'une simple différence de moyennes arithmétiques.

L'utilisation d'une grille de dépouillement facilite la restitution de l'information recherchée sous la forme graphique du tracé des effets. Il convient toutefois de s'assurer que la grille de dépouillement corresponde bien au plan d'expérience mis en œuvre.

On présente ci-après les grilles de dépouillement relatives à l'analyse des effets des facteurs, d'une part sur la fluidité de la gâchée de plâtre (Tab.IX) et d'autre part sur le temps de début de prise de la gâchée (Tab.X). L'utilisation d'une grille de dépouillement a été largement commentée dans le chapitre relatif aux plans en carré gréco-latin.

En notant  $y_i$  le résultat d'essai du  $i^{\text{ème}}$  traitement dans le plan d'expérience, l'effet moyen relatif à la propreté du malaxeur est donc défini par :

$$W_{PM} = \frac{1}{6}(y_1 + y_2 + y_4 + y_5 + y_6 + y_{10}) - \frac{1}{6}(y_3 + y_7 + y_8 + y_9 + y_{11} + y_{12}) \quad (10)$$

### Le concept de contraste et l'utilisation du produit scalaire

L'utilisation des contrastes est particulièrement pertinente en présence de facteurs à deux modalités, ces dernières étant repérées dans la matrice d'expérience à partir de  $-1$  et  $+1$ . C'est typiquement le cas des plans de Plackett et Burman.

Un contraste est une fonction linéaire des résultats d'essai telle que la somme des coefficients soit nulle sans que tous les coefficients soient nuls.

Le résultat d'essai du  $i^{\text{ème}}$  traitement étant repéré par  $y_i$ , on définit la fonction linéaire suivante :

$$C_i = x_{1,i}y_1 + x_{2,i}y_2 + \dots + x_{1,i}y_1 + \dots + x_{N,i}y_N \quad \Rightarrow \quad C_i = \sum_{j=1}^N x_{j,i}y_j \quad (11)$$

Cette fonction linéaire est un contraste si tous les coefficients  $x_{j,i}$  ne sont pas nuls et si :

$$\sum_{i=1}^N x_{j,i} = 0 \quad (12)$$

Tableau IX. Grille de dépouillement – Analyse de l'étalement de la gâchée de plâtre.

| Traitement  | Y (mm) | PM     |        | DA               |                  | NA     |         | LA     |        | AM     |        | DM     |        | VM     |        | AV     |        | VG     |        | TG     |        | AG               |                  |
|-------------|--------|--------|--------|------------------|------------------|--------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|------------------|------------------|
|             |        | Propre | Salé   | 0,5 <sup>o</sup> | 1,0 <sup>o</sup> | Poudre | Liquide | E+A+P  | E+P+A  | 0 s    | 20 s   | 20 s   | 40 s   | Lent   | Rapide | 30 s   | 60 s   | 1,2 l  | 1,5 l  | 1,4    | 1,6    | 0,1 <sup>o</sup> | 0,3 <sup>o</sup> |
| 1           | 229    |        | 229    | 229              |                  |        | 229     | 229    |        | 229    |        | 229    |        | 229    |        | 229    |        | 229    | 229    |        |        |                  | 229              |
| 2           | 241    |        | 241    |                  | 241              | 241    |         |        | 241    | 241    |        | 241    |        | 241    |        | 241    |        | 241    |        | 241    | 241    |                  |                  |
| 3           | 237    | 237    |        |                  | 237              |        | 237     | 237    |        |        | 237    | 237    |        | 237    |        | 237    |        |        | 237    |        | 237    |                  | 237              |
| 4           | 191    |        | 191    | 191              |                  |        | 191     |        | 191    | 191    |        |        | 191    | 191    |        | 191    |        | 191    |        |        | 191    |                  | 191              |
| 5           | 280    |        | 280    |                  | 280              | 280    |         |        | 280    |        | 280    | 280    |        |        | 280    | 280    |        | 280    |        |        | 280    |                  | 280              |
| 6           | 279    |        | 279    |                  | 279              |        | 279     | 279    |        |        | 279    |        | 279    | 279    |        |        | 279    | 279    |        |        | 279    |                  | 279              |
| 7           | 285    | 285    |        |                  | 285              |        | 285     |        | 285    | 285    |        |        | 285    |        | 285    | 285    |        |        | 285    | 285    |        |                  | 285              |
| 8           | 173    | 173    |        | 173              |                  |        | 173     |        | 173    |        | 173    | 173    |        |        | 173    |        | 173    | 173    |        |        | 173    | 173              |                  |
| 9           | 241    | 241    |        | 241              |                  | 241    |         |        | 241    |        | 241    |        | 241    | 241    |        |        | 241    |        | 241    | 241    |        |                  | 241              |
| 10          | 204    |        | 204    | 204              |                  | 204    |         |        | 204    |        |        | 204    |        | 204    | 204    |        |        | 204    |        |        | 204    | 204              |                  |
| 11          | 245    | 245    |        |                  | 245              | 245    |         | 245    |        | 245    |        |        | 245    |        | 245    |        | 245    | 245    |        |        | 245    |                  | 245              |
| 12          | 240    | 240    |        | 240              |                  | 240    |         | 240    |        | 240    |        |        | 240    |        | 240    |        | 240    |        | 240    |        | 240    |                  | 240              |
| Total       | 2845   | 1421   | 1424   | 1278             | 1567             | 1451   | 1394    | 1434   | 1411   | 1431   | 1414   | 1400   | 1445   | 1429   | 1416   | 1437   | 1408   | 1408   | 1437   | 1554   | 1291   | 1422             | 1423             |
| Nombre      | 12     | 6      | 6      | 6                | 6                | 6      | 6       | 6      | 6      | 6      | 6      | 6      | 6      | 6      | 6      | 6      | 6      | 6      | 6      | 6      | 6      | 6                | 6                |
| Moyenne     | 237,08 | 236,83 | 237,33 | 213,00           | 261,17           | 241,83 | 232,33  | 239,00 | 235,17 | 238,50 | 235,67 | 233,33 | 240,83 | 238,17 | 236,00 | 239,50 | 234,67 | 234,67 | 239,50 | 259,00 | 215,17 | 237,00           | 237,17           |
| Effet moyen |        | 0,50   |        | 48,17            |                  | -9,50  |         | -3,83  |        | -2,83  |        | 7,50   |        | -2,17  |        | -4,83  |        | 4,83   |        | -43,83 |        | 0,17             |                  |

**Tableau X.** Grille de dépouillement – Analyse du temps de début de prise de la gâchée de plâtre.

|             |        | PM      |        | DA     |        | NA     |         | LA     |        | AM     |        | DM      |        | VM     |        | AV     |        | VG     |        | TG      |        | AG     |        |
|-------------|--------|---------|--------|--------|--------|--------|---------|--------|--------|--------|--------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|--------|--------|--------|
| Tranement   | Y (s)  | Propre  | Salé   | 0,5%   | 1,0%   | Poudre | Liquide | E+V+P  | E+P+V  | 0 s    | 20 s   | 20 s    | 40 s   | Lent   | Rapide | 30 s   | 60 s   | 1,21   | 1,51   | 1,4     | 1,6    | 0,1%   | 0,3%   |
| 1           | 426    |         | 426    | 426    |        |        | 426     | 426    |        | 426    |        | 426     |        |        | 426    |        | 426    |        | 426    | 426     |        |        | 426    |
| 2           | 888    |         | 888    |        | 888    | 888    |         |        | 888    | 888    |        | 888     |        | 888    |        |        | 888    |        | 888    |         | 888    | 888    |        |
| 3           | 809    | 809     |        |        | 809    |        | 809     | 809    |        |        | 809    | 809     |        | 809    |        | 809    |        |        | 809    |         | 809    |        | 809    |
| 4           | 173    |         | 173    | 173    |        |        | 173     |        | 173    | 173    |        |         | 173    | 173    |        |        | 173    |        |        | 173     |        |        | 173    |
| 5           | 793    |         | 793    |        | 793    | 793    |         |        | 793    |        | 793    | 793     |        |        | 793    | 793    |        |        | 793    |         |        |        | 793    |
| 6           | 438    |         | 438    |        | 438    |        | 438     | 438    |        |        | 438    |         | 438    | 438    |        |        | 438    | 438    |        |         | 438    |        | 438    |
| 7           | 901    | 901     |        |        | 901    |        | 901     |        | 901    | 901    |        |         | 901    |        | 901    | 901    |        |        | 901    | 901     |        |        | 901    |
| 8           | 414    | 414     |        | 414    |        |        | 414     |        | 414    |        | 414    | 414     |        |        | 414    |        | 414    | 414    |        |         | 414    | 414    |        |
| 9           | 593    | 593     |        | 593    |        | 593    |         |        | 593    |        | 593    |         | 593    | 593    |        |        | 593    |        | 593    | 593     |        |        | 593    |
| 10          | 144    |         | 144    | 144    |        | 144    |         | 144    |        |        | 144    |         | 144    |        | 144    | 144    |        |        | 144    |         | 144    | 144    |        |
| 11          | 503    | 503     |        | 503    | 503    |        | 503     |        | 503    |        | 503    |         | 503    |        | 503    |        | 503    | 503    |        |         | 503    |        | 503    |
| 12          | 511    | 511     |        | 511    |        | 511    |         | 511    |        | 511    |        | 511     |        | 511    |        | 511    |        | 511    |        | 511     |        | 511    |        |
| Total       | 6593   | 3731    | 2862   | 2261   | 4332   | 3432   | 3161    | 2831   | 3762   | 3402   | 3191   | 3841    | 2752   | 3412   | 3181   | 3331   | 3262   | 2832   | 3761   | 3662    | 2931   | 3296   | 3297   |
| Nombre      | 12     | 6       | 6      | 6      | 6      | 6      | 6       | 6      | 6      | 6      | 6      | 6       | 6      | 6      | 6      | 6      | 6      | 6      | 6      | 6       | 6      | 6      | 6      |
| Moyenne     | 549,42 | 621,83  | 477,00 | 376,83 | 722,00 | 572,00 | 526,83  | 471,83 | 627,00 | 567,00 | 531,83 | 640,17  | 458,67 | 568,67 | 530,17 | 555,17 | 543,67 | 472,00 | 626,83 | 610,33  | 488,50 | 549,33 | 549,50 |
| Effet moyen |        | -144,83 |        | 345,17 |        | -45,17 |         | 155,17 |        | -35,17 |        | -181,50 |        | -38,50 |        | -11,50 |        | 154,83 |        | -121,83 |        | 0,17   |        |

La somme des termes présents dans les colonnes de la matrice d'expérience définie par Plackett et Burman vérifie cette condition (Tab.V). Le produit scalaire, somme des produits terme à terme, entre chaque vecteur colonne définissant cette matrice et le vecteur des résultats d'essai représente donc un contraste auquel on peut associer facilement une interprétation : il s'agit de la différence entre la somme des résultats d'essai observés pour la modalité 2 d'un facteur et la somme des résultats d'essai observés pour la modalité 1, modalité de référence dans cette étude.

Par exemple, pour le contraste relatif à la propreté du malaxeur, on obtient :

$$C_{PM} = y_1 + y_2 - y_3 + y_4 + y_5 + y_6 - y_7 - y_8 - y_9 + y_{10} - y_{11} - y_{12} \quad (13)$$

Il est facile de réorganiser cette fonction linéaire de la façon suivante :

$$C_{PM} = (y_1 + y_2 + y_4 + y_5 + y_6 + y_{10}) - (y_3 + y_7 + y_8 + y_9 + y_{11} + y_{12}) \quad (14)$$

On constate la proportionnalité entre l'effet moyen (10) et le contraste (14) associés à un même facteur, le concept de contraste étant plus facile à établir en l'absence de grille de dépouillement prête à l'emploi. Les tableurs informatiques facilitent généralement la mise en œuvre du produit scalaire, opération mathématique utilisée ici.

Il est facile de constater (Tab.V) également que chaque paire de colonnes de la matrice d'expérience forme un contraste orthogonal :

$$\sum_{i=1}^N x_{1,j} x_{i,k} = 0 \quad (15)$$

Cette propriété traduit l'indépendance de l'estimation des effets moyens : c'est une propriété fondamentale, largement exploitée dans la construction de nombreux plans d'expérience destinés à l'étude des facteurs.

Il est naturellement possible d'appliquer la notion de contraste pour l'estimation des effets moyens des facteurs présentant plus de deux modalités. Toutefois cette approche dépasse le cadre d'un ouvrage d'initiation aux plans d'expérience. Le débutant utilisera donc ce concept en présence d'arrangements orthogonaux pour lesquels les facteurs ne possèdent que deux modalités : cela représente toutefois un large champ d'investigations !

## Le concept de coefficient et l'introduction à la méthode des moindres carrés

Cette approche n'est sûrement pas la plus pertinente, tant les propriétés remarquables offertes par un arrangement orthogonal permettent de s'en dispenser. De nombreux livres y font pourtant référence, notamment dans la littérature française, afin de présenter sans doute de façon plus simple, les calculs matriciels associés à la méthode des moindres carrés.

La méthode des moindres carrés deviendra par contre incontournable pour l'estimation des effets lorsque le plan d'expérience ne respectera plus un arrangement orthogonal. Différents résultats de cette méthode sont alors utilisés non seulement pour la construction du plan d'expérience et l'estimation de son efficacité, mais aussi pour la mise en œuvre des tests statistiques lors de l'analyse des résultats d'essai.

Cette analyse mathématique renvoie à l'écriture d'un modèle polynomial particulier qu'il faut considérer comme un modèle pratique pour l'estimation des effets moyens. Il ne faut en aucun cas utiliser ce modèle à d'autres fins, en particulier pour estimer la réponse en dehors du domaine expérimental et tenter de faire de l'optimisation. Il s'agirait dans ce cas d'une autre stratégie pour laquelle le plan d'expérience n'a pas été conçu.

On définit un modèle polynomial du premier degré de telle sorte que, pour l'expression du résultat d'essai du  $i^{\text{ème}}$  traitement repéré par  $y_i$ , on puisse écrire :

$$y_i = a_0 + \sum_{j=1}^k a_j x_{i,j} \quad (16)$$

En fonction de l'abréviation des facteurs (Tab.II), on obtient :

$$y_i = a_0 + a_{PM} x_{i,PM} + a_{DA} x_{i,DA} + a_{NA} x_{i,NA} + a_{IA} x_{i,IA} + \dots + a_{AG} x_{i,AG} \quad (17)$$

L'écriture de ce modèle n'est valable que pour des valeurs de  $x_{i,j}$  égales à  $-1$  ou  $+1$ .

En utilisant les valeurs de  $x_{i,j}$  proposées par la matrice d'expérience (Tab.V) et la définition du modèle (16), on peut écrire le système suivant :

$$\begin{cases} y_1 = a_0 + a_{PM} - a_{DA} + a_{NA} - a_{IA} - a_{AM} - a_{DM} + a_{VM} + a_{AV} + a_{VG} - a_{TG} + a_{AG} \\ y_2 = a_0 + a_{PM} + a_{DA} - a_{NA} + a_{IA} - a_{AM} - a_{DM} - a_{VM} + a_{AV} + a_{VG} + a_{TG} - a_{AG} \\ y_3 = a_0 - a_{PM} + a_{DA} + a_{NA} - a_{IA} + a_{AM} - a_{DM} - a_{VM} - a_{AV} + a_{VG} + a_{TG} + a_{AG} \\ y_4 = a_0 + a_{PM} - a_{DA} + a_{NA} + a_{IA} - a_{AM} + a_{DM} - a_{VM} - a_{AV} - a_{VG} + a_{TG} + a_{AG} \\ y_5 = a_0 + a_{PM} + a_{DA} - a_{NA} + a_{IA} + a_{AM} - a_{DM} + a_{VM} - a_{AV} - a_{VG} - a_{TG} + a_{AG} \\ y_6 = a_0 + a_{PM} + a_{DA} + a_{NA} - a_{IA} + a_{AM} + a_{DM} - a_{VM} + a_{AV} - a_{VG} - a_{TG} - a_{AG} \\ y_7 = a_0 - a_{PM} + a_{DA} + a_{NA} + a_{IA} - a_{AM} + a_{DM} + a_{VM} - a_{AV} + a_{VG} - a_{TG} - a_{AG} \\ y_8 = a_0 - a_{PM} - a_{DA} + a_{NA} + a_{IA} + a_{AM} - a_{DM} + a_{VM} + a_{AV} - a_{VG} + a_{TG} - a_{AG} \\ y_9 = a_0 - a_{PM} - a_{DA} - a_{NA} + a_{IA} + a_{AM} + a_{DM} - a_{VM} + a_{AV} + a_{VG} - a_{TG} + a_{AG} \\ y_{10} = a_0 + a_{PM} - a_{DA} - a_{NA} - a_{IA} + a_{AM} + a_{DM} + a_{VM} - a_{AV} + a_{VG} + a_{TG} - a_{AG} \\ y_{11} = a_0 - a_{PM} + a_{DA} - a_{NA} - a_{IA} - a_{AM} + a_{DM} + a_{VM} + a_{AV} - a_{VG} + a_{TG} + a_{AG} \\ y_{12} = a_0 - a_{PM} - a_{DA} - a_{NA} - a_{IA} - a_{AM} - a_{DM} - a_{VM} - a_{AV} - a_{VG} - a_{TG} - a_{AG} \end{cases} \quad (18)$$

Il est courant de retranscrire le système précédent sous forme matricielle :

$$\begin{pmatrix} y_1 \\ y_2 \\ y_3 \\ y_4 \\ y_5 \\ y_6 \\ y_7 \\ y_8 \\ y_9 \\ y_{10} \\ y_{11} \\ y_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 \\ 1 & -1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & -1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & -1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & -1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 \\ 1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 \\ 1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 \\ 1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 & 1 & 1 & -1 & 1 \\ 1 & 1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 & 1 & 1 & -1 \\ 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 & 1 & 1 \\ 1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 & -1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_0 \\ a_{PM} \\ a_{DA} \\ a_{NA} \\ a_{IA} \\ a_{AM} \\ a_{VM} \\ a_{DM} \\ a_{AV} \\ a_{VG} \\ a_{TG} \\ a_{AG} \end{pmatrix} \quad (19)$$

Soit encore sous une forme plus générale :

$$(Y) = (X)(\text{Coefficients}) \quad (20)$$

La matrice (X) est appelée la matrice du modèle. Dans le cas où cette matrice est carrée de rang N, on l'appelle matrice d'Hadamard. Elle permet de vérifier la relation suivante :

$$({}^tX)(X) = N(I_N) \quad (21)$$

Dans cette dernière expression ({}^tX) représente la transposée de la matrice (X) et (I\_N) représente la matrice identité de rang N, nombre d'Hadamard égal à un multiple de 4 (Tab.III). Le nom de Jacques Hadamard (1865-1963), grand mathématicien français, est souvent cité dans la littérature ayant trait aux plans d'expérience lorsque les facteurs ont deux modalités.

Dans le cas présent, le plan d'expérience est saturé : le nombre p d'inconnues à estimer est égal au nombre N de traitements distincts réalisés. Par voie de conséquence, la matrice (X) est une matrice carrée de rang N qu'il convient d'inverser pour estimer le vecteur des coefficients :

$$(\text{Coefficients}) = (X)^{-1}(Y) \quad (22)$$

Lorsque la matrice (X) n'est plus une matrice carrée, c'est-à-dire lorsque N est supérieur à p, il faut recourir à l'écriture matricielle de la méthode des moindres carrés dont la première étape consiste à pré multiplier à gauche les termes de l'équation (20) :

$$({}^tX)(X)(\text{Coefficients}) = ({}^tX)(Y) \quad (23)$$

En utilisant la relation (21) et les propriétés de la matrice identité, on obtient :

$$(\text{Coefficients}) = \frac{1}{N}({}^tX)(Y) \quad (24)$$

Par rapprochement des équations (22) et (24), on déduit immédiatement qu'en présence d'une matrice d'Hadamard, on peut écrire :

$$(X)^{-1} = \frac{1}{N}({}^tX) \quad (25)$$

Cette approche a considérablement facilité l'estimation des coefficients du modèle à l'époque où l'on ne disposait pas de moyens de calcul informatiques. En appliquant la relation (24) pour l'estimation du coefficient  $a_{PM}$  associé au premier facteur, on aboutit à l'expression suivante :

$$a_{PM} = \frac{1}{12}(y_1 + y_2 - y_3 + y_4 + y_5 + y_6 - y_7 - y_8 - y_9 + y_{10} - y_{11} - y_{12}) \quad (26)$$

La réorganisation de cette combinaison linéaire des résultats d'essai permet d'écrire :

$$a_{PM} = \frac{1}{12}[(y_1 + y_2 + y_4 + y_5 + y_6 + y_{10}) - (y_3 + y_7 + y_8 + y_9 + y_{11} + y_{12})] \quad (27)$$

On constate qu'il y a proportionnalité entre l'effet moyen (14) et le coefficient (27) associés à un même facteur. Les trois concepts (Tab.XI) évoqués dans cette présentation de l'analyse mathématique des résultats d'essai conduiront donc à une même interprétation. Dans la pratique, on choisira donc l'approche la plus adaptée en fonction des moyens de calcul dont on dispose.

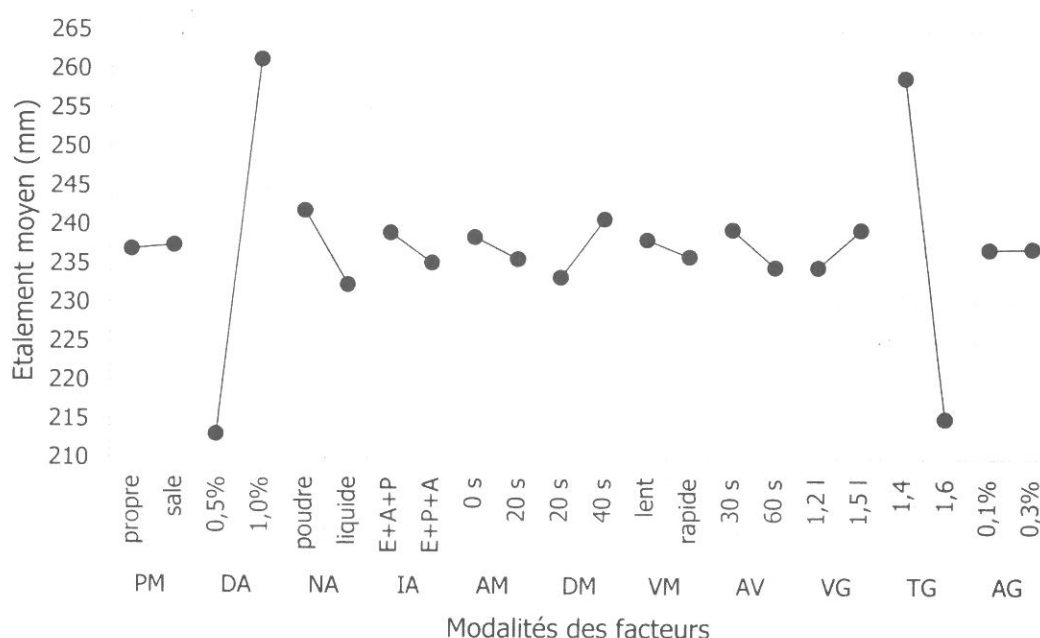
### **Analyse graphique du modèle**

La restitution de la modélisation sous forme graphique favorise les échanges entre les différents participants d'un groupe de travail et facilite souvent l'interprétation des informations obtenues. Il existe différentes formes de restitution de effets moyens des facteurs : les plus courantes sont le tracé des effets et le diagramme de Pareto.

## Tracé des effets

La construction du tracé des effets utilise les étapes de calcul présentées dans la grille de dépouillement. Pour chacun des facteurs, on relie symboliquement par un trait les moyennes des résultats d'essai correspondant à chacune des modalités.

Pour la réponse traduisant la consistance de la gâchée, le tracé des effets (Fig.2) fait ressortir immédiatement les facteurs importants. L'expérience des opérateurs et la connaissance du groupe de travail confirme ce résultat. Ce sont donc les variables de formulation de la gâchée qu'il convient de mettre sous contrôle pour garantir une fluidité donnée, les autres facteurs ayant une action beaucoup moins importante.



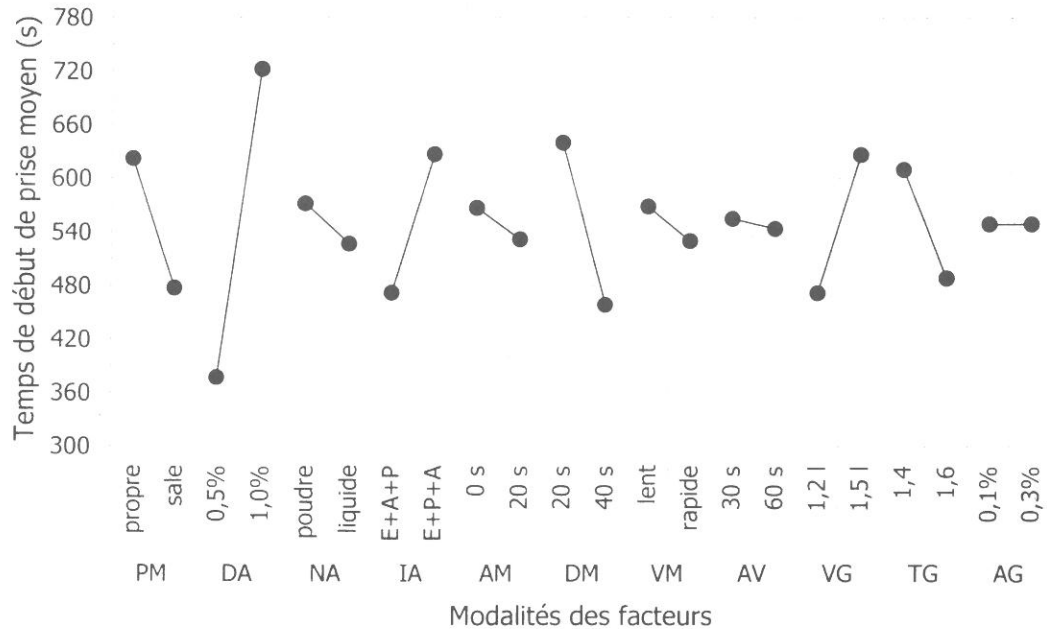
**Figure 2.** Tracé des effets pour l'étalement.

On identifie immédiatement sur ce graphique deux facteurs dont les effets moyens sur l'étalement de la gâchée de plâtre semblent importants : il s'agit du dosage en adjuvant (DA) et du taux de gâchage (TG). Tant que l'on n'a pas atteint le dosage de saturation, toute augmentation du dosage en adjuvant provoque une augmentation de la fluidité de la gâchée. De même, une augmentation du taux de gâchage se traduit par une proportion plus importante des grains de plâtre dans l'eau qui occasionne une perte de fluidité. Les effets moyens des autres facteurs ne paraissent pas significatifs. Ils peuvent toutefois masquer des couplages importants que seuls des traitements complémentaires et un modèle adapté permettraient de déceler.

Pour la réponse traduisant la cinétique d'hydratation, le tracé des effets (Fig.3) est plus difficile à interpréter d'un simple coup d'œil. On distingue cependant trois familles de facteurs en terme d'effet moyen :

- Le dosage en adjuvant présente l'effet moyen le plus important confirmant ainsi que toute augmentation de l'agent de défloculation provoque un retard de prise. Avec un dosage double de celui associé à l'état de référence, le temps de début de prise peut atteindre une quinzaine de minutes. Une immobilisation trop longue des moules provoque ainsi une chute de la productivité et des pertes financières pour l'entreprise.
- Un malaxeur sale tend à réduire le temps de début de prise en raison de la présence de nombreux germes de cristallisation présents alors dans la gâchée. Toutefois, cet effet est du même ordre de grandeur que celui lié au mode d'introduction de l'adjuvant ou à la durée de malaxage : un malaxage long a tendance à accélérer la prise. Il est aussi possible d'associer à cette famille de facteurs le taux de gâchage et le volume de la gâchée.

- Une dernière famille de facteurs présente des effets moyens beaucoup moins importants à savoir la nature de l'adjuvant, le temps d'attente avant malaxage et avant versement, la vitesse de malaxage et enfin le dosage de l'agent anti-gonflement. Si ces faibles effets sont confirmés, il conviendra alors de retenir les modalités les plus économiques pour ces facteurs, afin de respecter le cahier des charges de l'entreprise.



**Figure 3.** Tracé des effets pour le temps de début de prise.

L'interprétation des résultats suggérée par ce type de graphique a été mentionnée dans le corps du texte. Il n'y a pas d'autres démonstrations pour justifier la nécessité d'utiliser, le plus souvent possible, une démarche méthodologique rigoureuse associée à un plan d'expérience, par rapport à la stratégie consistant à étudier un seul facteur à la fois. L'utilisation d'un modèle empirique couplée à un arrangement orthogonal confirme les possibilités d'analyse relativement simple des résultats d'essai et de restitution des effets moyens. Ce type d'approche représente un vecteur de diffusion important des plans d'expérience.

En présence d'un nombre important de facteurs à deux modalités, la construction du diagramme de Pareto peut offrir une alternative intéressante au tracé des effets.

### Diagramme de Pareto

Il est possible de décomposer la variation d'une réponse à partir des contributions apportées par chacun des facteurs dans un modèle. L'écriture polynomiale (16) facilite la définition des contributions d'un facteur  $j$  à partir de la relation suivante :

$$CTR_j = \frac{a_j^2}{\sum_{i=1}^k a_i^2} \quad (28)$$

Les contributions des facteurs sont alors ordonnées par ordre croissant puis représentées sous forme de diagramme en bâton associé à une représentation cumulative.

Le diagramme de Pareto relatif à l'étalement (Fig.4) renforce la prédominance du rôle des facteurs liés à la formulation, à savoir le taux de gâchage et le dosage en adjuvant. A eux seuls, ces deux facteurs expliquent plus de 90% de variation de la réponse à partir d'un modèle additif.



Le diagramme de Pareto relatif au temps de début de prise (Fig.5) distingue nettement le rôle du dosage en adjuvant qui permet d'expliquer à lui seul environ 50% de la variation de la réponse.

Ces différentes restitutions graphiques confirment l'intérêt des plans de criblage afin d'identifier parmi un ensemble de variables de prédiction, celles qui pourront donner lieu à une autre étude, visant par exemple à approfondir les effets moyens des facteurs à l'aide de couplages.

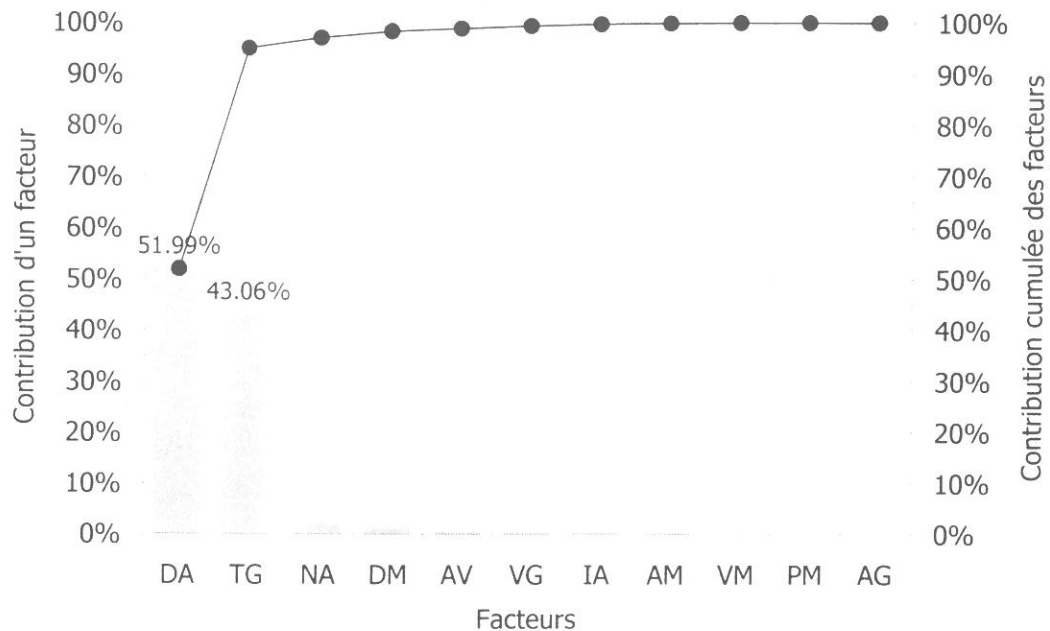
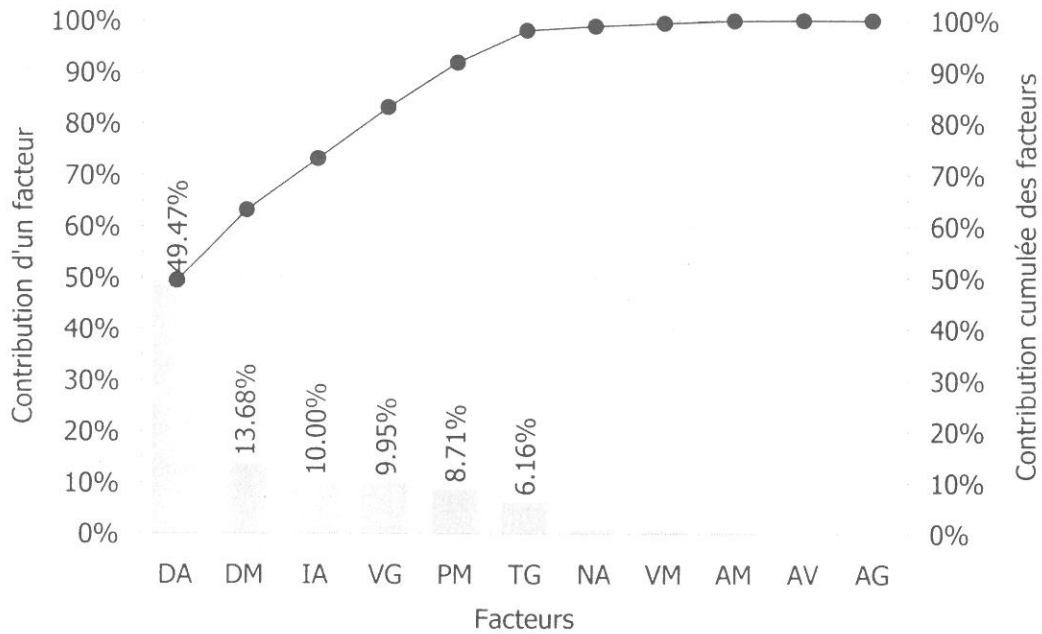


Figure 4. Diagramme de Pareto pour l'étalement.

Le diagramme de Pareto permet d'isoler les facteurs les plus influents à partir de leur contribution. Il ne faut pas oublier toutefois que l'estimation de la contribution d'un facteur résulte de l'analyse d'un modèle. Il convient donc de valider ce modèle à partir de l'expérience du groupe de travail et si besoin à l'aide de quelques traitements complémentaires, avant d'en faire une exploitation industrielle.

Tableau XI. Effets moyens, contrastes et coefficients.

| Facteur                    | Etalement (mm) |           |             | Temps de début de prise (s) |           |             |
|----------------------------|----------------|-----------|-------------|-----------------------------|-----------|-------------|
|                            | Effet moyen    | Contraste | Coefficient | Effet moyen                 | Contraste | Coefficient |
| Propreté du malaxeur       | 0,50           | 3,00      | 0,25        | -144,83                     | -869,00   | -72,42      |
| Dosage en adjuvant         | 48,17          | 289,00    | 24,08       | 345,17                      | 2071,00   | 172,58      |
| Nature de l'adjuvant       | -9,50          | -57,00    | -4,75       | -45,17                      | -271,00   | -22,58      |
| Introduction de l'adjuvant | -3,83          | -23,00    | -1,92       | 155,17                      | 931,00    | 77,58       |
| Attente avant malaxage     | -2,83          | -17,00    | -1,42       | -35,17                      | -211,00   | -17,58      |
| Durée de malaxage          | 7,50           | 45,00     | 3,75        | -181,50                     | -1089,00  | -90,75      |
| Vitesse de malaxage        | -2,17          | -13,00    | -1,08       | -38,50                      | -231,00   | -19,25      |
| Attente avant versement    | -4,83          | -29,00    | -2,42       | -11,50                      | -69,00    | -5,75       |
| Volume de la gâchée        | 4,83           | 29,00     | 2,42        | 154,83                      | 929,00    | 77,42       |
| Taux de gâchage            | -43,83         | -263,00   | -21,92      | -121,83                     | -731,00   | -60,92      |
| Agent anti-gonflement      | 0,17           | 1,00      | 0,08        | 0,17                        | 1,00      | 0,08        |



**Figure 5.** Diagramme de Pareto pour le temps de début de prise.

Le diagramme de Pareto est complémentaire du tracé des effets. Il permet d'isoler, dans le sens de lecture, les facteurs par ordre de contribution décroissante. C'est ainsi que le dosage en adjuvant apparaît comme le facteur à mettre sous contrôle afin de limiter les dysfonctionnements du processus. Seules les contributions des facteurs supérieures à 5% sont spécifiées dans le plan de la figure. Ces contributions proviennent de l'analyse du modèle mathématique.

### **Analyse statistique du modèle**

#### **Objectif de l'analyse statistique du modèle**

L'analyse statistique représente une aide potentielle complémentaire pour le groupe de travail afin d'interpréter les résultats de la modélisation obtenue. Dans le cas présent, l'analyse statistique permet d'identifier les effets probablement significatifs ou actifs.

L'analyse statistique fait appel à la mise en œuvre de tests statistiques, procédures bien définies qui permettent de traduire, à partir d'une probabilité, la pertinence d'un modèle et le caractère significatif des effets moyens qu'il permet d'identifier. Les procédures de construction des tests statistiques renvoient à des hypothèses et nécessitent la connaissance de la variabilité naturelle des résultats d'essai, rarement disponible dans une étude.

Dans les plans de criblage, notamment quand les facteurs présentent deux modalités, le nombre de traitements distincts  $N$  est rarement largement supérieur au nombre  $p$  d'inconnues. Il est donc impossible de mettre en œuvre de façon efficace des tests statistiques permettant d'analyser l'adéquation du modèle et de quantifier un éventuel manque d'ajustement, traduction de la locution anglaise *Lack of Fit*. Par ailleurs, les exigences économiques d'une étude n'autorisent pas souvent les possibilités de répétition du plan d'expérience dans son intégralité. Ceci est d'autant plus vrai quand les mesurages sont longs.

Ces constats ont suscité depuis longtemps le développement de nombreuses méthodes autorisant une approche d'analyse statistique en l'absence de répétition, ce qui se traduit en anglais par la locution *Unreplicated Factorial Designs*.

On présentera dans ce chapitre deux méthodes :

- La méthode de Daniel proposée en 1959 est basée sur une analyse graphique à partir de la valeur absolue des effets moyens et les quantiles de la loi normale.
- La méthode de Lenth proposée en 1989 est basée sur une estimation numérique et itérative d'une pseudo erreur-type à partir des contrastes ou des coefficients.

Toutes ces approches s'appuient sur le principe de Vilfredo Pareto (1848-1923) qui, appliqué aux plans d'expérience, stipule qu'une grande partie (80%) de la variation des résultats d'essai n'est due qu'à un nombre restreint de causes (20%). On suppose donc que seulement quelques facteurs auront un effet moyen probablement actif. L'analyse et l'interprétation des tracés des effets moyens et des diagrammes de Pareto nous permettent de confirmer cette hypothèse, assez facilement dans le cas de l'étalement de la gâchée de plâtre et plus difficilement dans le cas du temps de début de prise.

### Méthode de Daniel

Cette méthode d'analyse repose sur la construction d'un graphique.

On ordonne dans un premier temps la valeur absolue des effets moyens dans un ordre croissant ce qui permet d'obtenir le rang  $i$  de chacune de ces valeurs absolues :

$$i = 1, \dots, k \quad (29)$$

Les valeurs absolues des effets moyens constituent l'axe des abscisses du graphique de Daniel.

On calcule alors la fréquence correspondante à partir de la relation :

$$p = \frac{i - 0,5}{k} \quad (30)$$

L'application de l'inverse noté  $F^{-1}$  de la fonction de répartition de la loi normale centrée réduite, permet d'obtenir les ordonnées correspondantes du graphique, appelées quantiles théoriques semi-normaux, à partir de la relation :

$$F^{-1}\left(\frac{p+1}{2}\right) \quad (31)$$

Si tous les effets moyens sont nuls, le nuage de points s'aligne alors sur une droite passant par l'origine du graphique, la dispersion des points autour de cette droite étant due à la variabilité naturelle des résultats d'essai. Dès qu'il n'y a plus d'alignement, les points qui se détachent de la droite traduisent des facteurs aux effets moyens probablement actifs.

Le graphique de Daniel relatif à l'étalement (Fig.6) fait ressortir l'influence du dosage en adjuvant et du taux de gâchage. La présence de deux facteurs aux effets actifs confirme le principe de Pareto et permet de valider les hypothèses de la méthode.

Le graphique de Daniel relatif au temps de début de prise (Fig.7) est plus délicat à interpréter en raison de la position subjective de la droite partageant le nuage de points. Cette difficulté a déjà été rencontrée lors de l'analyse du tracé des effets (Fig.3) ou du diagramme de Pareto (Fig.5). La méthode de Daniel ne permet pas d'apporter d'informations complémentaires. Les variations constatées (Tab.VIII) lors de l'analyse globale des résultats d'essai confirment cependant la manifestation d'effets. À l'exception peut-être de l'effet moyen du dosage en adjuvant, et à défaut d'autres résultats d'essai et donc d'autres informations disponibles, il est délicat d'apporter une conclusion robuste sur le caractère probablement actif des effets des facteurs. Ceci est lié au non respect des hypothèses de la méthode.

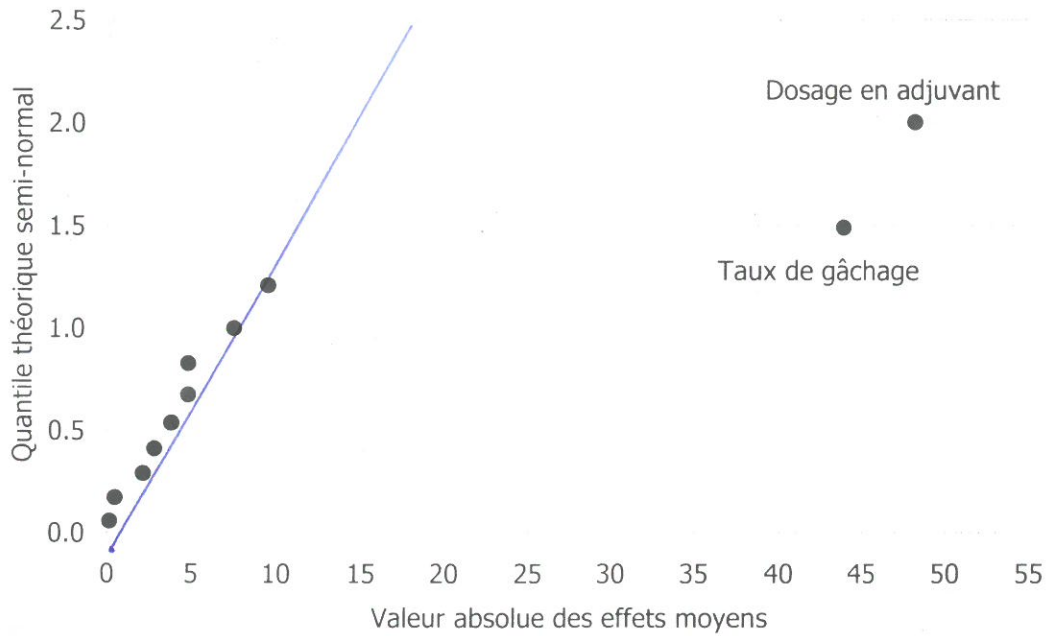


Figure 6. Graphique de Daniel pour l'étalement.

L'axe horizontal indique la valeur absolue des effets moyens des facteurs estimés par exemple à partir de la grille de dépouillement. L'axe vertical traduit la valeur du quantile théorique obtenu à partir de l'inverse de la fonction de répartition de la loi normale centrée réduite définie pour la valeur absolue d'une variable aléatoire. Si les effets moyens calculés représentent seulement la manifestation d'une variable aléatoire et non l'action effective d'un facteur, les points s'alignent sur une droite dans le plan de la figure. Tout écart important à cette droite, dont la construction est laissée à l'initiative des utilisateurs, traduit un effet probablement actif. C'est le cas des variables de prédiction correspondant respectivement au dosage en adjuvant et au taux de gâchage.

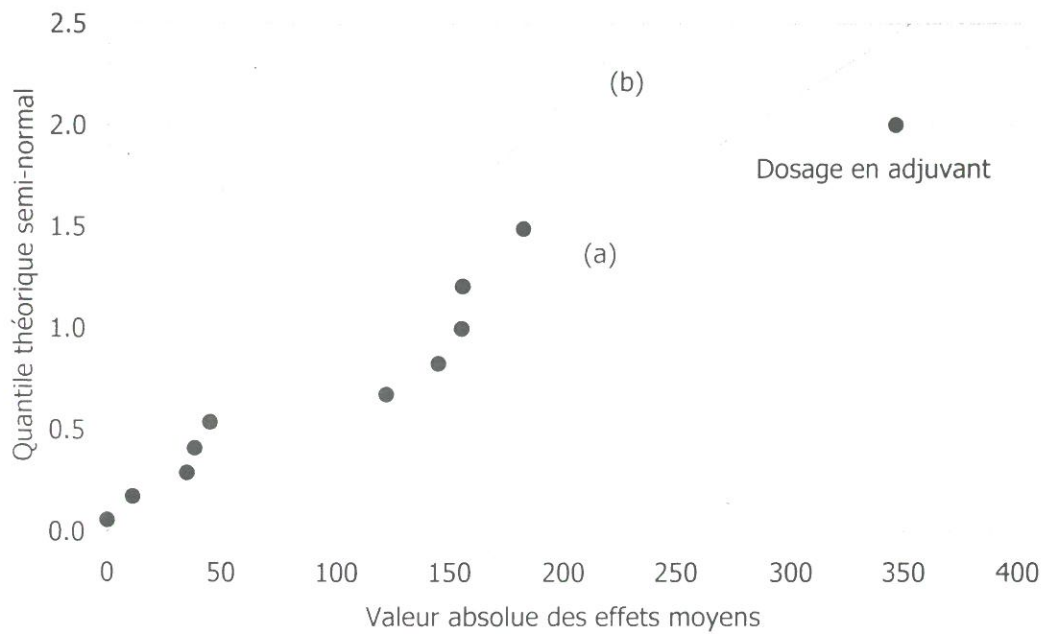


Figure 7. Graphique de Daniel pour le temps de début de prise.

En présence d'un nombre sans doute plus important de facteurs probablement actifs, l'interprétation du graphique de Daniel peut paraître plus délicate. La représentation du nuage de points n'offre pas une distinction aussi nette que dans l'analyse de l'étalement de la gâchée de plâtre. La construction de la droite (a) ou (b) est subjective et laissée libre à l'appréciation des utilisateurs ce qui peut parfois représenter un inconvénient. Il ne faut pas hésiter dans ce cas à revenir aux données initiales et recourir à l'expérience des opérateurs pour conforter les conclusions apportées.

## Méthode de Lenth

La méthode de Lenth est plus récente ; elle consiste à estimer une pseudo erreur-type pour mettre en œuvre un test statistique dont le résultat se traduit sous forme graphique semblable à une carte de contrôle. Initialement appliquée aux estimations des contrastes et des effets moyens, l'application informatisée de cette méthode porte aujourd'hui sur les estimateurs des coefficients.

On va détailler la mise en œuvre de la méthode de Lenth pour l'analyse des coefficients relatifs au modèle associé à l'étude de l'étalement de la gâchée de plâtre (Tab.XI)

On classe les valeurs absolues des coefficients  $a_i$  par ordre croissant :

$$0,08 - 0,25 - 1,08 - 1,42 - 1,92 - 2,42 - 2,42 - 3,75 - 4,75 - 21,92 - 24,08 \quad (32)$$

On définit ensuite la grandeur  $s_0$  à partir de la médiane de ces valeurs absolues :

$$s_0 = 1,5 \text{ médiane} \left| a_i \right| \quad (33)$$

Dans le cas présent, on obtient :

$$s_0 = 3,625 \quad (34)$$

On élimine les coefficients tels que leur valeur absolue soit supérieure à  $2,5 s_0$  ; il reste donc :

$$0,08 - 0,25 - 1,08 - 1,42 - 1,92 - 2,42 - 2,42 - 3,75 - 4,75 \quad (35)$$

En appliquant la même démarche aux coefficients restants, on estime à nouveau  $s_0$  :

$$s_0 = 2,875 \quad (36)$$

Il n'y a plus de coefficients à éliminer. On a atteint ainsi la valeur d'une pseudo erreur-type, désignant l'écart-type sur l'estimation d'un coefficient :

$$\text{PSE} = 1,5 \text{ médiane} \left| a_i \right|_{\left| a_i \right| < 2,5 s_0} \quad (37)$$

Ce dernier résultat est utilisé de façon classique pour construire un intervalle bilatéral de confiance associé aux coefficients dont les limites sont définies par :

$$\text{ME} = \pm t_d^{\alpha/2} \text{ PSE} \quad (38)$$

La valeur du facteur d'élargissement  $t$  dépend d'une part du niveau de signification  $\alpha$  choisi, généralement égal à 5%, et d'autre part du nombre de degré de libertés  $d$  que Lenth définit de façon empirique à partir du tiers du nombre  $m$  de coefficients restants. La valeur du coefficient  $t$  est définie à partir de la loi de Student.

Dans le cas présent :

$$\text{ME} = \pm 9,150 \quad (39)$$

Par ailleurs Lenth propose dans sa méthode la construction d'autres limites à partir d'un nouveau niveau de signification  $\gamma$  défini par :

$$\gamma = \frac{(1 + 0,95^{1/m})}{2} \quad (40)$$

On obtient alors :

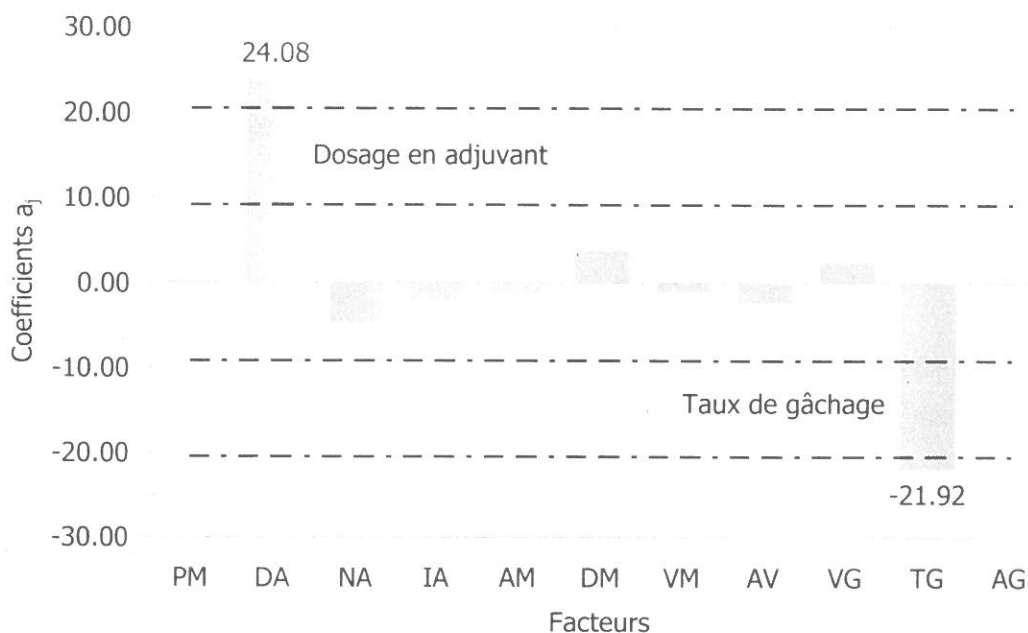
$$\text{SME} = \pm t_d^\gamma \text{ PSE} \quad (41)$$

Soit dans cet exemple :

$$SME = \pm 20,493 \quad (42)$$

Les coefficients  $a_i$  dont les valeurs estimées sont situées à l'extérieur des limites définies par la valeur de SME correspondent à des effets actifs. C'est le cas ici (Fig.8) des effets moyens du dosage en adjuvant et du taux de gâchage. Les coefficients  $a_i$  dont les valeurs estimées sont situées à l'intérieur des limites définies par la valeur de ME correspondent à des effets non actifs.

Entre les deux limites précédentes, il est nécessaire de disposer d'informations complémentaires pour apporter une conclusion et se prononcer sur les effets moyens des facteurs.



**Figure 8.** Méthode de Lenth appliquée à l'analyse des coefficients du modèle pour l'étalement de la gâchée.

Le résultat de la méthode de Lenth peut se traduire sous une forme très voisine de celle des cartes de contrôle pour révéler les facteurs du plan d'expérience dont les effets moyens sont actifs. Cette approche, au même titre que la méthode de Daniel, est d'autant plus pertinente que le nombre d'effets actifs reste faible et respecte le principe énoncé par Pareto.

L'application de la méthode de Lenth pour l'analyse des coefficients relatifs au modèle associé à l'étude du temps de début de prise (Tab.XI) ne permet pas d'identifier des facteurs aux effets moyens actifs. Ce n'est pas pour autant que les résultats de l'analyse mathématique ne sont pas exploitables. Il est nécessaire d'associer à cette analyse les connaissances du groupe de travail.

De nombreuses méthodes existent pour l'analyse des résultats d'essai d'un plan d'expérience en l'absence de répétition. Il ne faut jamais oublier de confronter les conclusions d'un test statistique à la connaissance des experts ou à des traitements de validation.

### **Validation du modèle**

La validation des modèles obtenus est d'autant plus importante que le nombre N de traitements expérimentaux distincts mis en œuvre dans cette étude ne permet pas d'apprécier un manque d'ajustement, le plan d'expérience utilisé étant saturé ( $N=p$ ).

La validation des modèles ne doit pas se limiter à l'application de quelques recommandations d'ordre mathématique ou statistique ; elle doit avant tout être utile aux expérimentateurs.

Il est donc nécessaire de rappeler les objectifs de l'étude et les hypothèses principales qui ont permis la construction du plan d'expérience et l'analyse des résultats d'essai :

- L'objectif de cette étude consistait essentiellement à identifier les facteurs à mettre sous contrôle afin de garantir le maintien de la productivité d'une chaîne de fabrication de produits en plâtre.
- Pour identifier les effets des facteurs dans le domaine expérimental, la méthodologie de la recherche expérimentale a suggéré le recours à un modèle additif sans couplage, le plan d'expérience retenu permettant d'estimer les effets moyens uniquement.
- Pour l'analyse statistique des résultats d'essai, on a supposé que le nombre de facteurs actifs dans l'étude était faible et respectait le principe de Pareto.
- Pour des raisons techniques, l'étude présentée ici traduit la reproduction d'un processus industriel à partir d'un pilote de laboratoire.

La première validation du modèle s'effectue à partir d'une interprétation physique des différents résultats avec les membres du groupe de travail. Dans le cas présent, l'étude a permis de confirmer des phénomènes connus en hiérarchisant toutefois les effets moyens des facteurs et en isolant des facteurs probablement peu actifs.

La mise sous contrôle des facteurs relatifs au dosage des constituants devra être effectuée directement sur la chaîne de fabrication. La validation des effets du dosage en adjuvant et du taux de gâchage fait appel à des observations quotidiennes des données. L'introduction de l'adjuvant doit être maintenue à sa modalité de référence.

La propreté du malaxeur fera l'objet d'une étude particulière tant les enjeux économiques peuvent être importants. Un nettoyage moins fréquent du malaxeur favorise une réduction du temps de début de prise sans dégrader le délai de maniabilité de la gâchée. L'espacement du nettoyage ne doit pas nuire à l'efficacité du malaxage par encrassement.

Si des doutes subsistent après une première période d'observation, on pourra envisager la mise en œuvre d'un plan d'expérience complémentaire permettant d'estimer les couplages pour apporter des précisions sur les effets moyens des facteurs.

Il ne faut jamais oublier qu'un plan de criblage est essentiellement destiné à identifier les facteurs les plus influents dans un domaine expérimental. Des informations complémentaires aussi bien sur d'éventuels couplages que sur la recherche d'un réglage optimal feront appel à des traitements complémentaires, pour la construction de modèles plus adéquats dans des domaines expérimentaux généralement plus restreints.

La validation d'un modèle peut donc conduire à la construction d'un autre plan d'expérience !

## **Conclusion**

Cet exemple complète la présentation du chapitre précédent en illustrant les possibilités d'étude d'un nombre plus important de facteurs et en précisant, avec une approche plus industrielle, les articulations de la démarche méthodologique associée à la construction des plans de criblage et à l'analyse de leurs résultats d'essai.

Cet exemple permet une analyse statistique intéressante des modèles obtenus. Si l'analyse du modèle relatif à l'étalement de la gâchée de plâtre permet de confirmer les conclusions suggérées par l'interprétation du tracé des effets, l'analyse statistique du modèle relatif au temps de début de prise rappelle combien il est nécessaire de confronter les résultats d'essai et l'expertise d'un

groupe de travail aux conclusions d'une analyse. Le non respect des hypothèses d'application des méthodes statistiques pourrait conduire à une interprétation erronée dans le cas présent.

Toutefois, l'association d'une utilisation raisonnée d'outils méthodologiques avec la compétence d'un groupe de travail a permis d'obtenir des informations précieuses à partir de cette étude. Elle a contribué à démystifier l'application des plans d'expérience en milieu industriel et a suggéré la mise en œuvre d'outils complémentaires pour l'amélioration de la qualité.

Comme dans le chapitre précédent, on va compléter cette conclusion par l'énoncé de quelques avantages et de quelques inconvénients associés à la mise en œuvre d'un plan de Plackett et Burman dans le cadre d'un problème de criblage.

### Quelques avantages de la stratégie expérimentale retenue

- Les étapes de la démarche méthodologique permettent d'instruire séquentiellement le problème avec la participation des membres d'un groupe de travail. Chacune des étapes peut donner lieu à la rédaction d'une courte note, précisant les décisions prises par le groupe pour la poursuite de l'étude. Ces informations permettent par la suite une capitalisation de l'étude et de ses résultats ; elles pourront faciliter la vulgarisation de la méthode à partir d'un exemple bien documenté.
- L'ensemble des traitements nécessaires pour l'estimation des inconnues du modèle est connu à l'avance. Certains traitements peuvent être critiqués par les opérateurs en terme de difficulté de mise en œuvre. Une redéfinition de l'affectation des facteurs dans les colonnes de la matrice d'expérience est toujours possible pour contourner les éventuels problèmes liés à l'expérimentation.
- Dès lors que les facteurs ne présentent que deux modalités et que l'objectif d'une étude se limite au criblage des facteurs, les plans de Plackett et Burman offrent des solutions économiques du point de vue du nombre de traitements expérimentaux à réaliser. La construction du plan d'expérience est facile et ne nécessite pas de moyens informatiques particuliers y compris pour l'analyse des résultats d'essai.
- La restitution des résultats d'essai sous une forme graphique facilite les interprétations et favorise les échanges dans un groupe de travail. Elle confirme encore une fois l'intérêt de l'utilisation des plans d'expérience avec le recours à un modèle additif.
- Il existe des méthodes statistiques d'analyse des résultats d'essai, y compris lorsqu'on ne dispose pas de répétition complète du plan d'expérience. Toutefois, la mise en œuvre de ces méthodes fait appel à des hypothèses qu'il convient de vérifier.

### Quelques inconvénients de la stratégie expérimentale retenue

- Les plans de Plackett et Burman imposent, au même titre que d'autres plans d'expérience, plusieurs modifications de modalités entre chaque traitements expérimentaux. Cette approche ne correspond pas à ce que l'on constate spontanément dans la démarche d'un expérimentateur. Il est donc nécessaire de limiter les risques d'erreur en rédigeant des fiches d'essai bien renseignées. Un contrôle de la mise en œuvre des différents facteurs est souvent souhaitable, en particulier en présence d'un nombre important de facteurs. Toute erreur dans la réalisation du plan d'expérience conduit à la perte des propriétés d'orthogonalité et complique l'analyse des résultats d'essai.
- Les résultats d'essai ne permettent d'obtenir les éléments de l'information recherchée qu'à partir du modèle. Il est donc nécessaire de réaliser l'ensemble des  $N$  traitements



expérimentaux pour identifier les facteurs les plus influents. Quand la réalisation de l'expérimentation est longue, il est nécessaire de faire part régulièrement de l'avancement du plan d'expérience au groupe de travail afin de maintenir sa motivation. Les traitements considérés comme étant les plus délicats à mettre en œuvre par les expérimentateurs peuvent être réalisés en priorité afin de valider le choix des combinaisons des modalités.

- La nécessité d'utiliser des réponses quantitatives en tant que résultat d'essai limite parfois l'utilisation des plans d'expérience. Il est en effet souvent délicat de recoder une variable qualitative en une grandeur quantitative. Dans certains secteurs d'activité, le recours à une échelle sensorielle adaptée permet de contourner cette difficulté.
- L'analyse des résultats d'essai est réalisée pour chacune des réponses. Aussi paradoxal que cela puisse paraître, il n'existe pas de méthodes pleinement satisfaisantes pour comparer les effets moyens des facteurs d'une réponse à l'autre, ces derniers étant exprimés dans des unités différentes et/ou représentant des grandeurs différentes. L'analyse des effets moyens relatifs, exprimant un pourcentage de variation, peut être délicate notamment lorsqu'une réponse peut prendre des valeurs positives et négatives. Il reste alors le recours à des méthodes d'analyse multidimensionnelle des données, méthodes souvent jugées compliquées à mettre en œuvre. La synthèse des analyses d'un nombre important de réponses est donc parfois délicate à réaliser.
- L'utilisation des plans de Plackett et Burman ne correspond pas à la définition de modèles empiriques permettant d'identifier tout ou partie des couplages entre les effets des facteurs, contrairement aux plans factoriels fractionnés de type  $2^{k+r}$ . On ressent parfois une certaine frustration dans un groupe de travail quand, pour des raisons économiques, on privilégie l'étude des effets moyens d'un nombre important de facteurs, au moins dans un premier temps, par rapport à l'étude de certains couplages dont l'existence n'est pas systématiquement justifiée. Cela se traduit de façon regrettable par une moins grande diffusion des plans de criblage, notamment dans la littérature anglo-saxonne, à l'exception des ouvrages consacrés à la méthode Taguchi. Les logiciels font souvent un cas particulier des plans de Plackett et Burman.

### **Quelques éléments de bibliographie**

Le lecteur trouvera ci-après quelques éléments de bibliographie commentés pour compléter son information sur les plans de Plackett et Burman et la mise en œuvre de techniques statistiques en l'absence de répétition.

#### **Articles**

PLACKETT R.L., BURMAN J.P., The design of optimum multifactorial experiments, *Biometrika*, 1946, Vol.33, 305-325.

C'est dans cet article que l'on trouve les lignes génératrices et les différents principes de construction des plans de Plackett et Burman. L'article va d'ailleurs bien au delà ces simples présentations ; il étend le principe de construction pour un nombre de modalités plus important. Ces dispositifs expérimentaux sont rarement utilisés en milieu industriel compte-tenu du nombre important de traitements imposés. Cet article est à l'origine de nombreux développements sur le thème des plans multifactoriels.

HEDAYAT A., WALLIS W.D., Hadamard matrices and their applications, *Annals of Statistics*, 1978, Vol.6, 1184-1238.

Cet article représente le complément de l'article de Plackett et Burman et généralise la construction des plans multifactoriels jusqu'à  $N=200$ . De tels développements mathématiques trouvent aujourd'hui des applications lors de la mise en œuvre de plans d'expérience numériques ou lors de la mise en œuvre de dispositifs expérimentaux supersaturés.

DANIEL C., Use of half-normal plots in interpreting factorial two-level experiments, *Technometrics*, 1959, Vol.1, N°4, 311-341.

Cet article est consacré à l'analyse des plans d'expérience destinés à l'étude des facteurs en l'absence de répétition. L'auteur renvoie à l'utilisation de papier spécifique pour la construction du graphique associé à la méthode qu'il est très facile de construire aujourd'hui à partir d'un tableur informatique. La méthode de Daniel est également disponible dans la majorité des logiciels d'analyse des résultats d'essai provenant d'un plan de criblage.

LENTH R.V., Quick and easy analysis of unreplicated factorials, *Technometrics*, 1989, Vol.31, N°4, 469-473.

Bien que rarement disponible dans les logiciels, la méthode de Lenth offre une approche complémentaire à la méthode proposée par Daniel. Paradoxalement, la mise en œuvre de la méthode ne nécessite pas d'outils informatiques particuliers. La restitution de l'analyse statistique du modèle sous une forme voisine de celle des cartes de contrôle permet une identification rapide des facteurs aux effets actifs.

BOX G.E.P., MEYER R.D., An analysis for unreplicated fractional factorials, *Technometrics*, 1986, Vol.28, N°1, 11-18.

La méthode décrite dans cet article n'a pas été utilisée dans ce chapitre, mais il est intéressant de la signaler aux lecteurs. Pour distinguer les facteurs aux effets actifs des facteurs aux effets inertes, les auteurs utilisent l'approche dite bayésienne dont la mise en œuvre nécessite un outil informatique. Il est fort vraisemblable que cette approche sera intégrée aux logiciels spécialisés pour la construction et l'analyse des plans d'expérience dans les années à venir. La méthode est illustrée à partir de 4 exemples de la littérature.

WILLIAMS K.R., Solving research problems, *Rubber Age*, 1968, 65-71.

Les lecteurs avides de nouveaux exemples trouveront dans cette publication la présentation d'un plan de Plackett et Burman permettant l'estimation des effets moyens de 24 facteurs avec un nombre de traitements distincts égal à 28 ! Il s'agit d'une étude ayant trait aux adhésifs dans laquelle les facteurs ont été regroupés en trois grandes familles : la formulation de l'adhésif, les conditions de fabrication et les conditions d'essai.

BARRENTINE L.B., Illustration of confounding in Plackett-Burman designs, *Quality Engineering*, 1996-97, Vol.9, N°1, 11-20.

La lecture de cet article intéressera le public déjà sensibilisé aux problèmes de résolution dans les plans factoriels fractionnés de type  $2^{k-r}$ , ce qui dépasse le cadre d'un ouvrage de vulgarisation.

## Normes

AFNOR, FD X 06-080, Application de la statistique, Plan d'expériences, Vocabulaire et indications générales, Afnor, Ed. Paris, Novembre 1989, 25 pages.

Ce fascicule de documentation a été le premier à proposer un vocabulaire commun pour l'application des plans d'expérience. Même si l'on déroge parfois à l'utilisation de ce vocabulaire, ce document constitue un guide intéressant à consulter pour trouver des définitions concises. Il ne faut pas hésiter à compléter parfois ces définitions par la lecture du document proposé dans les normes ISO et référencé ci-après.

ISO TC 69/SC 1, ISO/FDIS 3534-3, Statistique, Vocabulaire et symboles, Partie 3 : Plans d'expérience, ISO, Ed. Genève, 1998, 34 pages.

Le développement des plans d'expérience et leur déploiement dans le monde industriel a suscité la création de normes ou de fascicules de documentation normatifs visant essentiellement à préciser le vocabulaire associé à la démarche méthodologique. Régulièrement mise à jour, cette norme présente de façon structurée la définition en langue anglaise et en langue française des principaux termes spécifiques repris dans ce chapitre.

## Livres

BENOIST D., Notions sur les plans d'expériences, Technip, Ed. Paris, 1974, 135 pages.

Cet ouvrage est généralement peu connu du public. On trouve cependant en annexe la présentation d'une méthode générale de construction des plans multifactoriels, permettant d'obtenir par permutation circulaire

des arrangements orthogonaux symétriques et asymétriques. Des présentations à la fois concises et précises des méthodes mathématiques et statistiques d'analyse des résultats d'essai constituent plusieurs chapitre du livre. Malheureusement, aucun exemple industriel n'est présenté.

BENOIST D., TOURBIER Y., GERMAIN-TOURBIER S., Plans d'expériences : construction et analyse, Lavoisier, 1994, 700 pages.

Cet imposant ouvrage en langue française complète la référence précédente mais se limite essentiellement à la définition des plans d'expérience pour l'étude des facteurs. On y trouve une présentation très détaillée de la construction des plans multifactoriels basée sur des arrangements orthogonaux. Des tableaux pragmatiques permettent de converger rapidement vers le dispositif expérimental le plus adapté en fonction du domaine expérimental et du modèle postulé. On regrettera toutefois un nombre insuffisant d'exemples pour illustrer les propos des auteurs. Il faut absolument conseiller la consultation du guide de lecture avant de pénétrer dans les chapitres de l'ouvrage. On pourra recommander ce livre aux lecteurs désirant se spécialiser dans la construction des arrangements orthogonaux.

ALEXIS J., ALEXIS P., Pratique industrielle des plans d'expériences – La qualité à moindre coût : l'approche Taguchi, Afnor, Ed. Paris, 1999, 276 pages.

Le titre du livre positionne la présentation des plans d'expérience dans un contexte industriel. Les auteurs sont des fervents promoteurs de la méthode Taguchi qu'ils illustrent à partir d'exemples. Deux de ces exemples sont basés sur l'utilisation de l'arrangement orthogonal  $L_{12}(2^{11})$ , transcription dans la méthode Taguchi du plan d'expérience proposé par Plackett et Burman. Ce livre permet donc de découvrir des applications complémentaires, essentiellement dans le domaine de la plasturgie, et d'appliquer la méthode d'analyse des résultats basée sur le concept du rapport Signal/Bruit. Le lecteur trouvera également en appendice de nombreux arrangements orthogonaux. Cet ouvrage en langue française constitue une excellente initiation à la méthode Taguchi.

- y

|    | Lentille | Vitesse | Mélange | Puissance | Diamètre | Epaisseur | Soufflures |
|----|----------|---------|---------|-----------|----------|-----------|------------|
| 1  | L1       | 200     | 30      | 650       | 5        | 1.24      | 7          |
| 2  | L1       | 300     | 50      | 750       | 15       | 1.54      | 28         |
| 3  | L2       | 200     | 50      | 750       | 15       | 1.54      | 28         |
| 4  | L2       | 300     | 30      | 750       | 15       | 1.54      | 41         |
| 5  | L2       | 300     | 50      | 650       | 15       | 1.54      | 46         |
| 6  | L2       | 300     | 50      | 750       | 5        | 1.54      | 39         |
| 7  | L2       | 300     | 50      | 750       | 15       | 1.24      | 21         |
| 8  | L2       | 300     | 30      | 650       | 5        | 1.24      | 24         |
| 9  | L2       | 200     | 50      | 650       | 5        | 1.24      | 11         |
| 10 | L2       | 200     | 30      | 750       | 5        | 1.24      | 19         |
| 11 | L2       | 200     | 30      | 650       | 15       | 1.24      | 13         |
| 12 | L2       | 200     | 30      | 650       | 5        | 1.54      | 45         |
| 13 | L1       | 300     | 50      | 650       | 5        | 1.24      | 12         |
| 14 | L1       | 300     | 30      | 750       | 5        | 1.24      | 20         |
| 15 | L1       | 300     | 30      | 650       | 15       | 1.24      | 14         |
| 16 | L1       | 300     | 30      | 650       | 5        | 1.54      | 44         |
| 17 | L1       | 200     | 50      | 750       | 5        | 1.24      | 7          |
| 18 | L1       | 200     | 50      | 650       | 15       | 1.24      | 1          |
| 19 | L1       | 200     | 50      | 650       | 5        | 1.54      | 33         |
| 20 | L1       | 200     | 30      | 750       | 15       | 1.24      | 8          |
| 21 | L1       | 200     | 30      | 750       | 5        | 1.54      | 27         |
| 22 | L1       | 200     | 30      | 650       | 15       | 1.54      | 34         |

Matrice d'expériences

|    | A  | B  | C  | D  | E  | F  |
|----|----|----|----|----|----|----|
| 1  | -1 | -1 | -1 | -1 | -1 | -1 |
| 2  | -1 | 1  | 1  | 1  | 1  | 1  |
| 3  | 1  | -1 | 1  | 1  | 1  | 1  |
| 4  | 1  | 1  | -1 | 1  | 1  | 1  |
| 5  | 1  | 1  | 1  | -1 | 1  | 1  |
| 6  | 1  | 1  | 1  | 1  | -1 | 1  |
| 7  | 1  | 1  | 1  | 1  | 1  | -1 |
| 8  | 1  | -1 | -1 | -1 | -1 | -1 |
| 9  | 1  | -1 | 1  | -1 | -1 | -1 |
| 10 | 1  | -1 | -1 | 1  | -1 | -1 |
| 11 | 1  | -1 | -1 | -1 | 1  | -1 |
| 12 | 1  | -1 | -1 | -1 | -1 | 1  |
| 13 | -1 | 1  | 1  | 1  | -1 | -1 |
| 14 | -1 | 1  | -1 | 1  | -1 | -1 |
| 15 | -1 | 1  | -1 | -1 | 1  | -1 |
| 16 | -1 | 1  | -1 | -1 | -1 | 1  |
| 17 | -1 | -1 | 1  | 1  | -1 | -1 |
| 18 | -1 | -1 | 1  | -1 | 1  | -1 |
| 19 | -1 | -1 | 1  | -1 | -1 | 1  |
| 20 | -1 | -1 | -1 | 1  | 1  | -1 |
| 21 | -1 | -1 | -1 | 1  | -1 | 1  |
| 22 | -1 | -1 | -1 | -1 | 1  | 1  |

| Réponse |
|---------|
| 7       |
| 28      |
| 28      |
| 41      |
| 46      |
| 39      |
| 21      |
| 24      |
| 11      |
| 19      |
| 13      |
| 45      |
| 12      |
| 20      |
| 14      |
| 44      |
| 7       |
| 1       |
| 33      |
| 8       |
| 27      |
| 34      |

Matrice du modèle

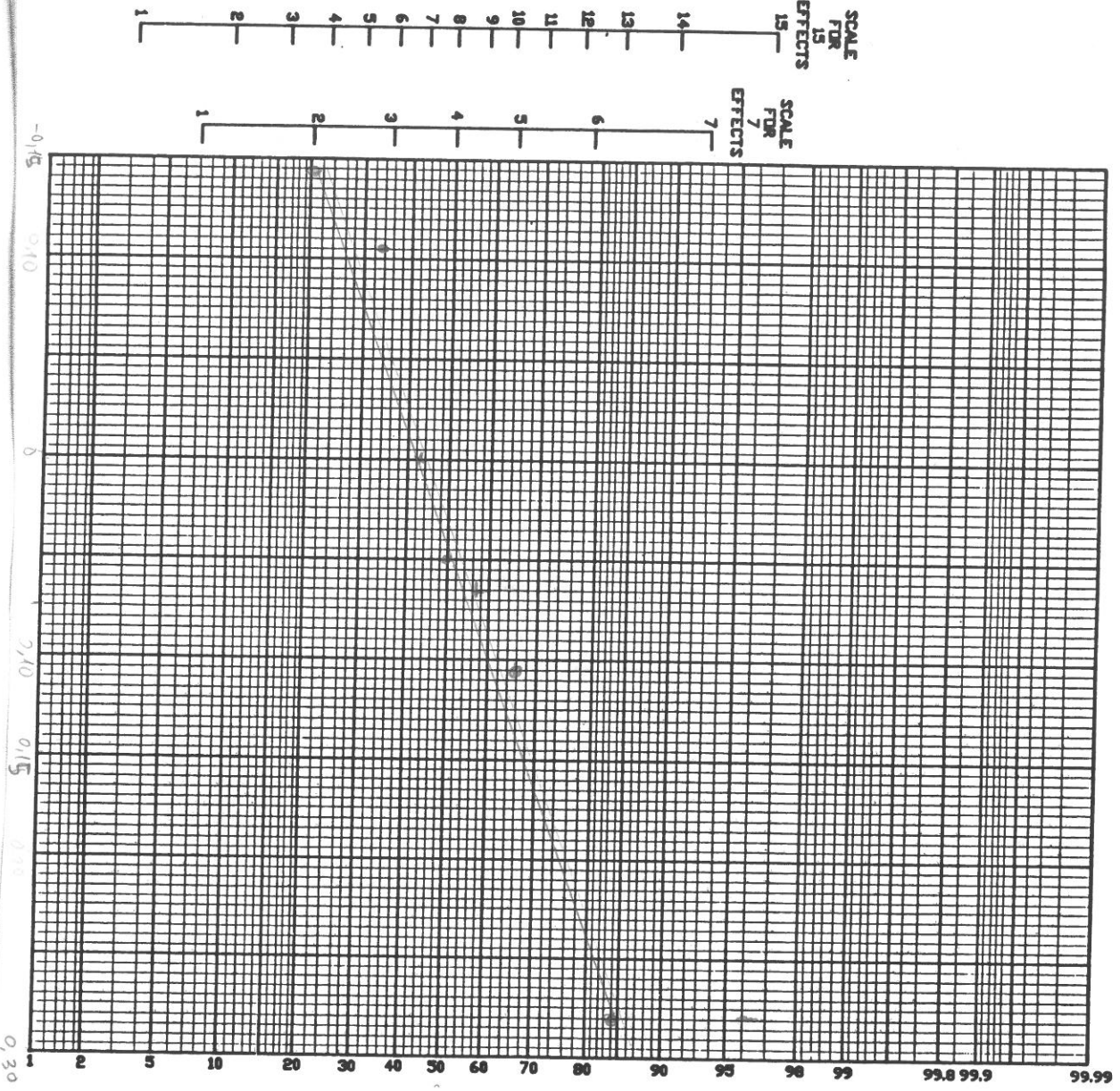
|    | Cte | A  | B  | C  | D  | E  | F  | AB | AC | AD | AE |
|----|-----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|
| 1  | 1   | -1 | -1 | -1 | -1 | -1 | -1 | 1  | 1  | 1  | 1  |
| 2  | 1   | -1 | 1  | 1  | 1  | 1  | 1  | -1 | -1 | -1 | -1 |
| 3  | 1   | 1  | -1 | 1  | 1  | 1  | 1  | -1 | 1  | 1  | 1  |
| 4  | 1   | 1  | 1  | -1 | 1  | 1  | 1  | 1  | -1 | 1  | 1  |
| 5  | 1   | 1  | 1  | 1  | -1 | 1  | 1  | 1  | 1  | -1 | 1  |
| 6  | 1   | 1  | 1  | 1  | 1  | -1 | 1  | 1  | 1  | 1  | -1 |
| 7  | 1   | 1  | 1  | 1  | 1  | 1  | -1 | 1  | 1  | 1  | 1  |
| 8  | 1   | 1  | 1  | -1 | -1 | -1 | -1 | 1  | -1 | -1 | -1 |
| 9  | 1   | 1  | -1 | 1  | -1 | -1 | -1 | -1 | 1  | -1 | -1 |
| 10 | 1   | 1  | -1 | -1 | 1  | -1 | -1 | -1 | -1 | 1  | -1 |
| 11 | 1   | 1  | -1 | -1 | -1 | 1  | -1 | -1 | -1 | -1 | 1  |
| 12 | 1   | 1  | -1 | -1 | -1 | -1 | 1  | -1 | -1 | -1 | -1 |
| 13 | 1   | -1 | 1  | 1  | -1 | -1 | -1 | -1 | -1 | 1  | 1  |
| 14 | 1   | -1 | 1  | -1 | 1  | -1 | -1 | -1 | 1  | -1 | 1  |
| 15 | 1   | -1 | 1  | -1 | -1 | 1  | -1 | -1 | 1  | 1  | -1 |
| 16 | 1   | -1 | 1  | -1 | -1 | -1 | 1  | -1 | 1  | 1  | 1  |
| 17 | 1   | -1 | -1 | 1  | 1  | -1 | -1 | 1  | -1 | -1 | 1  |
| 18 | 1   | -1 | -1 | 1  | -1 | 1  | -1 | 1  | -1 | 1  | -1 |
| 19 | 1   | -1 | -1 | 1  | -1 | -1 | 1  | 1  | -1 | 1  | 1  |
| 20 | 1   | -1 | -1 | -1 | 1  | 1  | -1 | 1  | 1  | -1 | -1 |
| 21 | 1   | -1 | -1 | -1 | 1  | -1 | 1  | 1  | 1  | -1 | 1  |
| 22 | 1   | -1 | -1 | -1 | -1 | -1 | 1  | 1  | 1  | 1  | -1 |

Inverse de la matrice du modèle

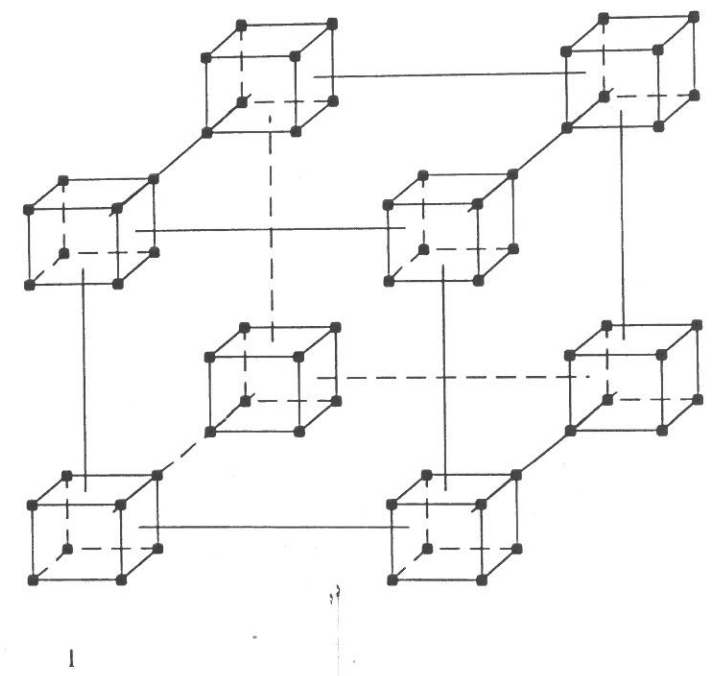
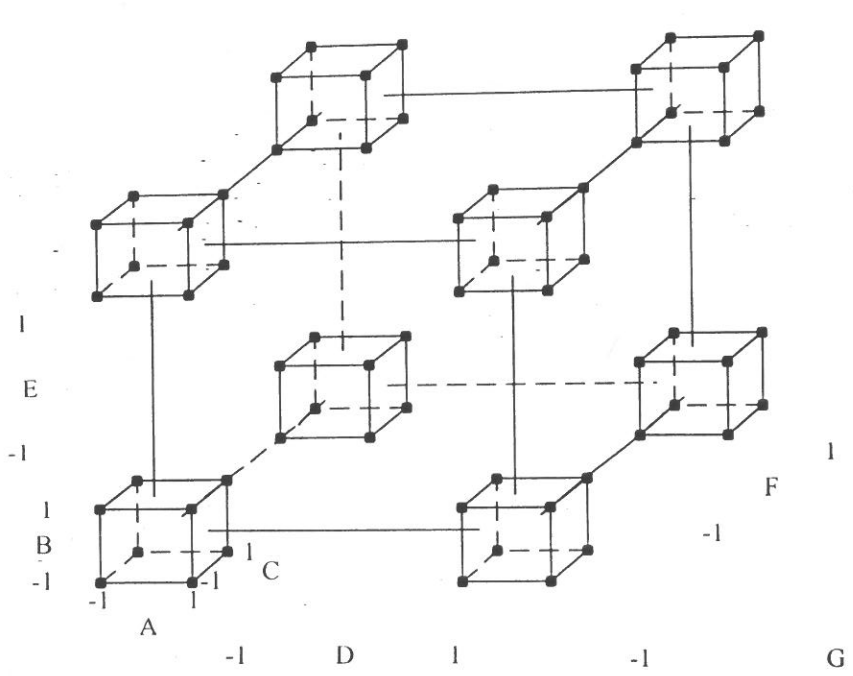
|        |        |        |        |        |        |        |        |        |        |        |        |        |
|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| - 1/20 | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   |
| - 1/20 | - 7/60 | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   |
| - 1/20 | 1/20   | - 7/60 | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | - 1/30 | - 1/30 | - 1/30 |
| - 1/20 | 1/20   | 1/20   | - 7/60 | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | - 1/30 | 1/20   | - 1/30 | - 1/30 |
| - 1/20 | 1/20   | 1/20   | 1/20   | - 7/60 | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | - 1/30 | - 1/30 | 1/20   | - 1/30 |
| - 1/20 | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | - 7/60 | 1/20   | 1/20   | 1/20   | - 1/30 | - 1/30 | - 1/30 | 1/20   |
| - 1/20 | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | 1/20   | - 7/60 | 1/20   | 1/20   | - 1/30 | - 1/30 | - 1/30 | - 1/20 |
| 1/20   | - 1/20 | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | 7/60   | - 1/20 | - 1/20 | - 1/20 |
| 1/20   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 7/60   | - 1/20 | - 1/20 |
| 1/20   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | - 1/20 | 7/60   | - 1/20 |
| 1/20   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | - 1/20 | - 1/20 | 7/60   |
| 1/20   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | - 1/20 | - 1/20 | 1/30   |
| 1/20   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   |
| 1/20   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | - 1/20 |
| 1/20   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | 1/30   |
| 1/20   | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   |
| 1/20   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 |
| 1/20   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 |
| 1/20   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   |
| 1/20   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   |
| 1/20   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | - 1/20 | 1/30   | 1/30   | 1/30   | 1/30   | - 1/20 |

*tab avec 22 inconnus.*



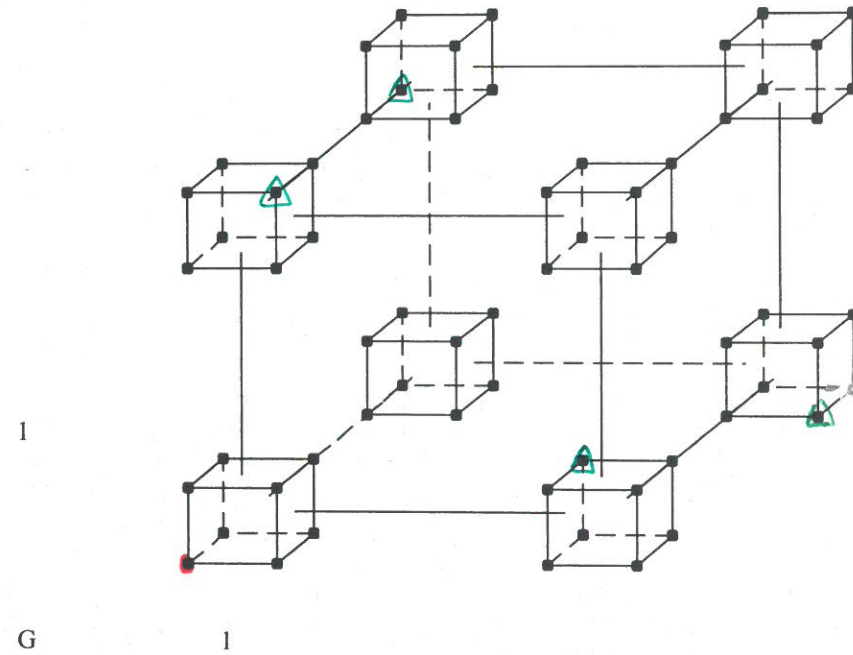
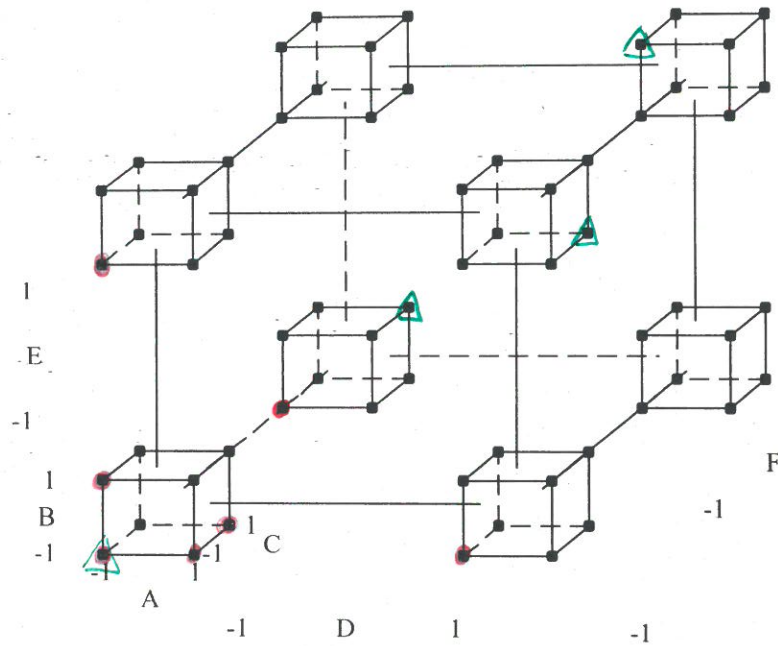


# Factorial Design





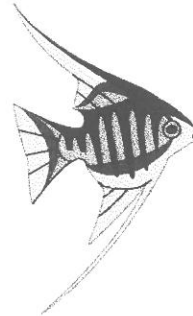
# Factorial Design



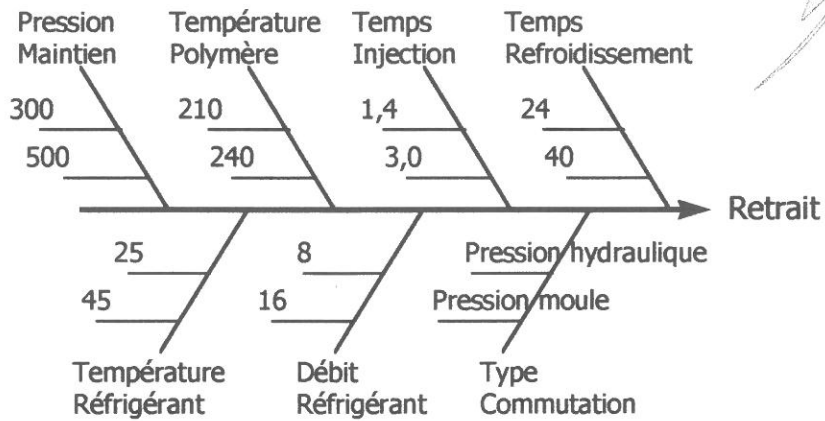
• un facteur à la fois.

△ Plackett et Burman

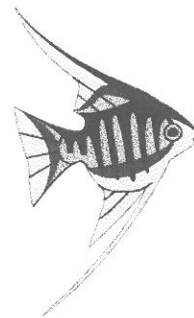
## Définition des facteurs



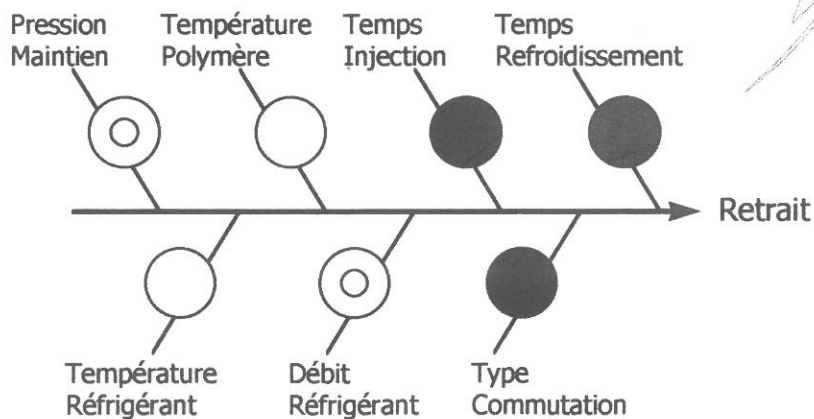
► k=7 facteurs «qualitatifs»

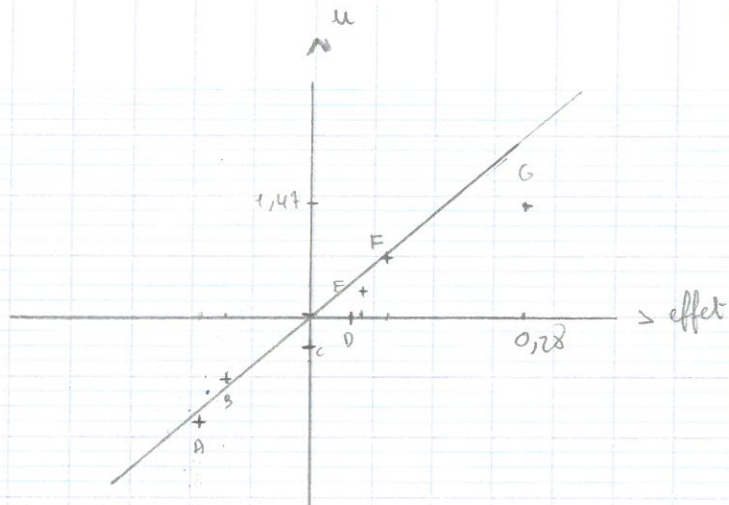


## Définition des facteurs



► k=7 facteurs «qualitatifs»





5) on regarde les fs significatifs

Si non on peut utiliser un graphique de gaussienne métrique.

# Plan de Retschschaffner

## I Introduction

Procédé de soudure laser. Comment corriger un modèle pour palier au manque d'additivité des effets des facteurs.

On continue d'écrire 1 modèle additive:

$$Y = \mu + \sum_{i=1}^k W_i + \sum_{i,j} C_{ij}$$

(couplage ("interact°"))

## II objectif

Comprendre le rôle des facteurs ds l processus de soudure laser sur l réponse qui est le nbr de soufflure  $Y$ .

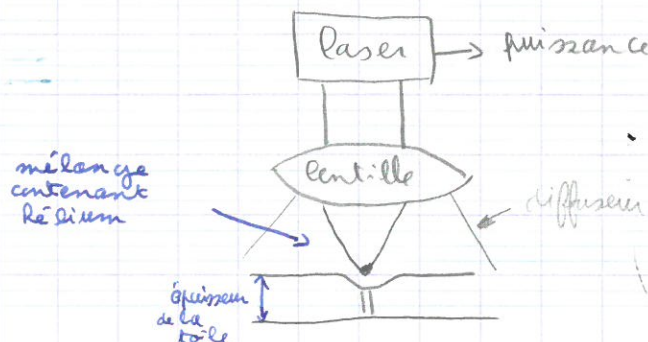
## III Stratégie

Consiste à avoir recours à 1 modèle empirique

## IV Facteurs

Définir les facteurs. Il y a 6 facteurs  $k=6$  chacun des facteurs sont limités à 2 modalités  $m_i=2$

Plan



Puissance 650W - 750W

Marque dentille Marque 1 - Marque 2

diamètre de diffusion 5mm - 15mm

vitesse de déplacement de la pièce 200 mm/min - 300 mm/min

% Hélium 30% - 50%

Epaisseur 1,24 mm - 1,54 mm

On va faire 1 grille de dépouillem<sup>t</sup> pour chacun des facteurs

|     | efficacité<br>supposée<br>1-10 | Besoin<br>d'informat <sup>n</sup><br>1-10 | Fiabilité<br>Coût temps<br>1-10 | Indice de<br>priorité<br>(produit des notes) 1-1000 |
|-----|--------------------------------|---|---------------------------------|---|
| A   | 10                             | 10  | 8                               | 800   |
| B   | 5                              | 5   | 5                               | 125   |
| C   | 1                              | 10  | 10                              | 100   |
| D   |                                |   |                                 |   |
| E   | efficacité<br>supposée<br>1-10 |   |                                 |   |
| ... |                                |   |                                 |   |

## IV Domaine

C'est le nombre total de combinaisons possibles

$$N_{\text{tot}} = 2^6 = 64$$

## VI Modèle

Précédemment on utilisait le modèle additif.

$$Y = c_0 + \sum_{i=1}^k W_i$$

$$P = c_0 + \sum_{i=1}^k (m_i - 1)$$

Mais ici on utilise un modèle + performant

$$Y = c_0 + \sum_{i=1}^k W_i + \sum_{j \neq i} C_{ij}$$

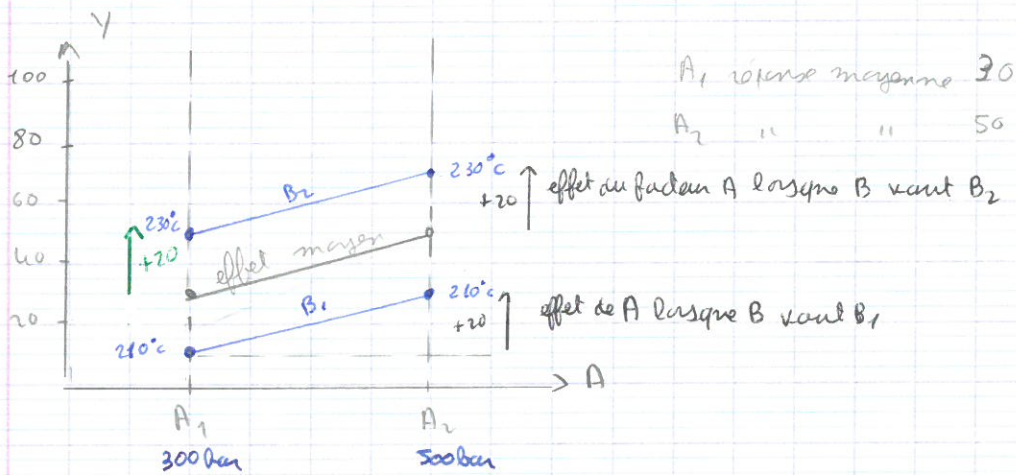
effet moyen

↙  
couplage entre les  
effets des facteurs  $i$  et  $j$

$$P = d + \sum_{i=1}^k (m_i - 1) + \sum_{\substack{i \neq j \\ i, j=1}}^{n_{\text{couplage}}} (m_i - 1)(m_j - 1)$$

1) Qu'est ce qu'un couplage

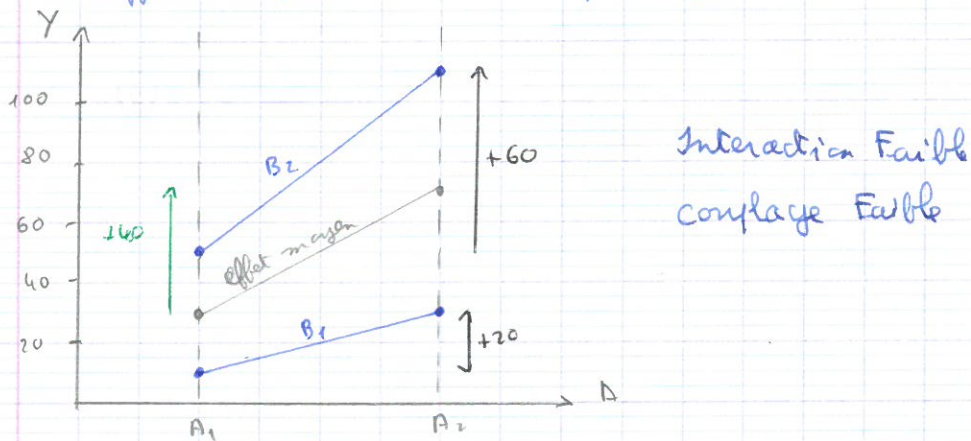
①



Ras d'interact°, Ras de couplage.

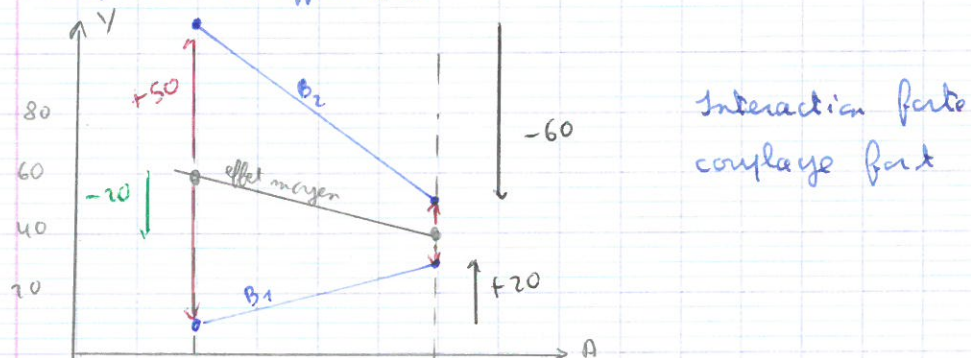
L'effet moyen est représentatif de l'effet réel du facteur A

②



Le signe de l'effet moyen est représentatif du signe des effets réels, mais l'amplitude de l'effet moyen n'est pas représentative de l'amplitude des effets réels

③



Le signe de l'effet moyen n'est pas représentatif du signe des effets réels, l'amplitude de l'effet moyen n'est pas représentative de l'amplitude des effets réels

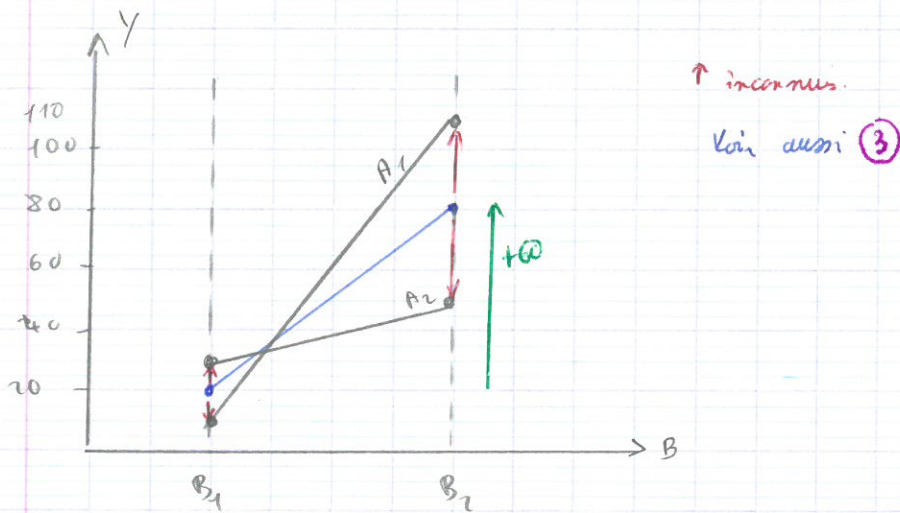
La présence d'interact' fait remettre souvent en cause l'adéquation du modèle  $Y = d_0 + \sum w_i$

## 2) Combien y a-t-il de couplage?

$$C_2^k = \frac{k!}{2!(k-2)!} = \frac{k(k-1)}{2}$$

ex:  $k=2$       1 couplage  
 $k=3$       3 couplages  
 $k=6$       15 couplages  
 $k=11$       55 couplages

## 3) Nombre d'inconnues pour l'estimation d'1 couplage



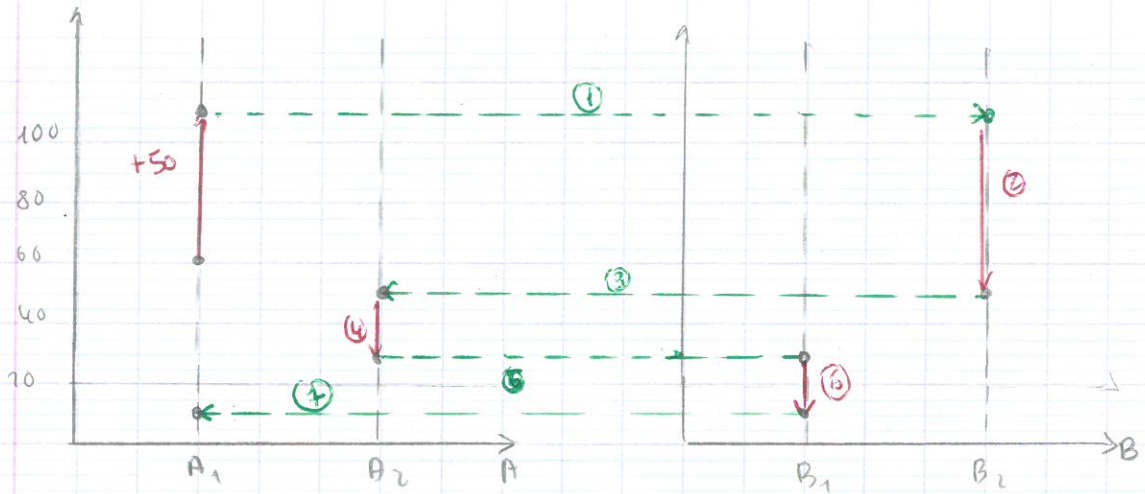
Un premier plan d'expérience nous a permis de dire que l'effet moyen de A valait -20 et l'effet moyen de B vaut +60 à partir du

modèle  $Y = d_0 + W_A + W_B$

Pi passer des effets moyens aux effets réels combien d'inconnues faut-il?  
 " " " " " " " " il faut déterminer la valeur ↑

$$Y = d_0 + W_A + W_B + C_{AB}$$

$$1 + (m_A - 1) + (m_B - 1) + (m_A - 1)(m_B - 1)$$



u) Récapitulatif

$m_i = 2 \quad \forall i$

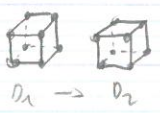
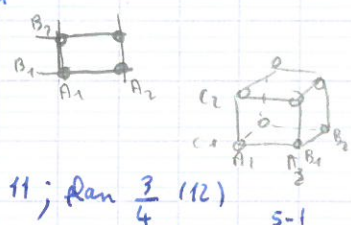
$$Y = \text{cte} + \sum_{i=1}^k W_i + \sum_{i \neq j} \frac{v_i v_j}{2} C_{ij}$$

$$P = 1 + k + \frac{k(k-1)}{2}$$

| k | N <sub>total</sub><br>de combinaisons | P  |
|---|---------------------------------------|----|
| 2 | 4                                     | 4  |
| 3 | 8                                     | 7  |
| 4 | 16                                    | 11 |
| 5 | 32                                    | 16 |
| 6 | 64                                    | 22 |
| 7 | 128                                   | 29 |
| 8 | 256                                   | 37 |

solution  $R \leq N_i \leq N_{max}$

Plan Factoriel complet  
 Plan Factoriel complet  
 Plan complet; Retchtschaffen 11; Plan  $\frac{3}{4}$  (12)  
 plan complet n'existe pas (16);  $\frac{1}{2}$  Plan 2  
 Plan de Retchtschaffen (22)  
 (29)  
 (34) } Plan  $\frac{3}{4}$   
 n'existe pas



il est rare qu'on dépasse 25 expériences

Plan  $2^{5-1}$  c'est 1 plan factoriel fractionnaire  $2^{k-1}$

GEP Box + Draper (1959)

Retchtschaffen (1969)



si  $m_i > 2$  le nbre de p ↑ des  $k$ 'to

$$p = 1 + 4(3-1) + 6(3-1)(3-1)$$

$$= 1 + 8 + 6 \times 4$$

= 33 inconnus à 4 facteurs.

si  $m_i > 2$  on fait 1 plan complet, à se limite à 2 ou 3 facteurs

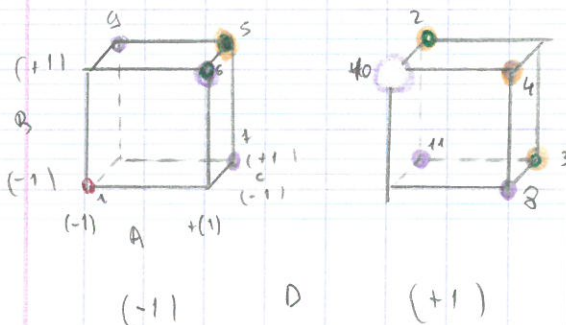
## VII Plan d'expérience, plan de Petrowschoffner

1)  $k = 4$  facteurs

$$p = 1 + k + \frac{k(k-1)}{2} = 11 \text{ inconnus}$$

|                    | A  | B | C | D |   |  |
|--------------------|----|---|---|---|---|--|
| 1                  | -  | - | - | - | → référence, ensuite on fait 4 permutations circulaires on remplace les fois son signe + par un signe - on met des - sur la diagonals |  |
| 2                  | -  | + | + | + |   |  |
| 3                  | +  | - | + | + |   |  |
| 4                  | +  | + | - | + |   |  |
| 5                  | +  | + | + | - |   |  |
| $\frac{k(k-1)}{2}$ | 6  | + | + | - | -   | ensuite on répartie 2 + sur chaque ligne |
|                    | 7  | + | - | + | -   |  |
|                    | 8  | + | - | - | +   |  |
|                    | 9  | - | + | + | -   |  |
|                    | 10 | - | + | - | +   |  |
|                    | 11 | - | - | + | +   |  |

Dans chaque colonne, on privilégie très légèrement la modalité 2 par rapport à sa référence



2)  $k=5$  facteurs

$$P = 1 + k + \frac{k(k-1)}{2} = 16 \text{ inconnues.}$$

|    | A | B | C | D | E |
|----|---|---|---|---|---|
| 1  | - | - | - | - | - |
| 2  | - | + | + | + | + |
| 3  | + | - | + | + | + |
| 4  | - | + | - | + | + |
| 5  | + | + | + | - | + |
| 6  | + | + | + | + | - |
| 7  | + | + | - | - | - |
| 8  | + | - | + | - | - |
| 9  | + | - | - | + | - |
| 10 | + | - | - | - | + |
| 11 | - | + | + | - | - |
| 12 | - | + | - | + | - |
| 13 | - | + | - | - | + |
| 14 | - | - | + | + | - |
| 15 | - | - | + | - | + |
| 16 | - | - | - | + | + |

C'est un arrangement  
où il y a  $8^-$  et  $8^+$   
ici il y a équi répartition  
parfaite. on est  
rigoureusement orthogonal

Ce plan est équivalent au  
plan  $2^{5-1}$  (Box et Draper)

3)  $k = 6$  facteurs

$$n = 1 + k + \frac{k(k-1)}{2} = 22 \text{ incognues}$$

| nbre de soufflerie par m | Ou Lentille |      | Ou vitesse |      | Ou mélange |      | Ou puissance |  | Ou diamètre |  | Ou épaisseur |  |
|--------------------------|-------------|------|------------|------|------------|------|--------------|--|-------------|--|--------------|--|
|                          | A           |      | B          |      | C          |      | D            |  | E           |  | F            |  |
| 1                        | 1           | - L1 | - 200      | - 30 | - 650      | - 5  | - 1,24       |  |             |  |              |  |
| 28                       | 2           | - L1 | + 300      | + 50 | + 750      | + 15 | + 1,54       |  |             |  |              |  |
| 28                       | 3           | + L2 | - 200      | + 50 | + 450      | + 15 | + 1,54       |  |             |  |              |  |
| 41                       | 4           | + L2 | + 300      | - 30 | + 450      | + 15 | + 1,54       |  |             |  |              |  |
| 46                       | 5           | + L2 | + 300      | + 50 | - 650      | + 15 | + 1,54       |  |             |  |              |  |
| 29                       | 6           | + L2 | + 300      | + 50 | + 450      | - 5  | + 1,54       |  |             |  |              |  |
| 28                       | 7           | + L2 | + 300      | + 50 | + 450      | + 15 | - 1,24       |  |             |  |              |  |
| 24                       | 8           | + L2 | + 300      | - 30 | - 650      | - 5  | - 1,24       |  |             |  |              |  |
| 11                       | 9           | + L2 | - 200      | + 50 | - 650      | - 5  | - 1,24       |  |             |  |              |  |
| 19                       | 10          | + L2 | - 200      | - 30 | + 450      | - 5  | - 1,24       |  |             |  |              |  |
| 13                       | 11          | + L2 | - 200      | - 30 | - 650      | + 15 | - 1,24       |  |             |  |              |  |
| 45                       | 12          | + L2 | - 200      | - 30 | - 650      | - 5  | + 1,54       |  |             |  |              |  |
| 12                       | 13          | - L1 | + 300      | + 50 | - 650      | - 5  | - 1,24       |  |             |  |              |  |
| 20                       | 14          | - L1 | + 300      | - 30 | + 750      | - 5  | - 1,24       |  |             |  |              |  |
| 14                       | 15          | - L1 | + 300      | - 30 | - 650      | + 15 | - 1,24       |  |             |  |              |  |
| 44                       | 16          | - L1 | + 300      | - 30 | - 650      | - 5  | + 1,54       |  |             |  |              |  |
| 7                        | 17          | - L1 | - 200      | + 50 | + 450      | - 5  | - 1,24       |  |             |  |              |  |
| 1                        | 18          | - L1 | - 200      | + 50 | - 650      | + 15 | - 1,24       |  |             |  |              |  |
| 33                       | 19          | - L1 | - 200      | + 50 | - 650      | - 5  | + 1,54       |  |             |  |              |  |
| 8                        | 20          | - L1 | - 200      | - 30 | + 450      | + 15 | - 1,24       |  |             |  |              |  |
| 27                       | 21          | - L1 | - 200      | - 30 | + 750      | - 5  | + 1,54       |  |             |  |              |  |
| 34                       | 22          | - L1 | - 200      | - 30 | - 650      | + 15 | + 1,54       |  |             |  |              |  |

Lentille L1 - L2

vitesse 200 - 300

mélange 30% - 50%

puissance 650W - 750W

diamètre 5mm - 15mm

épaisseur 1,24mm - 1,54mm

## VIII Expérimentation

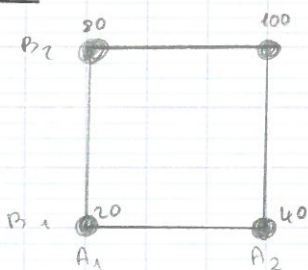
(voir tabl)

Il y a l'amplitude suffisante pour voir les effets

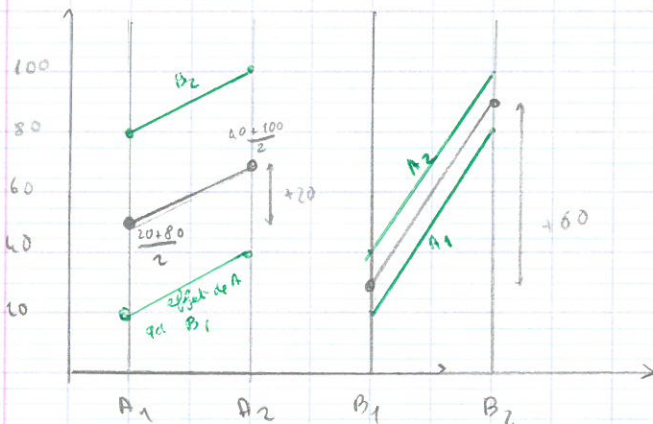
## IX Analyse mathématique

### 1) Justification de l'utilisation d'un modèle polynomial particulier

cas 1



Définir les effets moyens des facteurs  
y a-t-il un couplage entre les facteurs A et B.



On isole les valeurs qd A vaut A<sub>1</sub>  
20 et 80 moyen ne 50  
qd A vaut A<sub>2</sub> 40 et 100 moyen 70

Ici on voit bien qu'il n'y a pas  
d'interact° entre les facteurs.

$$Y = c_0 + W_A + W_B + C_{AB}$$

on utilise le modèle polynomial suivant.

$$y_j = a_0 + a_A x_A + a_B x_B + a_{AB} x_A x_B$$

$$x_A = -1 \text{ si } A_1$$

$$x_B = -1 \text{ si } B_1$$

$$x_A = +1 \text{ si } A_2$$

$$x_B = +1 \text{ si } B_2$$

Pour les essais 1

$$20 = a_0 - a_A - a_B + a_{AB}$$

$$40 = a_0 + a_A - a_B - a_{AB}$$

$$80 = a_0 - a_A + a_B - a_{AB}$$

$$100 = a_0 + a_A + a_B + a_{AB}$$

On a alors 1 syst d'equat à 4 inconnus.

On écrit le syst sous forme matriciel.

$$\begin{pmatrix} 20 \\ 80 \\ 40 \\ 100 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & -1 & -1 & +1 \\ 1 & -1 & +1 & -1 \\ 1 & +1 & -1 & -1 \\ 1 & +1 & +1 & +1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_0 \\ a_A \\ a_B \\ a_{AB} \end{pmatrix}$$

$$(Y) = (X) (\text{coefficients})$$

on a 1 matrice carrée soit  $(\text{coefficients}) = (X)^{-1} (Y)$

La transposée

$$\frac{1}{N} ({}^t X) = \frac{1}{4} \begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 \\ -1 & -1 & 1 & 1 \\ -1 & 1 & -1 & 1 \\ 1 & -1 & -1 & 1 \end{pmatrix} = (X)^{-1}$$

$$\frac{1}{4} \begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 \\ -1 & -1 & 1 & 1 \\ -1 & 1 & -1 & 1 \\ 1 & -1 & -1 & 1 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} 20 \\ 80 \\ 40 \\ 100 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 60 \\ 10 \\ 30 \\ 0 \end{pmatrix}$$

soit le modèle s'écrit:  $y = 60 + 10x_A + 30x_B + 0x_Ax_B$

10 : moitié de l'effet A

30 : " " " B

60 : moitié de toutes les valeurs.

Il y a une analogie qui s'y trouve entre  $a_A$  et l'effet de A ; analogie entre  $a_B$  et l'effet de B.

cas 2

|       |       |     |
|-------|-------|-----|
| $A_1$ | $B_1$ | 10  |
| $A_1$ | $B_2$ | 50  |
| $A_2$ | $B_1$ | 30  |
| $A_2$ | $B_2$ | 110 |

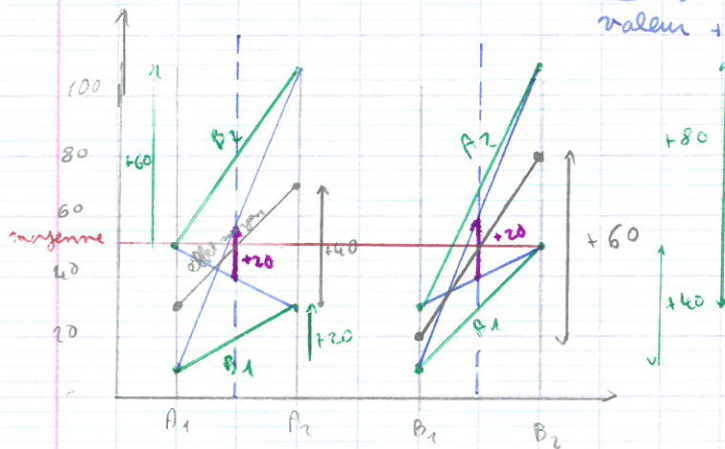
modèle mathématique

$$\begin{pmatrix} 10 \\ 50 \\ 30 \\ 110 \end{pmatrix}$$

$$\frac{1}{4} \begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 \\ -1 & -1 & 1 & 1 \\ -1 & 1 & -1 & 1 \\ 1 & -1 & -1 & 1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 50 \\ 20 \\ 30 \\ 10 \end{pmatrix}$$

$$y = 50 + 20x_A + 30x_B + 10x_Ax_B$$

valeur + petite de 20 et 30 → interact° faible



10 c'est la moitié de +20

Interact° faible car l'amplitude n'est pas représentative.

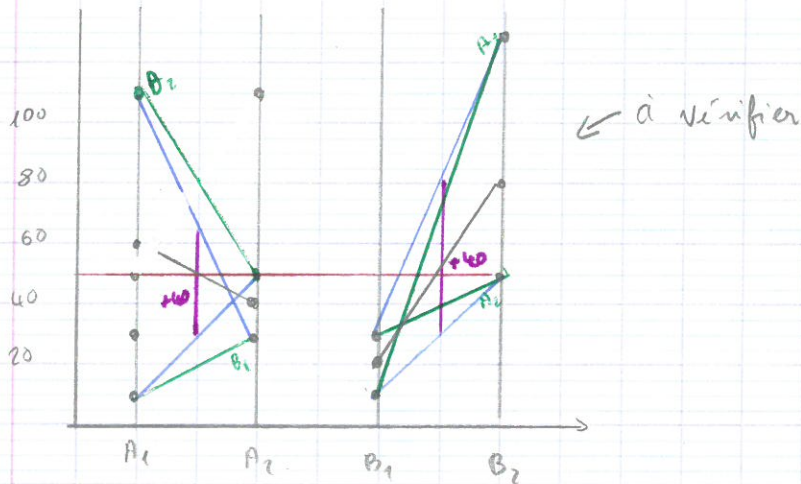
| 3° cas | A <sub>1</sub> | B <sub>1</sub> | 10  |
|--------|----------------|----------------|-----|
|        | A <sub>1</sub> | B <sub>2</sub> | 110 |
|        | A <sub>2</sub> | B <sub>1</sub> | 20  |
|        | A <sub>2</sub> | B <sub>2</sub> | 50  |

modèle mathématique

$$\begin{pmatrix} 10 \\ 110 \\ 30 \\ 50 \end{pmatrix}$$

$$\frac{1}{4} \begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 \\ -1 & -1 & 1 & 1 \\ -1 & 1 & -1 & 1 \\ 1 & -1 & -1 & 1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 50 \\ -10 \\ +30 \\ -20 \end{pmatrix}$$

$$\text{soit } y = 50 - 10x_A + 30x_B - 20x_Ax_B$$



si  $|a_{AB}| > |a_A|$  le signe de l'effet moyen de A n'est pas représentatif du signe des effets réels

si  $|a_{AB}| < |a_B|$  le signe de l'effet moyen de B est représentatif du signe des effets réels.

on avait :  $y = c_0 + W_A + W_B + C_{AB}$

$$x_B \in \{-1, +1\} \quad \updownarrow \quad x_A \in \{-1, +1\}$$

$$y = c_0 + a_A x_A + a_B x_B + a_{AB} x_A x_B$$

$$(Y) = (X) (\text{coefficients})$$

↑  
réponse      matrice

(X) : matrice du modèle  $\neq$  matrice d'Hadamard  
matrice de rang P      si  $IV = P$

on veut déterminer les coeff soit :

$$(\text{coefficients}) = (X)^{-1} (Y)$$

voir tabl avec  $p = 22$  inconnus

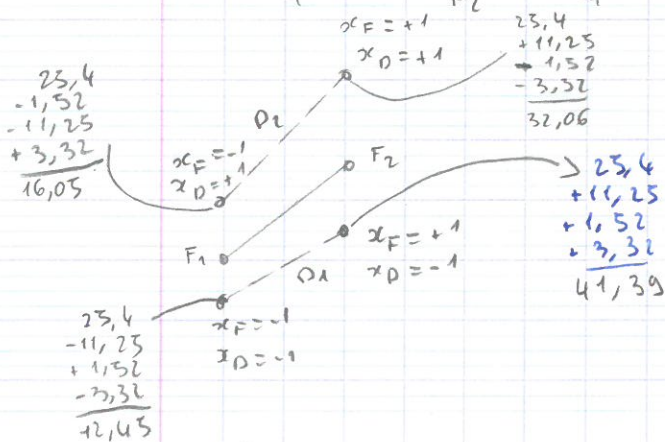
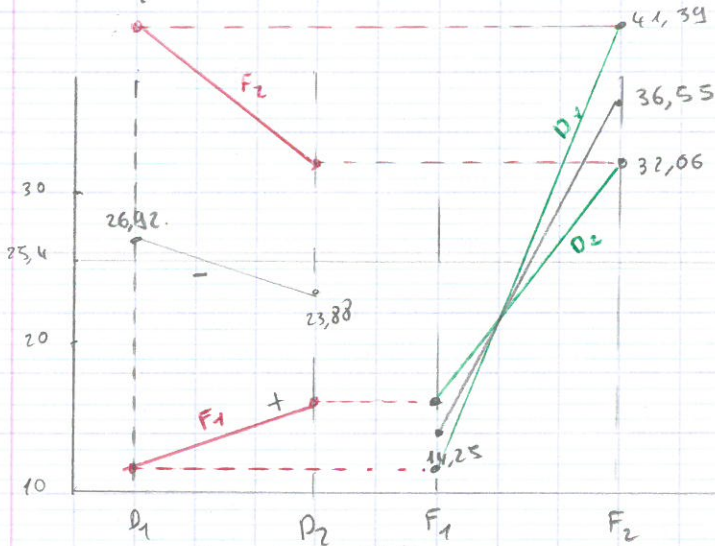
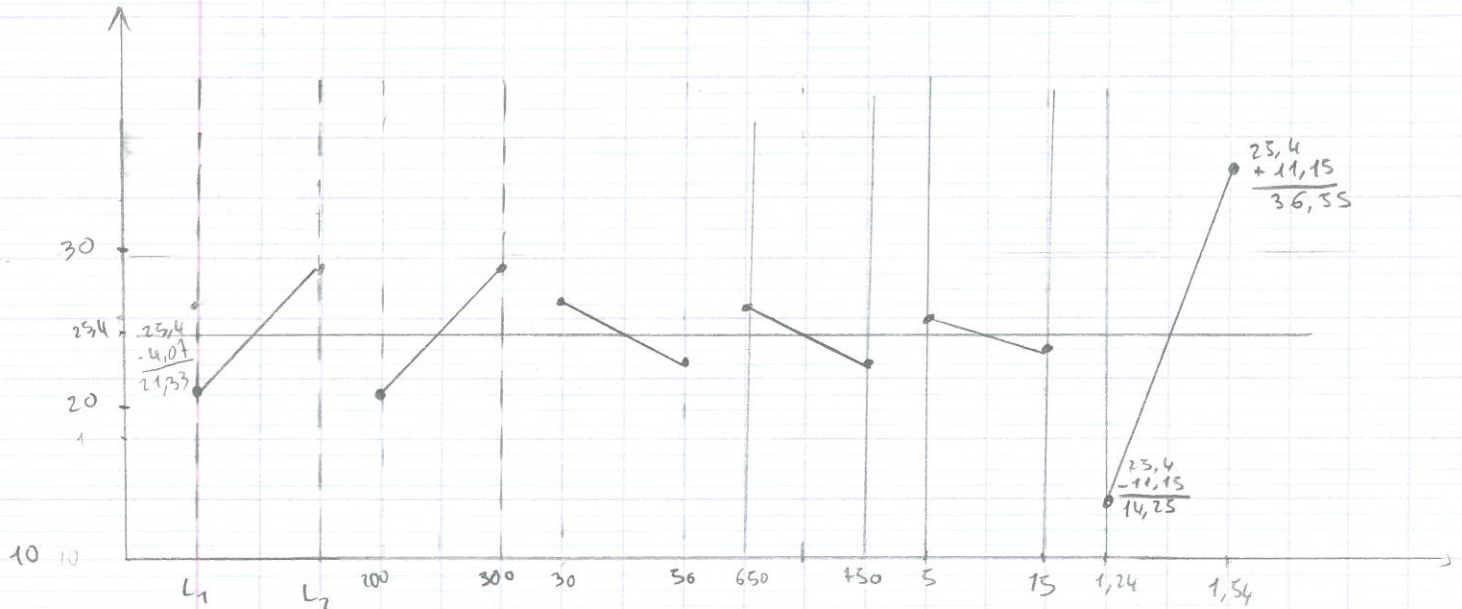
$$\text{on a : } y = 25,4 + 4,07 x_A + 4,23 x_B \dots$$

Comme il y a 22 termes on n'écrit pas d'équat°, pour cela on utilise un diagramme en bâton des coefficients

moment important : A, B, C, D, E, F, DF

# X Analyse graphique

- visualisation des coefficients
- visualisation des effets moyens des facteurs A, ..., F
- visualisation des couplages COF



$$y = 25,4 - 1,52x_D + 11,15x_F - 3,32x_Dx_F$$



$$|3,32| < |11,15|$$

- le signe de l'effet moyen de F est représentatif du signe des effets réels.

- l'amplitude de l'effet


$$|3,32| > |1,52|$$

- le signe de l'effet moyen de D n'est pas représentatif du signe des effets réels.

## PARTIE III

### Construction et analyse d'un plan de Rechtschaffner

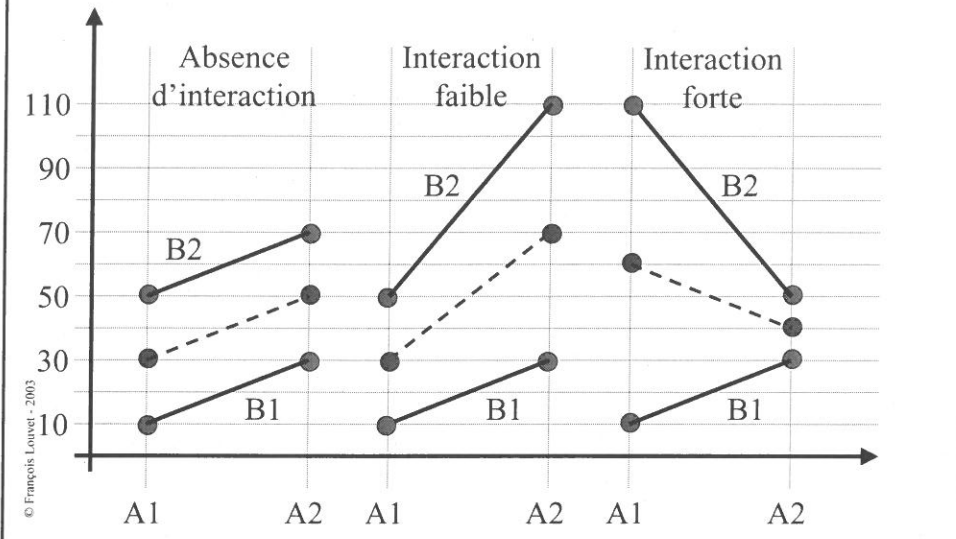
## Plan de Rechtschaffner

- Définition des objectifs  Objectifs  
Réponses  
Contraintes
  - Préciser les effets moyens des facteurs sur un procédé de soudure laser par les interactions.
- Réponse :
  - Nombre de soufflures sur la soudure.
- Contrainte : Un essai est très long ...
  - Obtenir très rapidement une première information.

 Utiliser un plan d'expérience saturé

Interaction entre deux facteurs = Interaction d'ordre un ...

## Plan de Rechtschaffner



## Plan de Rechtschaffner

- Choix d'une stratégie
  - Construire et analyser un modèle empirique pour la recherche d'éléments d'information dans le domaine expérimental.

Modèle additif  $\Rightarrow Y = C^{tc} + \sum_{i=1}^k W_i + \sum_{j \neq i} C_{ij}$

Nombre d'inconnues  $\Rightarrow p = 1 + \sum_{i=1}^k (m_i - 1) + \sum_{j \neq i} (m_i - 1)(m_j - 1)$

L'estimation des inconnues doit être compatible avec les ressources et les contraintes de l'étude.

## Plan de Rechtschaffner

- Définition des facteurs

- Marque de la lentille : lentille 1 – lentille 2
- Vitesse de déplacement : 200 mm/min – 300 mm/min
- Type de mélange : 30% Hélium – 50% Hélium
- Puissance : 650 W – 750 W
- Diamètre du diffuseur : 5 mm – 15 mm
- Epaisseur : 1,24 mm – 1,54 mm



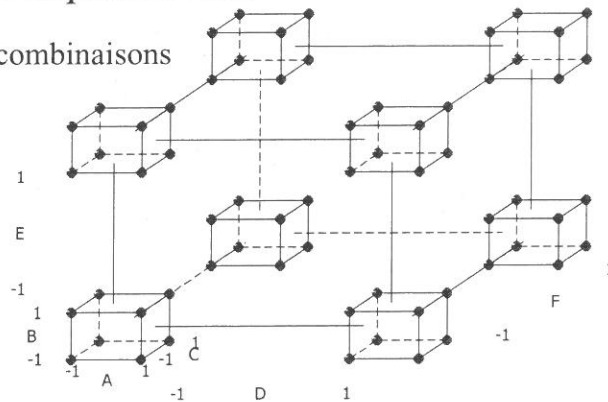
k=6 facteurs

$m_i=2$  modalités par facteur

## Plan de Rechtschaffner

- Domaine expérimental

$N_{\text{total}}=2^6=64$  combinaisons



Toutes les combinaisons sont réalisables.

## Plan de Rechtschaffner

- Modèle empirique

$$\Rightarrow Y = C^{te} + \sum_{i=1}^k W_i + \sum_{j \neq i} C_{ij} \quad k=6 \text{ facteurs}$$

- Nombre d'interactions d'ordre 1

$$\Rightarrow C_2^k = \frac{k!}{2!(k-2)!} \Rightarrow C_2^k = \frac{k(k-1)}{2}$$

L'estimation d'une partie  
seulement des interactions  
demande une solide argumentation ...

15 interactions d'ordre 1

© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

- Nombre d'inconnues

$$\Rightarrow p = 1 + \sum_{i=1}^k (m_i - 1) + \sum_{j \neq i} (m_i - 1)(m_j - 1)$$

On se limite le plus souvent à  
2 modalités par facteur

$$\Rightarrow p = 1 + k + \frac{k(k-1)}{2}$$

k=6 facteurs

m<sub>i</sub>=2 modalités par facteur

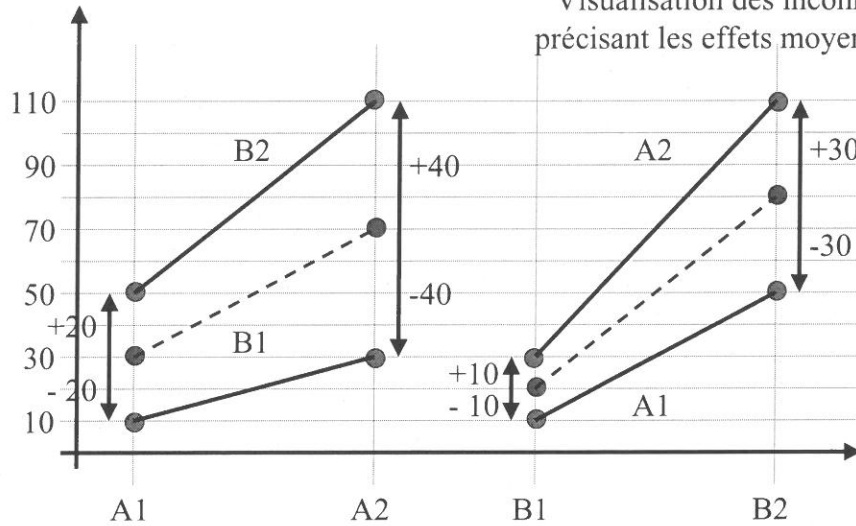


p=22 inconnues

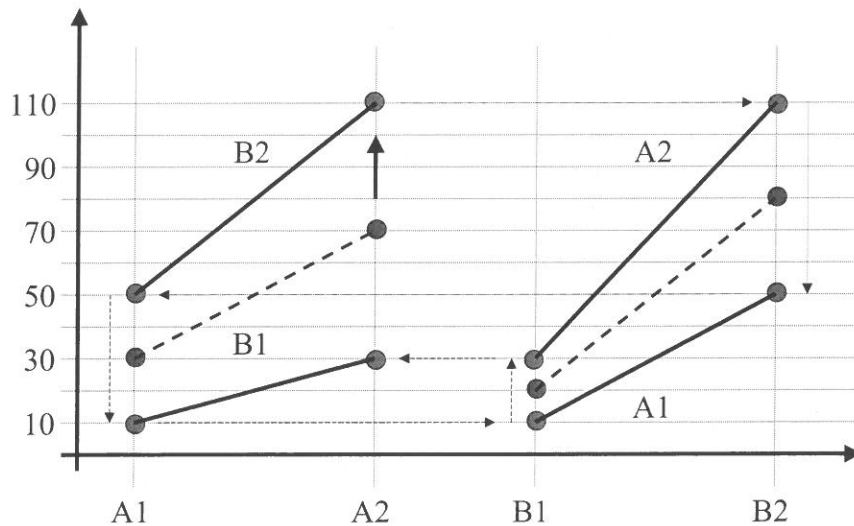
© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

Visualisation des inconnues  
précisant les effets moyens...



## Plan de Rechtschaffner



## Plan de Rechtschaffner

- Modèle polynomial de « confort »

$$\Rightarrow Y = a_0 + \sum_{i=1}^k a_i x_i + \sum_{j \neq i} a_{ij} x_i x_j$$

$$\begin{aligned} \Rightarrow Y = & a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_3 x_3 + a_4 x_4 + a_5 x_5 + a_6 x_6 \\ & + a_{12} x_1 x_2 + a_{13} x_1 x_3 + a_{14} x_1 x_4 + a_{15} x_1 x_5 + a_{16} x_1 x_6 \\ & + a_{23} x_2 x_3 + a_{24} x_2 x_4 + a_{25} x_2 x_5 + a_{26} x_2 x_6 \\ & + a_{34} x_3 x_4 + a_{35} x_3 x_5 + a_{36} x_3 x_6 \\ & + a_{45} x_4 x_5 + a_{46} x_4 x_6 \\ & + a_{56} x_5 x_6 \end{aligned} \quad p=22 \text{ coefficients}$$

Une interaction forte se traduit par un coefficient fort ...

© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

- Construction du plan d'expériences

– Combien de traitements doit-on réaliser ?

- Au moins autant de traitements que d'inconnues à estimer

$$\Rightarrow N \geq p$$

– Quels traitements doit-on réaliser ?

- Plan factoriel fractionnaire  $2^{k-r}$   $\Rightarrow$  N=puissance de 2
- Plan de Rechtschaffner  $\Rightarrow$  Matrice saturée N=p

© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

| k | p  | $N_{\text{total}}$ | N  | Plan d'expérience                      |
|---|----|--------------------|----|--|
| 2 | 4  | 4                  | 4  | Plan factoriel complet $2^2$           |
| 3 | 7  | 8                  | 8  | Plan factoriel complet $2^3$           |
| 4 | 11 | 16                 | 16 | Plan factoriel complet $2^4$           |
| 4 | 11 | 16                 | 12 | Plan factoriel $\frac{3}{4}$           |
| 4 | 11 | 16                 | 11 | Plan de Rechtschaffner                 |
| 5 | 16 | 32                 | 16 | Plan factoriel fractionnaire $2^{5-1}$ |
| 6 | 22 | 64                 | 22 | Plan de Rechtschaffner                 |

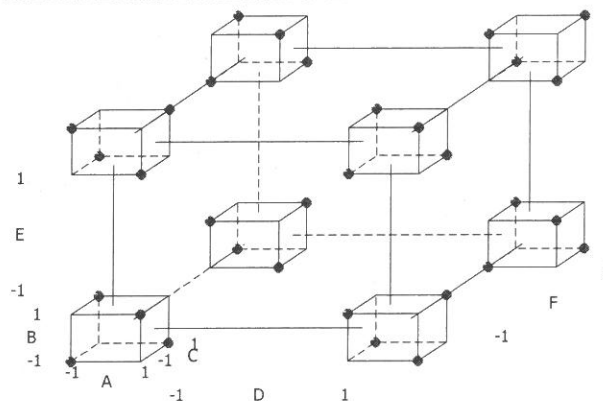
Il est rare industriellement d'aller au delà ...

© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

- Plan factoriel fractionnaire  $2^{6-1}$

$N=32$



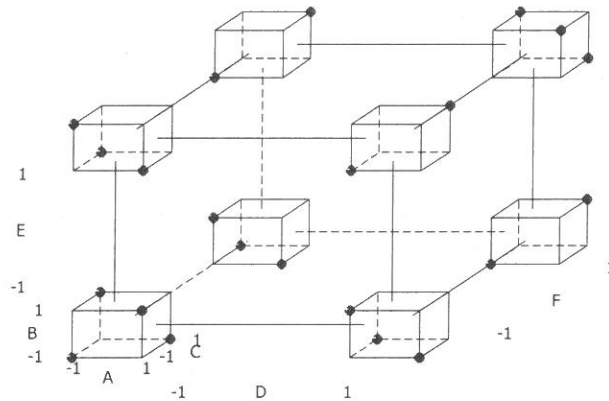
© François Louvet - 2003



## Plan de Rechtschaffner

- Plan de Rechtschaffner

N=22



© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

Expliquer les différences ...

- Expérimentation

|    | Lentille | Vitesse | Mélange | Puissance | Diamètre | Épaisseur | Soufflures |
|----|----------|---------|---------|-----------|----------|-----------|------------|
| 1  | L1       | 200     | 30      | 650       | 5        | 1.24      | 7          |
| 2  | L1       | 300     | 50      | 750       | 15       | 1.54      | 28         |
| 3  | L2       | 200     | 50      | 750       | 15       | 1.54      | 28         |
| 4  | L2       | 300     | 30      | 750       | 15       | 1.54      | 41         |
| 5  | L2       | 300     | 50      | 650       | 15       | 1.54      | 46         |
| 6  | L2       | 300     | 50      | 750       | 5        | 1.54      | 39         |
| 7  | L2       | 300     | 50      | 750       | 15       | 1.24      | 21         |
| 8  | L2       | 300     | 30      | 650       | 5        | 1.24      | 24         |
| 9  | L2       | 200     | 50      | 650       | 5        | 1.24      | 11         |
| 10 | L2       | 200     | 30      | 750       | 5        | 1.24      | 19         |
| 11 | L2       | 200     | 30      | 650       | 15       | 1.24      | 13         |
| 12 | L2       | 200     | 30      | 650       | 5        | 1.54      | 45         |
| 13 | L1       | 300     | 50      | 650       | 5        | 1.24      | 12         |
| 14 | L1       | 300     | 30      | 750       | 5        | 1.24      | 20         |
| 15 | L1       | 300     | 30      | 650       | 15       | 1.24      | 14         |
| 16 | L1       | 300     | 30      | 650       | 5        | 1.54      | 44         |
| 17 | L1       | 200     | 50      | 750       | 5        | 1.24      | 7          |
| 18 | L1       | 200     | 50      | 650       | 15       | 1.24      | 1          |
| 19 | L1       | 200     | 50      | 650       | 5        | 1.54      | 33         |
| 20 | L1       | 200     | 30      | 750       | 15       | 1.24      | 8          |
| 21 | L1       | 200     | 30      | 750       | 5        | 1.54      | 27         |
| 22 | L1       | 200     | 30      | 650       | 15       | 1.54      | 34         |

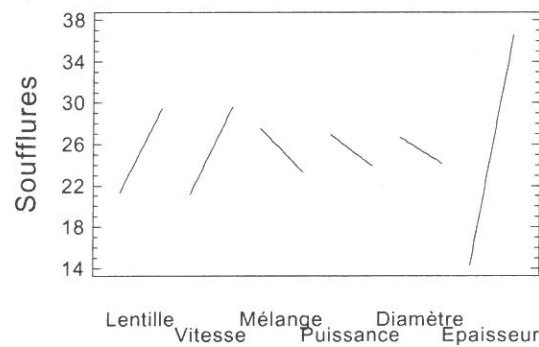
© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

Tracé des effets moyens

- Analyse graphique

Graphique des effets directs pour Soufflures

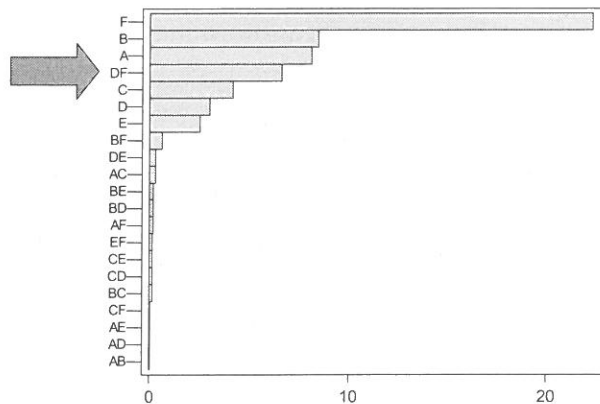


© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

Diagramme de Pareto

- Analyse graphique



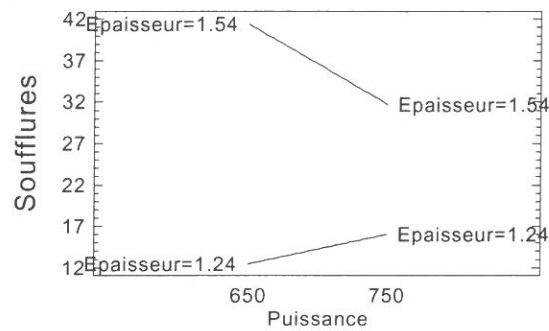
© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

Tracé des interactions

- Analyse graphique

Graphique des interactions pour Soufflures



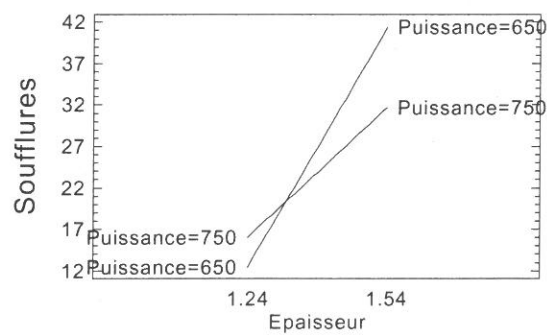
© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

Tracé des interactions

- Analyse graphique

Graphique des interactions pour Soufflures

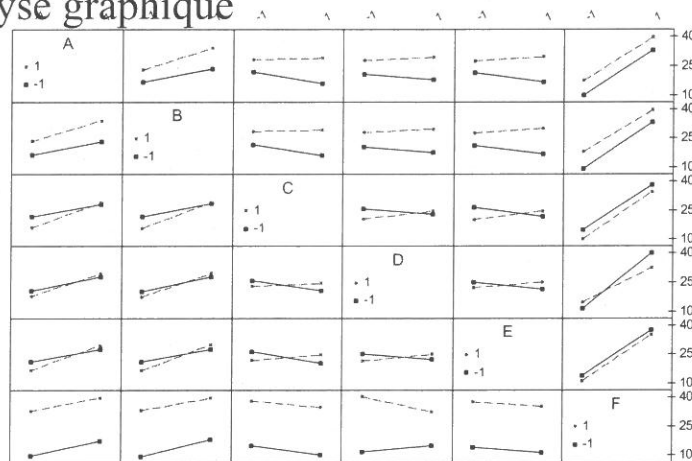


© François Louvet - 2003

# Plan de Rechtschaffner

Tracé des interactions

- Analyse graphique

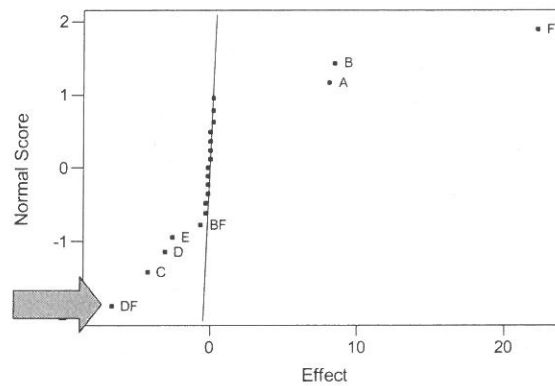


© François Louvet - 2003

# Plan de Rechtschaffner

Méthode de Daniel

- Analyse statistique



© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

Avantages

- Conclusion
  - En l'absence de données permettant de sélectionner a priori les interactions importantes, le nombre de dispositifs expérimentaux disponibles reste limité.
  - En acceptant de recourir à d'autres dispositifs expérimentaux que les plans factoriels fractionnaires, le nombre de traitements à mettre en œuvre reste raisonnable.

© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

Avantages

- Conclusion
  - La restitution graphique des coefficients traduisant les interactions permet de faire des choix rationnels dans la combinaison des modalités des facteurs.
  - La construction de la matrice de Rechtschaffner fait encore appel à une permutation circulaire.

© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

Inconvénients

- Conclusion
  - Le terme « interaction » peut prêter à confusion dans certains domaines industriels.
  - La présentation des interactions est généralement complexe dans les livres et on se focalise trop souvent à tort sur des questions d'ordre mathématique.
  - Le nombre d'inconnues augmente rapidement avec le nombre de facteurs.

© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

Inconvénients

- Conclusion
  - Le modèle polynomial « de confort » ne devrait être utilisé que pour  $x_i = -1$  ou  $x_i = +1$ .
  - Il ne s'agit pas d'un modèle pour l'étude des surfaces de réponse et ne devrait donc pas être utilisé pour de l'optimisation.
  - L'analyse mathématique des résultats nécessite généralement le recours à un logiciel à l'exception du plan  $2^{5-1}$ .

© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

Inconvénients

- Conclusion
  - On se limite à l'estimation des interactions d'ordre 1, les interactions d'ordre supérieur étant délicates à interpréter.
  - On se limite généralement à 2 modalités par facteurs pour des raisons économiques sauf quand il y a peu de facteurs à étudier.

© François Louvet - 2003

## Plan de Rechtschaffner

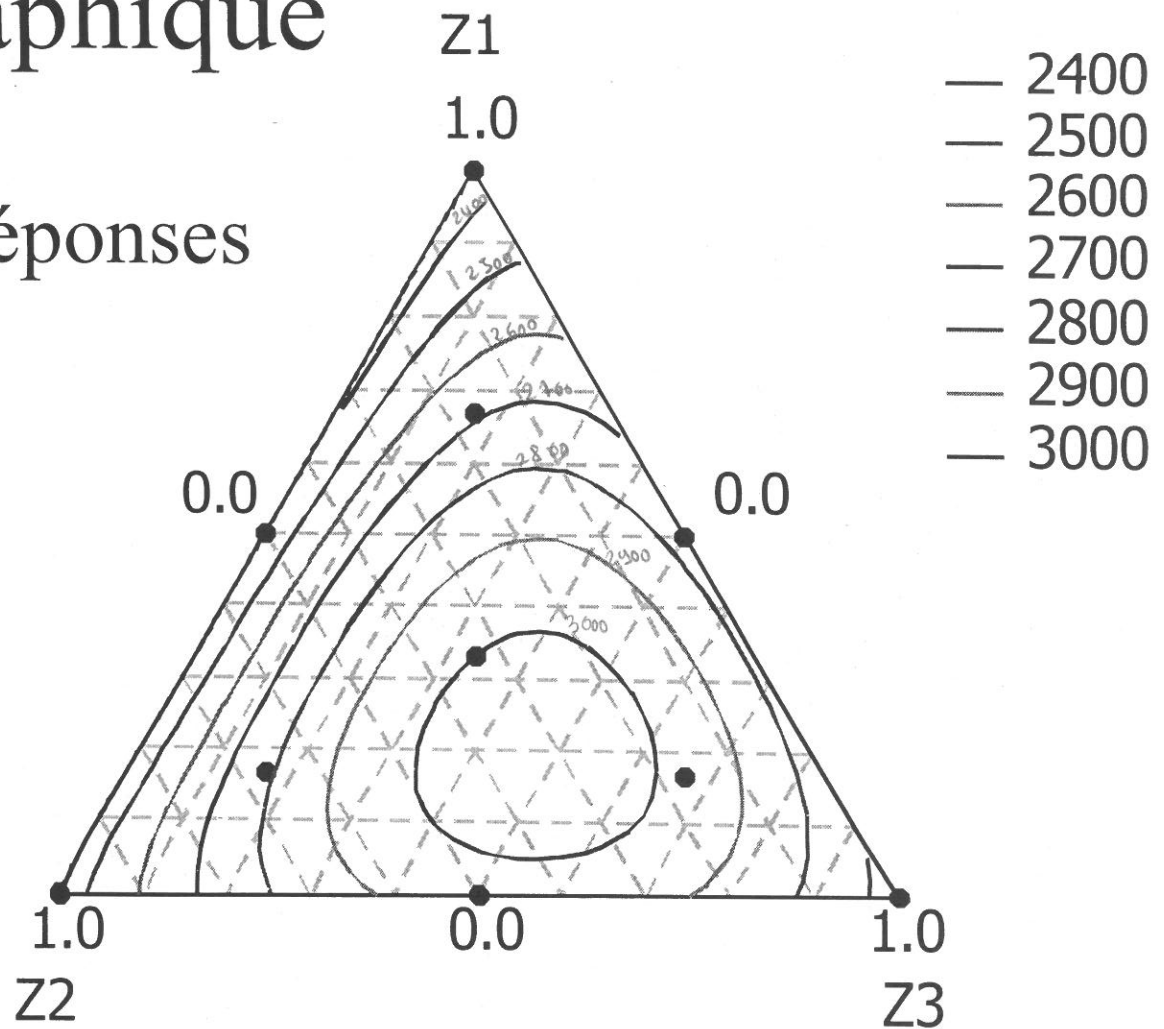
Remarque

- Conclusion
  - Lorsqu'on cherche uniquement à estimer certaines interactions, il faut utiliser dans la plupart des cas un plan optimal.

© François Louvet - 2003

# Analyse graphique

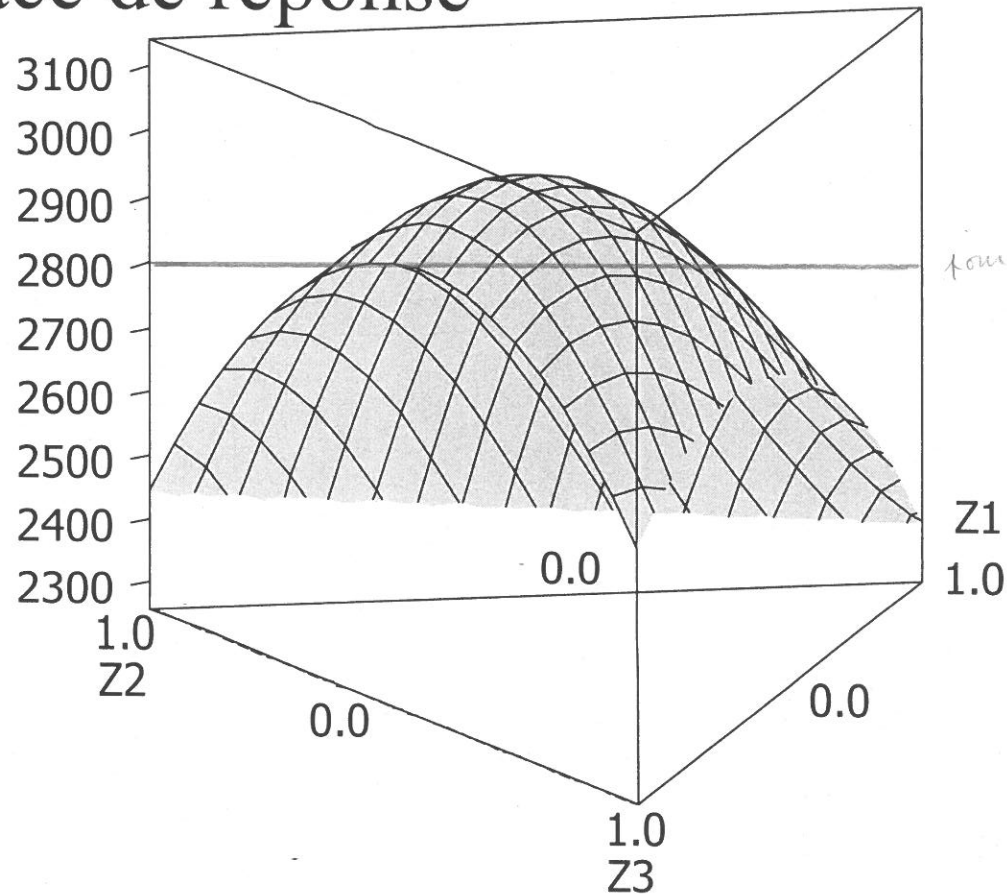
- Courbes iso-réponses





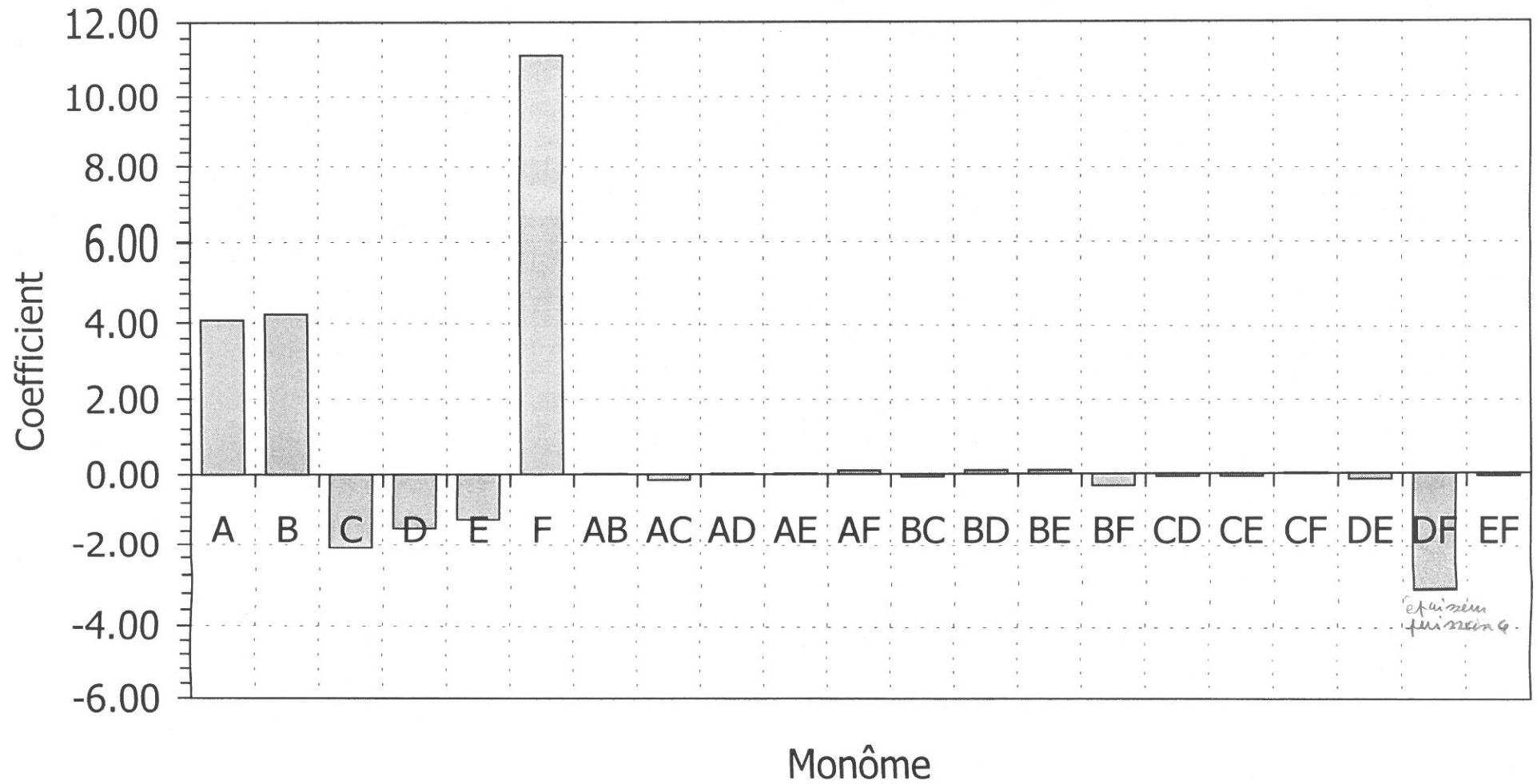
# Analyse graphique

- Surface de réponse



*pour savoir ce qui se passe à l'altitude de 2800*

# Diagramme en bâton des coefficients



# Plan pour l'étude de mélanges

## I Introduction

Dans quel rapport<sup>o</sup> faut-il mélanger des constituants préalablement choisis afin d'atteindre 1 valeur cible pr 1 réponse donnée.

## II Objectif

Dans quel rapport<sup>o</sup> mélanger 1 oxydant, 1 liant et 1 combustible pour maximiser la caractérist<sup>q</sup> d'un explosif appelé module.

Ce modèle a été proposé par KUROTAI en 1966

module =  $f$  (% Binder + % Oxydres + % Fuel)

## III Stratégie expérimentale

A défaut d'informat<sup>o</sup> préalable, on va tenter de modéliser la variat<sup>o</sup> de la réponse en fait<sup>o</sup> des variat<sup>o</sup> des rapport<sup>o</sup> des 3 constituants de la manière la + fidèle possible et rechercher l'optimum à partir du modèle

## IV Facteurs

on note  $q$ : le nbre de constituants

$x_i$ : rapport<sup>o</sup> massique, volumique ou molaire du constituant  $i$

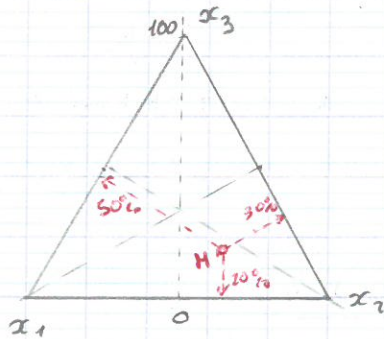
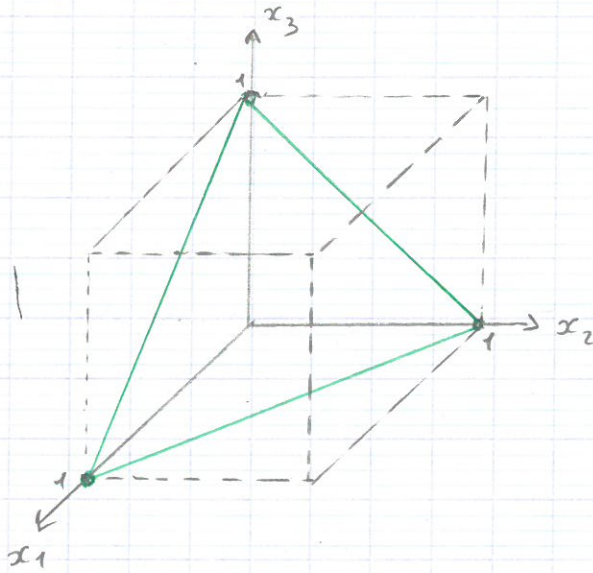
• contraintes individuelles implicites

$$0 \leq x_i \leq 1 \quad \text{on a } \begin{cases} 0 \leq x_1 \leq 1 \\ 0 \leq x_2 \leq 1 \\ 0 \leq x_3 \leq 1 \end{cases}$$

• contrainte relationnelle implicite

$$\sum_{i=1}^q x_i = 1 \quad x_1 + x_2 + x_3 = 1$$

## V Domaine expérimental

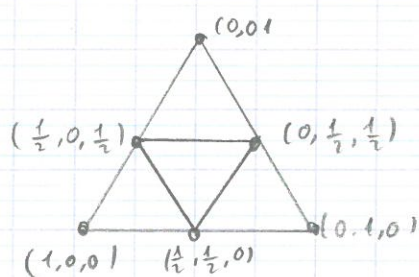
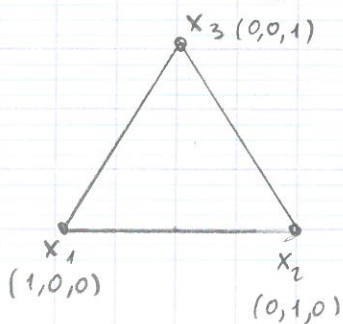


simplexe Henri Scheffé (1959)

1 simplexe est 1 figure géométrique non dégénérée qui contient 1 sommet de plus que la dimension de l'espace dans lequel il est représenté.

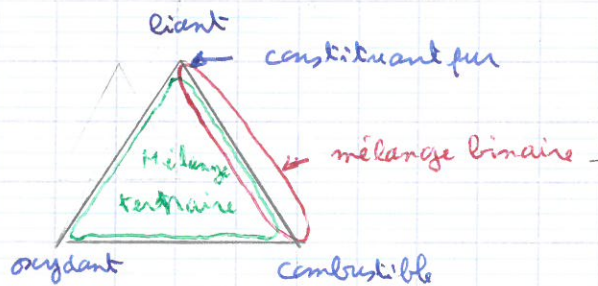
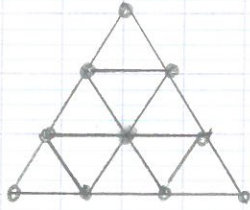
Combien de mélanges doit on réaliser dans le domaine expérimental et quel mélange doit on réaliser pr apporter des éléments de réponses au pb. Il est possible de mailler 1 simplexe (ou découper en maille régulière) il suffit que  $x_i \in \{0; \frac{1}{m}; \frac{2}{m}; \frac{3}{m}; \dots; 1\}$  avec  $m \in \mathbb{N}^*$  (entier sauf 0)

$m=1 \quad x_i \in \{0, 1\}$

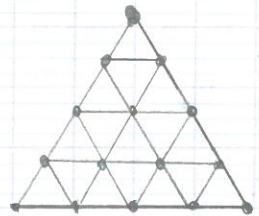


$m=2 \quad x_i \in \{0, \frac{1}{2}, 1\}$

$$m = 3 \quad x_i \in \left\{ 0; \frac{1}{3}; \frac{2}{3}; 1 \right\}$$



$$m = 4 \quad x_i \in \left\{ 0; \frac{1}{4}; \frac{1}{2}; \frac{3}{4}; 1 \right\}$$



Les mélanges définis par ce maillage sont situés "essentiellement" sur l'enveloppe des domaines.

### Simplex contraindre Henri Sdeffe (1963)

→ Les sommets :  $q$  sommets

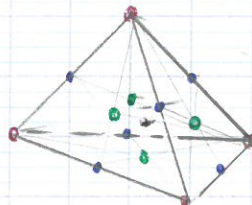
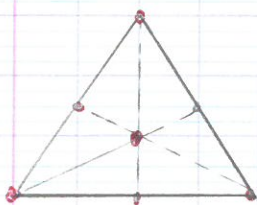
→ les milieux d'arêtes :  $\frac{q(q-1)}{2}$  milieux d'arêtes  $C_2^q = \frac{q!}{2!(q-2)!}$

→ les centres de faces :  $\frac{q(q-1)(q-2)}{6}$

$$C_3^q = \frac{q!}{3!(q-3)!}$$

→ les centres d'hyper faces

→ le centre du domaine



- sommet
- milieu arête
- centre de face
- centre du domaine.

A 3 constantes

| $x_1$ | $x_2$ | $x_3$ |           |
|-------|-------|-------|-----------|
| 1     | 0     | 0     | } sommets |
| 0     | 1     | 0     |           |
| 0     | 0     | 1     |           |

$(1, 0, \dots, 0)$

|               |               |               |                      |
|---------------|---------------|---------------|----------------------|
| $\frac{1}{2}$ | $\frac{1}{2}$ | 0             | } milieux des arêtes |
| $\frac{1}{2}$ | 0             | $\frac{1}{2}$ |                      |
| 0             | $\frac{1}{2}$ | $\frac{1}{2}$ |                      |

$(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \dots, 0)$

$\frac{1}{3} \quad \frac{1}{3} \quad \frac{1}{3}$

$(\frac{1}{3}, \frac{1}{3}, \frac{1}{3}, \dots, 0)$

A 4 constantes

| $x_1$ | $x_2$ | $x_3$ | $x_4$ |           |
|-------|-------|-------|-------|-----------|
| 1     | 0     | 0     | 0     | } sommets |
| 0     | 1     | 0     | 0     |           |
| 0     | 0     | 1     | 0     |           |
| 0     | 0     | 0     | 1     |           |

|               |               |               |               |                      |
|---------------|---------------|---------------|---------------|----------------------|
| $\frac{1}{2}$ | $\frac{1}{2}$ | 0             | 0             | } milieux des arêtes |
| $\frac{1}{2}$ | 0             | $\frac{1}{2}$ | 0             |                      |
| $\frac{1}{2}$ | 0             | 0             | $\frac{1}{2}$ |                      |
| 0             | $\frac{1}{2}$ | $\frac{1}{2}$ | 0             |                      |
| 0             | $\frac{1}{2}$ | 0             | $\frac{1}{2}$ |                      |
| 0             | 0             | $\frac{1}{2}$ | $\frac{1}{2}$ |                      |
| 0             | 0             | $\frac{1}{2}$ | $\frac{1}{2}$ |                      |

$\frac{1}{3} \quad \frac{1}{3} \quad \frac{1}{3} \quad 0$

$\frac{1}{3} \quad \frac{1}{3} \quad 0 \quad \frac{1}{3}$

$\frac{1}{3} \quad 0 \quad \frac{1}{3} \quad \frac{1}{3}$

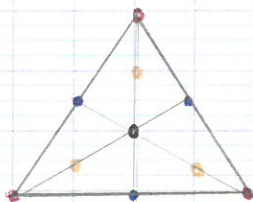
$0 \quad \frac{1}{3} \quad \frac{1}{3} \quad \frac{1}{3}$

$\frac{1}{4} \quad \frac{1}{4} \quad \frac{1}{4} \quad \frac{1}{4}$

En plus de ces points on va rajouter des points axiaux.

Axial points q

Les pts axiaux se situent à mi-distance entre 1 sommet et le centre du domaine



on peut faire 10 expériences

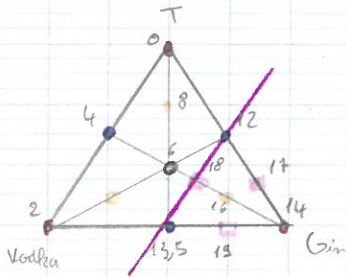
• points axiaux  
milieu 1/2

Calcul des coordonnées des points extrêmes.

$$\frac{1}{2} \left( 1 + \frac{1}{q} \right), \frac{1}{2q}, \frac{1}{2q}, \dots, \frac{1}{2q}$$

$$\left( \frac{q+1}{2q}, \frac{1}{2q}, \frac{1}{2q}, \dots, \frac{1}{2q} \right)$$

$q=3$   $\frac{4}{6}, \frac{1}{6}, \frac{1}{6}$  et on permutte circulairement



on met des notes sur nos expériences

si y a une zone qui est meilleure  $\Rightarrow$  on va renforcer les expériences dans la zone la meilleure.

on élimine les notes  $< 10$  ✓

on obtient l'autre simplex et on rajoute des expériences.

Et après on peut recouper encore si on le souhaite.

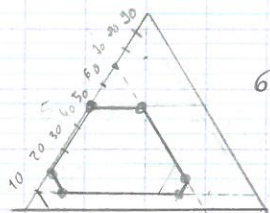
Dès que le domaine expérimental n'est + 1 simplex il n'est + possible de définir simplement l'approche séquentielle.

exemple:  $0,1 \leq x_1 \leq 0,5$

$$0,1 \leq x_2 \leq 0,7$$

$$0 \leq x_3 \leq 0,1$$

$$x_1 + x_2 + x_3 = 1$$



6 sommets

$$N_{\text{sommets}} > q$$

$\Rightarrow$  polyèdre convexe

## VI Modèles

Pour explorer des simplexes découpés par la méthode du simplex centroïde et de 1<sup>er</sup> axes, on utilise des modèles synergique de degré  $q$

pour  $q=2$   $\gamma = \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{12} x_1 x_2$   $p=3$

$q=3$   $\gamma = \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{23} x_2 x_3 + \beta_{123} x_1 x_2 x_3$   $p=7$

$q=4$   $\gamma = \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_4 x_4$   
 $+ \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{14} x_1 x_4 + \beta_{23} x_2 x_3 + \beta_{24} x_2 x_4 + \beta_{34} x_3 x_4$   
 $+ \beta_{123} x_1 x_2 x_3 + \beta_{124} x_1 x_2 x_4 + \beta_{134} x_1 x_3 x_4 + \beta_{234} x_2 x_3 x_4$   
 $+ \beta_{1234} x_1 x_2 x_3 x_4$   
 $\Rightarrow p=15$

Formule générale:

$$\gamma = \sum_{i=1}^q \beta_i x_i + \sum_{i < j} \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{i < j < k} \beta_{ijk} x_i x_j x_k + \dots + \sum_{i < j < k < l} \beta_{ijkl} x_i x_j x_k x_l + \dots + \beta_{12\dots q} x_1 x_2 \dots x_q$$

$$p = 2^q - 1$$

nbre de mélanges définis par le réseau simplexe centré

Le mélange défini par le découpage du domaine en réseau simplexe centré est suffisant pour estimer les inconnus d'un modèle synergique de degré  $q$ .

Les 3 axes servent à la validat<sup>o</sup> de ces modèles.

### VII Plan d'expérience

On adopte ce plan d'expérience à réseau simplexe centré qui permet d'estimer les inconnus du modèle synerg<sup>q</sup> de degré 3, les 3 axes servant d'essais de validat<sup>o</sup>.

### VIII Expérimentation



| expériences | $X_1$  | $X_2$     | $X_3$ | $Y$  |            |
|-------------|--------|-----------|-------|------|------------|
|             | Binder | oxidizing | Fuel  |      |            |
| 1           | 1      | 0         | 0     | 2350 | } sommet.  |
| 2           | 0      | 1         | 0     | 2450 |            |
| 3           | 0      | 0         | 1     | 2650 |            |
| 4           | 1/2    | 1/2       | 0     | 2400 | } d'axeaux |
| 5           | 1/2    | 0         | 1/2   | 2750 |            |
| 6           | 0      | 1/2       | 1/2   | 2950 |            |
| 7           | 1/3    | 1/3       | 1/3   | 3000 |            |
| 8           | 2/3    | 1/6       | 1/6   | 2690 |            |
| 9           | 1/6    | 2/3       | 1/6   | 2770 |            |
| 10          | 1/6    | 1/6       | 2/3   | 2980 |            |

### IX Analyse globale des résultats

Le meilleur mélange à l'instant est situé au pt central et l'act° de mélanger les 3 constituants améliore globalement la propriété mesurée par chacun des 3 pures.

### X Analyse mathématique

Elle consiste à estimer les inconnus du modèle.

Il y a 2 cas de figure.

qd on utilise l'axeau simple centré il est possible d'estimer séquentiellement et manuellement les inconnus du modèle.

Dès que le domaine n'est + l'axeau simple, on a généralement recours à la méthode des moindres carrés nécessitant l'usage informat<sup>4</sup> adapté de l'estimat<sup>4</sup> des inconnus du modèle.

→ estimation des inconnus aux monômes de degré 1

$$\beta_1, \beta_2, \beta_3$$

$$Y = \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{23} x_2 x_3 + \beta_{123} x_1 x_2 x_3$$

$$2350 = \beta_1 \times 1 + 0 \Rightarrow \beta_1 = 2350$$

$$2450 = 0 + \beta_2 \times 1 + 0 \Rightarrow \beta_2 = 2450$$

$$2650 = 0 + 0 + \beta_3 \times 1 \Rightarrow \beta_3 = 2650$$

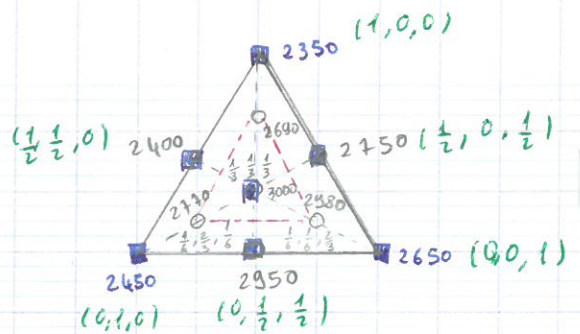
étape 1 : estimation des  $\beta_i$

$$\beta_1 \rightarrow \theta_1 = 2350$$

$$\beta_2 \rightarrow \theta_2 = 2450$$

$$\beta_3 \rightarrow \theta_3 = 2650$$

$$\eta_I = 2350 x_1 + 2450 x_2 + 2650 x_3$$



le modèle de degré I n'est pas prédictif

Vérification du modèle  $\eta_I$

$$2350 \times \frac{1}{2} + 2450 \times \frac{1}{2} = 2400 \quad | \quad 2400$$

$$2350 \times \frac{1}{2} + 2650 \times \frac{1}{2} = 2500 \quad | \quad 2750$$

$$2450 \times \frac{1}{2} + 2650 \times \frac{1}{2} = 2550 \quad | \quad 2950$$

Le modèle de degré I n'est pas prédictif

étape 2 : estimation de  $\beta_{ij}$

$$2400 = \frac{1}{2} \beta_1 + \frac{1}{2} \beta_2 + \frac{1}{4} \beta_{12}$$

$$\beta_{12} = 4 \times 2400 - 2(\beta_1 + \beta_2)$$

$$\beta_{12} = 4 \times 2400 - 2(2350 + 2450) = 0$$

$$2750 = \frac{1}{2} \beta_1 + \frac{1}{2} \beta_3 + \frac{1}{4} \beta_{13}$$

$$\beta_{13} = 4 \times 2750 - 2(2350 + 2650) = 1000$$

$$2950 = \frac{1}{2} \beta_2 + \frac{1}{2} \beta_3 + \frac{1}{4} \beta_{23}$$

$$\beta_{23} = 4 \times 2950 - 2(2450 + 2650) = 1600$$

$$\text{soit } \eta_{II} = 2350 x_1 + 2450 x_2 + 2650 x_3 + 1000 x_1 x_3 + 1600 x_2 x_3$$

Vérification du modèle  $\eta_{II}$

$$(2350 + 2450 + 2650) \times \frac{1}{3} + (1000 + 1600) \times \frac{1}{9} = 2772 \quad | \quad 3000$$

étape n° 3 : estimation de  $\beta_{123}$

$$3000 = (\beta_1 + \beta_2 + \beta_3) \times \frac{1}{3} + (\beta_{12} + \beta_{13} + \beta_{23}) \times \frac{1}{9} + \beta_{123} \times \frac{1}{27}$$

$$\beta_{123} = 27 \times 3000 - 9(2350 + 2450 + 2650) - 3(1000 + 1600)$$

$$\eta_{III} = 2350x_1 + 2450x_2 + 2650x_3 + 1000x_1x_3 + 1600x_2x_3 + 6150x_1x_2x_3$$

Vérification du modèle  $\eta_{III}$

$$\begin{array}{l|l} \eta_{III} \left( \frac{2}{3}, \frac{1}{6}, \frac{1}{6} \right) = 2606 & 2690 \\ \eta_{III} \left( \frac{1}{6}, \frac{2}{3}, \frac{1}{6} \right) = 2786 & 2770 \\ \eta_{III} \left( \frac{1}{6}, \frac{1}{6}, \frac{2}{3} \right) = 2969 & 2930 \end{array}$$

si le modèle de degré III n'était pas valide, on aurait pris le modèle de degré II en choisissant 1 triangle + petit où il y aurait les meilleurs points  $\triangle$

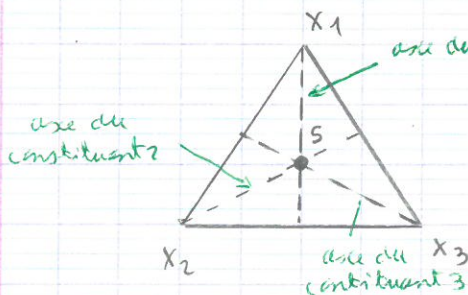
## XI Analyse graphique du modèle

Le modèle va donner lieu au tracé de la surface de réponse, courbes iso-réponse

- courbes iso-réponse
- tracé de la surface de réponse

Peut-on trouver mieux que 3000. On choisit parmi les traitements expérimentaux celui qui est le + proche de l'optimum, on considère qu'il s'agit d'un mélange de référence et on le note S. Il n'est pas obligatoire que ce soit le meilleur soit au centre du cube.

Peut-on faire mieux que ce mélange de référence ?

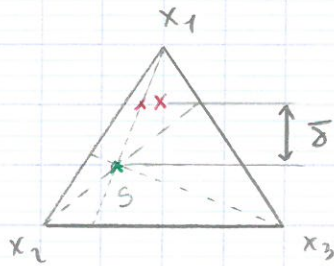


Dans quel proportion doit-on faire varier les 11 des mélange de référence pour s'éloigner de ce mélange en allant dans la direction optimale ?

On définit pour ça autant d'axes qu'il y a de constituants et on va visualiser la réponse y le long des axes

l'axe est défini par une droite passant par le mélange de référence et l' sommet.

Il est important de connaître l'équation des pts des mélanges situés à l'axe pour pouvoir activer le modèle.



S a pour coordonnées :

$$S(s_1, s_2, s_3).$$

soit  $X(x_1, x_2, x_3)$  tel que

$$x_1 = s_1 + \delta$$

que vaut  $x_2$  et  $x_3$  ?

on admet que  $S(30\%; 60\%; 10\%)$   $\delta = 10\%$

$X(40\%; ?; ?)$

$$\begin{cases} x_1 = s_1 + \delta \\ x_2 = s_2 + A \\ x_3 = s_3 + B \end{cases}$$

on fait la somme des 3 équations :

$$\underbrace{x_1 + x_2 + x_3}_1 = \underbrace{s_1 + s_2 + s_3}_1 + \delta + A + B$$

$$\text{soit } \boxed{A + B = -\delta}$$

$$\frac{s_2}{s_3} = \frac{x_2}{x_3} = \frac{s_2 + A}{s_3 + B}$$

$$s_2(s_3 + B) = s_3(s_2 + A)$$

$$s_2 s_3 + s_2 B = s_3 s_2 + s_3 A$$

$$s_2 B = s_3 A$$

$$\text{soit } \boxed{-s_3 A + s_2 B = 0}$$

$$\begin{cases} s_3 A + s_3 B = -s_3 \delta \\ -s_3 A + s_2 B = 0 \end{cases}$$

$$(s_3 + s_2) B = -s_3 \delta$$

$$\text{soit } B = \frac{-s_3 \delta}{s_3 + s_2} = \frac{-\delta s_3}{1 - s_1}$$

$$\begin{cases} -\alpha_2 A - \alpha_2 B = \alpha_2 \delta \\ -\alpha_3 A + \alpha_2 B = 0 \end{cases}$$

$$-(\alpha_2 + \alpha_3) A = \alpha_2 \delta$$

$$\text{soit } A = -\frac{\alpha_2 \delta}{\alpha_2 + \alpha_3} = \underline{\underline{-\frac{\alpha_2 \delta}{1 - \alpha_1}}}$$

on peut écrire

$$\begin{cases} x_1 = \alpha_1 + \delta \\ x_2 = \alpha_2 - \frac{\delta \alpha_2}{1 - \alpha_1} = 51,4 \\ x_3 = \alpha_3 - \frac{\delta \alpha_3}{1 - \alpha_1} = 8,5 \end{cases}$$

X =

$$X = (40\%; 51\%; 9\%)$$

De façon générale, ds l mélange à q constituants, si le constituant i subit une augmentat° alors les autres constituants subissent une diminut° de :  $x_j = \alpha_j - \frac{\delta \alpha_j}{1 - \alpha_i}$   $j \neq i$

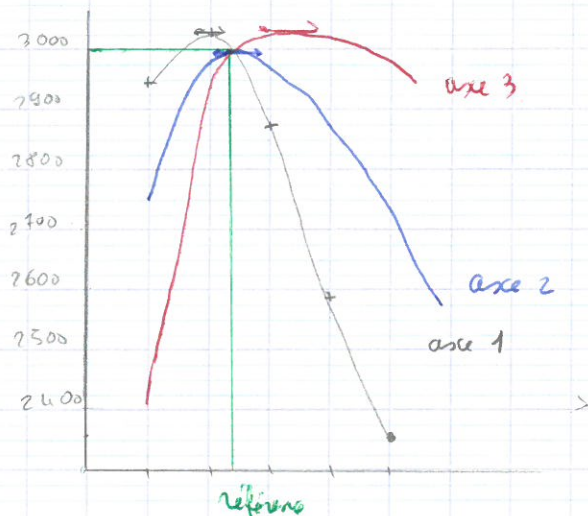
Trace suivant l'axe X<sub>1</sub>

|   | $x_1$ | $x_2$ | $x_3$ | $\delta$ | Y    |
|---|-------|-------|-------|----------|------|
| 1 | 0,00  | 0,50  | 0,50  | -1/3     | 2950 |
| 2 | 0,25  | 3/8   | 3/8   | -1/12    | 3034 |
| 3 | 0,50  | 1/4   | 1/4   | 1/6      | 2867 |
| 4 | 0,75  | 1/8   | 1/8   | 5/12     | 2590 |
| 5 | 1,00  | 0     | 0     | 2/3      | 2350 |

pour calculer Y on utilise  $\eta_{III}$

$$\delta = x_1 - \alpha_1 = x_1 - \frac{1}{3}$$

$$\begin{aligned} x_1^{\text{opt}} &= 19,91\% \\ x_2^{\text{opt}} &= 32,19\% \\ x_3^{\text{opt}} &= 47,30\% \end{aligned}$$



# ↳ Elaboration de la Fonte et des Aciers.

## I Introduction

Début : XVII<sup>ième</sup> siècle avant JC.

- Rives mer noire où on trouve les premiers objets en fer
- le fer possède les qualités d'un bon acier actuel

Développement industriel au XVIII<sup>ième</sup> siècle

- Utilisat° du coke à la place du charbon de bois
- fer pâteux
- 1860 : fer liquide

Pr chauffer le minerai il fallait du carbone, + le charbon de bois est pur, + le C est pur. Après le charbon de bois il y avait la houille on ne pouvait pas chauffer le minerai avec la houille donc on la distille et on obtenait la coke.

La fabricat° se fait en 2 parties :

- préparat° des fontes en haut fourneau
- préparat° des aciers, on utilise des convertisseurs, des fours à sole, des fours électr<sup>9</sup> (chauffage par arc électr<sup>9</sup>), ou coulées continues.

## II Les matières premières

### 1) le coke

Le coke c'est la distillat° de la houille dans 1 cokerie

On obtient les produits suivants : • des gaz ( $H_2$ ,  $CO_2$ ,  $CH_4$ ,  $C_2H_4$  ...)

- des essences
- des bitumes liquides
- des goudrons pâteux
- un résidu solide C pur : coke

## 2) Le minerai de fer

Il vient de Louvain (le puit est aujourd'hui fermé) et de Mauritanie (c'est à la surface du sol, pas besoin de creuser)

Il y a 2 usines :  
• Dunkerque  
• Fos sur mer

Composition du minerai : Fe (51,3%), SiO<sub>2</sub> (24,5%), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (1,15%), CaO (9,15%)

ou  $x$  Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (73%), quartz (22,1), silicate argileux (5%)

Ces compositions peuvent changer

## 3) La ferraille

Récupérat° de la ferraille on O<sub>2</sub> b

Il y a 2 types de ferraille : de l'industrie métallurgique, des ferrailleurs

La ferraille recyclée c'est ce qui marche le mieux

## 4) Autres matériaux

Fondants : la chaux CaO. (elle permet de  $\downarrow$  le pt eutectic, pas besoin de trop chauffer)



Métaux : Mn, V, Al ... ce sont des pièges à oxygène.

Les réfractaires : on les a à partir de la silice, silico-alumineux, ou des alumineux

Les fluides : air, O<sub>2</sub> (très active le réact d'oxydat°), H<sub>2</sub>O (très refroidir)

on est obligé d'avoir des fluides.

## III Traitements physiques du minerai

### 1) Préliminaire

a) Concassage et broyage Réduct° de gros blocs en petit

b) le tri tri des  $\neq$  blocs

c) classement granulométrique

Direct : grilles, cribles, tamis

indirect: les grains sont séparés de l'oxydane (c'est fait en des petites particules entre 5 et 500  $\mu\text{m}$ )

Transport de la poudre par air comprimé, les grains entrent ds 1 cylindre l'air s'échappe, les grains tombent au fond, le débit d'air conditionne le classement granulométrique.

## 2) Traitements physiques

Le but du traitement "c'est d'éliminer le stérile ou le gangue (c'est ce qui entoure les particules de Fe)

a) Par densimétrie avec de l'air ou de l'eau

b) Par flottation basée sur les ~~hydrophobies~~ <sup>hydrophobies</sup> superficielle entre le stérile et le minerai ms doivent avoir la m<sup>e</sup> dimension

c) Par séparation magnétique  $\rightarrow$  voie sèche

$\rightarrow$  voie humide

On sépare tout ce qui est magnétique

Ensuite qd on a tout ça le minerai va être mis sous forme de briquettes

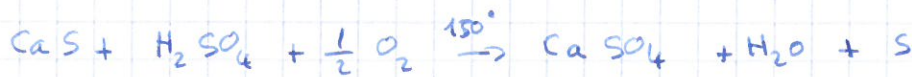
## 3) Traitements chimiques

• Décomposition des carbonates:



On les décompose avant de éviter d'avoir 1 gaz de + ds la composition du minerai

• Oxydation des sulfures:

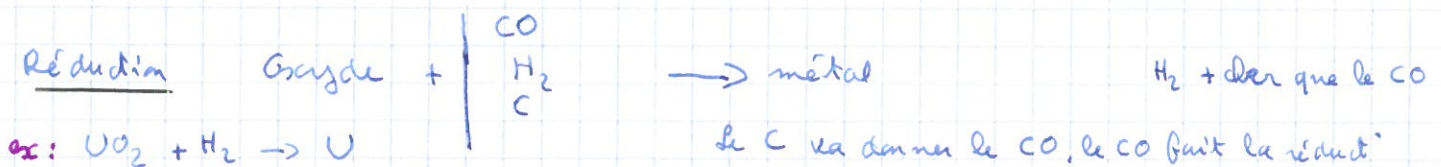


## IV Fabrication de la fonte

Les oxydes de fer doivent être réduits:

par le C à  $\theta$  moyenne

Fusion du Fer à  $1535^\circ\text{C}$





2 métallurgies suivent la fonte:

- celle des aciers courants
- celle des aciers spéciaux

## 1) Structure du haut fourneau (feuille 1)

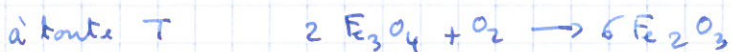
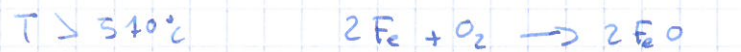
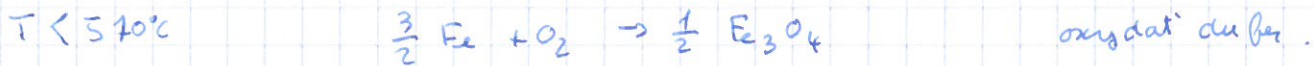
- Le creuset est en C : on récupère la fonte liquide
- Le tronc de cône : il y a la sortie des tuyères où on arrive de l'air à 1400°C sert à brûler le C du coke
- Le ventre : la  $\theta$  est entre 1000 - 2000°C
- La cuve
- Le gueulard : début des réact°, les  $\theta$  vont jusqu'à 1000°C

Tours de refroidissement

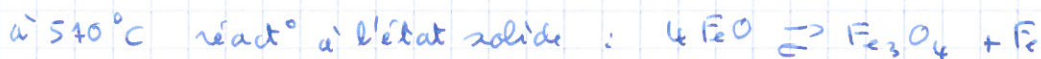
Tours de dépoussiérage

Tours de réchauffage

## 2) Réactions chimiques



Les 3 premières courbes ont 1 pt commun à 540°C



réact° réversibles en fonct° de la  $\theta$ , chacune des réact° possèdent 1  $\Delta G$

+ le  $\theta$  et + CO est stable

qd la  $\theta \nearrow$ , CO donne du  $\text{CO}_2$  (sous 700°C)

### 3) Fonctionnement du haut fourneau

Un flux de gaz chaud traverse les couches de coke et de minerai.

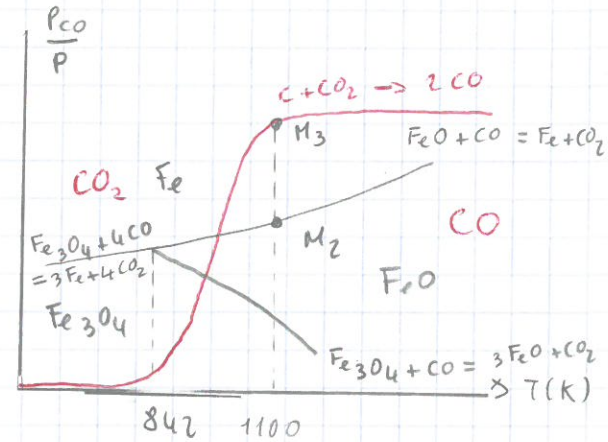
Au contact de  $FeO$  avec un excès de  $CO(M_3)$

①  $FeO$  est en présence de  $CO$



$CO$  est consommé,  $P_{CO}$  diminue de  $M_3$  à  $M_2$

$P_{CO}$  : Pression partielle de  $CO$



② Les gaz chauds entrent en contact avec le coke C

$CO_2$  produit réagit avec C pour reformer du  $CO$



La pression de  $CO$  remonte de  $M_2$  à  $M_3$

③  $CO$  formé rencontre  $Fe_3O_4$



La quantité de  $CO_2$  augmente et la  $P_{CO}$  diminue

④ Le gaz carboné formé rencontre le coke C



Mais la  $\theta$  a baissé, soit la réaction change de sens



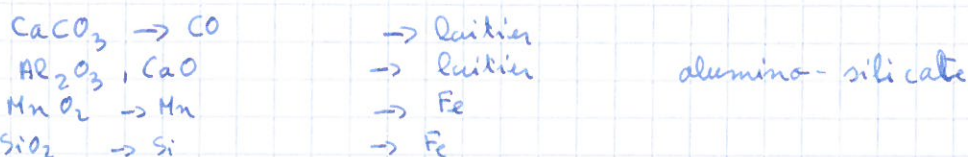
A cause de la vitesse du courant gazeux :

- le pourcentage de  $CO$  est très en excès
- la réduct° des oxydes de fer est totale grâce à l'éliminat° de  $CO_2$

### 4) Formation du laitier

ca'd que la gangue et fondants réagissent

Diagramme ternaire  $CaO - SiO_2 - Al_2O_3$  - composés silico-alumineux



compositif :  $\text{SiO}_2$  (35%),  $\text{CaO}$  (45%),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (20%)

Dépuration de la fonte :  $\text{CaO} + \text{FeS} + \text{C} \rightarrow \text{CaS} + \text{Fe} + \text{CO}$

Le laitier sert à faire l'empilage de route, des fibres

Indice de laitier  $I = \frac{\text{CaO} + \text{MgO}}{\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2}$

indice de basicité  $I' = \frac{\text{CaO} + \text{MgO}}{\text{SiO}_2} = \frac{\text{taux de base}}{\text{sur l'oxyde acide}}$

Ce laitier est surveillé, il y a l'ortie laitier

### 5) les différentes fontes

Il y a l'ortie fonte, il y a des milliers de fontes. Plus de la fonte Française il y a trop de P

- selon l'origine :
  - du bois (sans S ni P)
  - Hématite (sans P)
  - phosphoreuse avec P (fluide et cassante)
- selon leur structure cristallographique :
  - Blanche ( $\text{Mn}$  et  $\text{Fe}_3\text{C}$ )
  - grise (Si etc)
- selon leur destinat' :
  - fonte d'affinage
  - fonte de moulage (bloc moteur, support des ponts)
- Composition : C (3 à 5%), Si (0,5 à 2,5%), Mn (0,6 à 6%), S (0,05 à 0,12%)  
P (0,05 à 2,2%)
- avec des gaz occlus :  $\text{O}_2$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{H}_2$  ...
- avec des métaux : Cu, Ni, Al, V ...
- avec d'autres éléments : As, Sb ...

## IV Fabrication de l'acier

- Fabriquer de l'acier et non du fer pur
- Préparer l'alliage de composition donnée

Il y a 3 étapes : → oxydation non sélective des impuretés : les impuretés

s'oxydent, le métal s'épure, une partie du fer s'oxyde

→ phase de désoxydat' du fer : Réduction par C

→ mise au pt de la composition par addition des éléments métalliques pour la composition désirée.

### 1) Les convertisseurs (feuille 2)

Ils sont destinés à oxyder les impuretés :

- par insufflation d'air, d'oxygène pur
- Réact° exothermique

quelques dates : . 1864 BESSEMER

. 1878 THOMAS

. 1950 LINZ-DONAUWITZ lance à  $O_2$

OLP oxygène lance fondre lance  $O_2$  et  $CaO$

KALDO en "décarbure" sous vide"

### 2) le four à sole

En 1865 procédé MARTIN. Ajout de la fonte liquide de minerai de fer  $O_2$  du minerai diffuse dans le métal et oxyde les impuretés - lent 12 heures

### 3) le four électrique

• Pour les aciers de qualité: augmenter le contact scories - métal fondu UGINE-PERRIN. La fonte liquide versée d'une hauteur importante de la laitier fondu. Format° d'émuls°, les impuretés oxydées passent de la laitier. (=) on obt

## VI Coulée des alliages

Mise en forme d'un métal pur

- pesage d'une poudre puis frittage
- forgeage
- Coulée de moule ou en continue

Cristallisation du métal. Texture qui miro la vie de l'alliage

## 1) Préparation des alliages

Elle est obtenue par :  $\rightarrow$  élaborat° direct au C

$\rightarrow$  addition des élém<sup>t</sup> : alliages spéciaux

mélange de métaux fondus = réact° scotcherm<sup>d</sup>

éviter oxydation ou nitrurat°

- fusion et coulée sous vide
- désoxydat° sous fluxe inerte

Dans certains cas on ajoute de la poudre d'aluminium.

Il y a 2 types de coulée en lingot et coulée continue

## 2) coulée en lingot

- Pyramide tronconique inversée à base carrée (5 à 10 T)
- Récipient métall<sup>q</sup> revêtu de briques réfractaires en silico-alumineux jointées par du fisé
- Après refroidissement la sfc du métal présente une retassure (un creux : où il y a des impuretés) (feuille 3, schéma 1)

### a) la retassure

Provient de la  $\neq$  de volume entre le métal liquide et le métal solide

Refroidissement hétérogène.

Les parois et le fond se refroidissent plus rapidement.

Le liquide descend au centre du lingot au fur et à mesure du refroidissement

À la sfc se crée 1 dépress°

À cause de la forme troncon<sup>q</sup> la retassure est rejetée vers le haut

### b) la texture

La peau  $\rightarrow$  zone mince le long des parois

$\rightarrow$  centres de cristallizat° nombreux

$\rightarrow$  cristaux équiaxes petits

$\rightarrow$  orientat° qcq

zone basaltique : croissance préférentielle des cristaux de la périphérie vers le centre. → élimination des cristaux mal orientés

→ lié à la vitesse de déplacement de l'isotherme

→ grand axe  $\perp$  isotherme.

(feuille 3 schéma 2)

→ zone à grains équiaxes

→ gradient à T faible

→ liquide en surfus° = germination germes de toutes les directions

Impuretés à la surface du liquide (feuille 3 schéma 3)

### 3) Coulée continue

• Obtient rapide d'unseau capable de maintenir le métal liquide jusqu'à solidification

• Coulées → verticales  
→ verticales avec atriage  
→ courbes

• Description. → Rods contenant le métal liquide  
→ Répartiteur  
→ Lingotière refroidie  
→ zone de refroidissement.

• Paramètres → Température  
→ Vitesse de la brame 1 m par min  
→ Protect° du métal  
→ Poudres de couverture du métal liquide  
→ Presseur magnétique du bain  
→ Protect° du produit coulée par gaz inerte ou buselette immergée

Propriétés du produit coulé → Très bon état de surface

→ Structure affinée

→ Très mince  $e = 3 \text{ à } 4 \text{ cm}$  ou  $1 \text{ à } 6 \text{ mm}$

#### 4) Le moulage

##### a) Coulabilité

Elle dépend de la composition, lorsque le métal est pur on obtient un liquide "parfait" et l'alliage → liquide pâteux. On s'il faut vérifier la coulabilité à l'aide d'une spirale.

##### b) moulage en sable

On compacte le moule en sable et dans les parties creuses on met "un noyau soluble". Pour très longtemps à refroidir (1 à 2 jours), on a alors développement de cristaux basaltiques du côté des parois (là où le refroidissement est rapide) sinon cristaux équiaxes.

##### c) moule en coquilles

Le moule est métallique avec des parois minces, refroidissement rapide de ce st des cristaux basaltiques qu'on aura.

Pour sortir la pièce, on casse le moule.

# Métallurgie des Poudres

Procédé céram<sup>q</sup> de product° de grandes séries (400 000 T/an)

Marché de l'automobile.

ex: tungstène  
molybdène Mo  
et réfractaires

Applicat° mécanique : Automobile, Aéronaut<sup>q</sup>, Matériaux durs et ultra-durs

Applicat° élect<sup>q</sup> : contacts, magnét<sup>q</sup> durs (aimants), magnét<sup>q</sup> doux

Applicat° anticorrosion.

Matériaux de toute nature : aciers, alliages légers, alliages non ferreux, métaux réfractaires, métaux composites, métaux haute porosité, métaux à gradients de propriétés

Procédés : préparat° des poudres : fines, ultrafines, nanométr<sup>q</sup>

compression uniaxiale, isostat<sup>q</sup> (compression de l'espace)

inject° des poudres

brittage ou consolidat°, formage direct à chaud

## Matériaux

Aciers : → Fe + 1-5% C

→ inox Fe C Cr Al

→ inox Fe C Cr Ni

→ aciers rapides : haute teneur en carbone = dureté

Métaux réfractaires → W Mo Nb Al, élém<sup>t</sup> chauffant, blindage ...

Métaux durs → WC-Co TiC-TaC : Co en phase liquide

Alliages → Al Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> B<sub>4</sub>C Al Ti(Co) superalliages

## Applications :

- Automobile : 10% → 25%, engrenages, poulies ...



- micromécanique : horlogerie (bracelet, boîtiers lunettes)  
textile (guide-fil, support)

- filtration : gaz, liquides, particules
- matériaux auto-lubrifiant : huile ou graisse

### Conclusions

Économie de matière première, d'usinage

Intérêt : passer directem<sup>t</sup> des poudres au produit fini

Finition : traitem<sup>t</sup> therm<sup>q</sup>, traitem<sup>t</sup> de sfc

# Synthèse des poudres métalliques

## Introduction

Il ya 2 types de procédés :

- Procédés physiques
- Procédés chimiques.

Dans les procédés physiques il ya 2 manières de faire

→ à partir de l'état solide : procédé de broyage type HAMETAG

(percuss° + écrasem<sup>t</sup>), COLDSTREAM (percuss° +

→ à partir de l'état liquide.

Dans les procédés chimiques : → réduct° directe de l'oxyde de fer : HÖGANAS

→ réduct° des oxydes des laminaires

→ réduct° des métaux carbonés

## I Procédés Physiques

### 1) Broyeur HAMETAG

broyage autogène

frottem<sup>t</sup> des particules les unes contre les autres, réduct° de 10°

rotat° des bras = percuss° et abrasion des grains entre eux peu balluant

Les grains sont récupérés dans un cyclone :

transport de la poudre par air comprimé, les grains entrent ds le cylindre  
l'air s'échappe, les grains tombent au fond

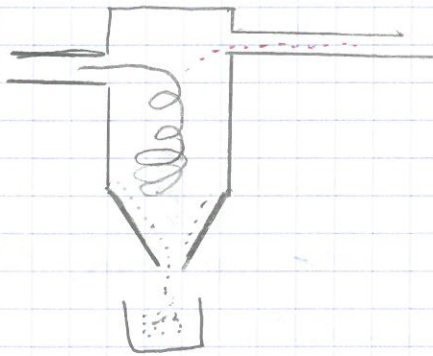
Le débit d'air conditionne le classement granulométrique

## 2) Broyeur COLDESTREAM

C'est 1 procédé peu polluant.

La poudre est entraînée par 1 fluide sous pression 1 bar à 20°C à travers une buse, refroidie brutalement à 0°C à 1 bar, projetée contre une paroi plane. La particule éclate sous l'impact.

La granulométrie est abaissée, la durée de  $\emptyset$  favorise l'éclatement des grains.



## 3) Broyage par attrition (frottement)

Attrition = frottement

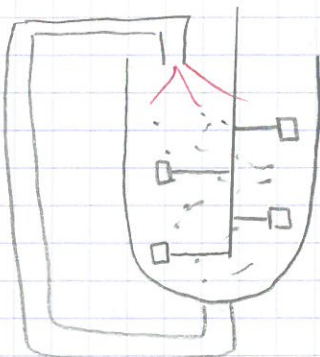
frottement des particules contre des billes d'acier 2 à 4 mm

des bras et des pales articulées tournant de 200 à 500 tours/min

La poudre est sous forme de suspension 50/50 poudre/solvant rapport de réduction de 50.

Broyeurs en batterie.

étape de réduction car la poudre est oxydée.



Remarque : c'est trois méthodes ne permettant pas de fabriquer de la poudre

## 4) A partir de métal liquide

### a) par atomisation

Le métal fondu pulvérisé es tenant close,

les gouttelettes rencontrent : de la vapeur d'eau, un gaz inerte ( $Ar, N_2, \dots$ )  
le vide.

La vapeur d'eau n'écoupe que l'en sfc

Le "froid" fige les gouttelettes sous forme de billes

Les granules st recueillies au bas de l'atomiseur

Le  $\Delta T = 500^\circ C$

### b) Les granules

Ce st des billes sphériques de diamètre 50 à 200  $\mu m$ , souvent es billes st creuses.

Sous vapeur d'eau,  $O_2$ .

## II Procédés chimiques

### 1) Réduction de l'oxyde de fer : procédé HÖGANAS

magnétite  $Fe_3O_4$  (feuille 4)

60% de poudre de Fe est obtenue par réduct° par CO

Il y a 2 alimentat° de la chaine au départ :

voie 1 : poudre C + CaO

voie 2 : minerai  $Fe_3O_4$

Empilement ds un cylindre vertical au centre : coke + CaO

au milieu : tube annulaire de  $Fe_3O_4$

à l'est : tube annulaire coke + CaO

Réduct° à  $200^\circ C$  four tunnel, cylindres sur wagonnet, dé-moulages

concassage, brayage, séparat° magnét°, réduct° et recuit à  $900^\circ C$  sous  $H_2$

obtent° éponge fer pur

La première réduct° laisse de l'O<sub>2</sub> dans la poudre de Fe

Pourquoi : Fe et C ne se mélangent pas

O<sub>2</sub> résiduel disparaît avec la 2<sup>ème</sup> réduct° sous H<sub>2</sub>, l'oxyde résiduel est transformé en Fe, en + recuit des grains durcis par le braquage

0,35% O<sub>2</sub> lié à Fe



Morphologie → poudres spongieuses, porosité ouverte importante, diamètre moyen 50 μm

## 2) Réduction des oxydes provenant des laminaires

provenance : brames et blooms

Nature : Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> séparé magnétiquement des autres oxydes

Impuretés : C et Mn (ce sont les seuls qui sont tolérés)

Traitement : braquage léger, tamisage, oxydat° complémentaire pour et transformer en Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, réduction par H<sub>2</sub> à 980°C (four à tapis)

Poudre : Fe spongieuse, φ = 50 μm sphérique, microporeuse

on dit que c'est le procédé PYRON

Les ferites dures (Zn Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, Ni Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, Mn Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) se fabriquent à partir de poudre de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

## 3) Réduction des métaux carbonyls

Procédé chimique

Poudres Fe et Ni

Réaction exothermique métal + CO



Gaz ou liquides à basses T

## 4) procédé électrolytiques

électrolyse de métaux en solution<sup>4</sup>.

chlorure, sulfate.

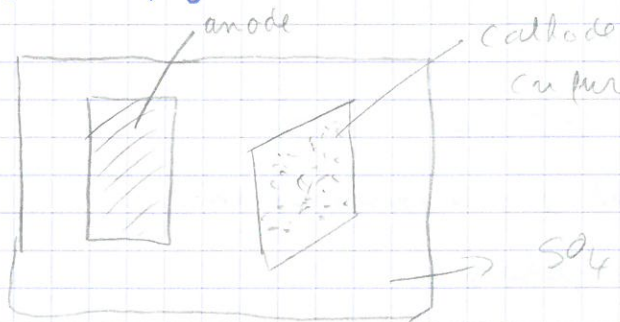
anode : fil du métal à déposer

cathode : plaque sur laquelle le métal se dépose sous forme de poudre

Réservé au cuivre de grande pureté : 99,999 %

on change souvent les feuilles de cathode.

Dégagement gazeux à maintenir



## III Les poudres alliées

### 1) préparation du mélange

poudres destinées aux alliages (inox ...)

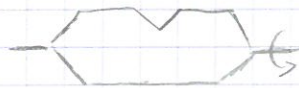
mélangeurs coniques ou en Y

à éviter : → la ségrégation des poudres de densité variées

→ la sédimentation



mélangeurs coniques



Adat  
poudre alliée  
→ Friitage

mélange de poudres  
Fe + C + Cr + Ni  
→ Friitage

### 2) poudres partiellement alliées

- mélange Fe Al Ni Cr
- traitement therm<sup>4</sup> très court
- frittage des particules les uns sur les autres par diffus<sup>0</sup> : collage.

### 3) Les poudres alliées

- mélange poudre A + poudre B
- traitem<sup>t</sup> therm<sup>4</sup> pour réaliser l'alliage AB
- chaque grain correspond à l'alliage AB
- 2 grains AB vont friter
- Alliages : Fe - Cu    Al - Ni    Al - Ti  
              Fe - Cr    Sn - Cu

### Conclusion

Les poudres que l'on achète, on les contrôle

→ teste sous hydrogène (vérificat<sup>o</sup> que la poudre est pure)

→ coulabilité, compressibilité, morphologie

→ résistance à vent (on essaye de comprimer la pastille qu'on obtient, on regarde si ça casse facilement ou non)

# Mise en forme des Poudres

mise en forme d'un poudre métall<sup>9</sup> c'est le façonnage

- compact<sup>o</sup> à froid : pressage

à chaud : compact<sup>o</sup> isostat<sup>o</sup> à chaud (CIC)

- inject<sup>o</sup> barbotine métallique

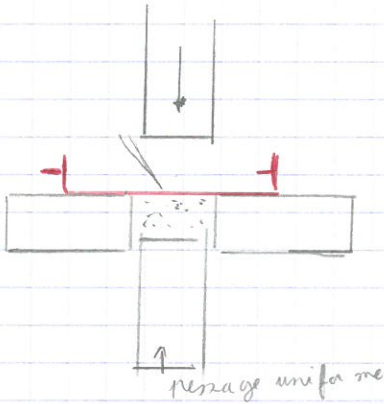
extrusion

## I Techniques de Pressage

Remplissage du moule automatique

Toujours la même quantité de poudre

Différents type de pressage : → uniaxial (on presse sous l'axe)<sup>o</sup> { soit simple effet  
soit double effet



→ isostatique (on presse sous les 3 axes)<sup>o</sup> { soit à chaud  
soit à froid

### 1) Pressage uniaxial

#### a) à simple effet

composé de un piston supérieur (tasse la poudre)

une matrice

un piston inférieur

un seul piston mobile

le piston supérieur tasse; écrase; casse, les grains ou les granules contre la matrice et le piston inférieur

démoulage : retourner la matrice



## b) à double effet

Il y a 2 pistons mobiles.

- Au départ, piston inférieur en posit' moyenne, remplissage de la matrice  
passage de la raclette, quantité exacte de poudre
- mise en mouvement des 2 pistons et de la matrice
- démoulage: la matrice s'abaisse à la hauteur du piston inférieur  
la raclette pousse le comprimé vers le distributeur. Agent de démoulage  
→ stéarate de Zn
- pression élevée: 100 à 700 MPa

## c) quels sont les problèmes?

- pressage simple effet:  
gradient de densité en haut densité élevée  
en bas densité faible  
accentué par la hauteur du comprimé
- pressage double effet  
faible densité au centre de la pièce  
solution: diminuer la hauteur de la pièce
- pressage double effet à matrice flottante  
la mobilité du moule doit supprimer cette zone  
cinématique de l'ensemble compliqué

## 2) Pressage isostatique

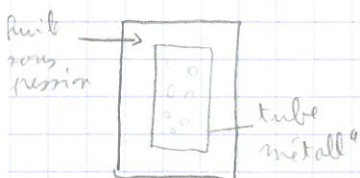
### a) à froid

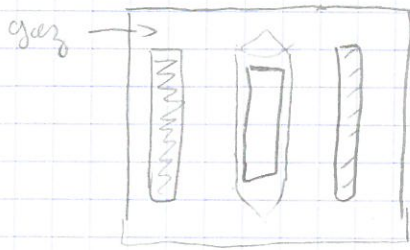
Le moule: en matière déformable → résines polymères  
→ caoutchouc, latex...

pression appliquée par l'intermédiaire → d'un gaz (argon)

→ liquide (huile)

→ des 3 dimensions 6000 bar





## b) à chaud

compact° et frittage en même temps

transmetteur de press° : un gaz : argon

enceinte : 1 tube blindé fermé : le corps, le couvercle doivent supporter des pressions élevées

le syst° de chauffage : résistor en carbone

le moule déformable : → métal déformable ne réagissant pas avec la poudre.

→ 1 céram<sup>q</sup> déformable : le verre de silice

→ remplissage sous vide et seulement du moule

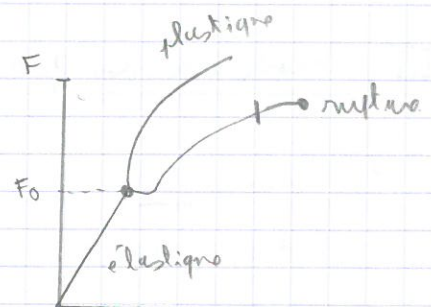
2000 °C et 2000 bar

## II La compression

### 1) Les phénomènes de compression

- densification et mise en place particulière (les particules se bien collées les uns contre les autres) frottement des particules les uns contre les autres, comblement des vides. (les grains vont casser sous "la press°" et combler les vides)
- déformat° plastique des grains et format° des liaisons
- diminution de la porosité

les poudres : taux de densification  $\rho = \frac{d}{d_{théor}^3}$   
 compressibilité normale  $\rho = 85\%$   
 haute compressibilité  $\rho = 90\%$   
 super compressibilité  $\rho = 93\%$



## 2) Equation de Hechel

Compression  $\rightarrow$  réaction d'ordre 1

Réactif  $\rightarrow$  porosité

Produit de la réact°  $\rightarrow$  densificat°

La variation de densité  $\rightarrow$  porosité

Soit  $D$  la densité à la pression  $P$

$1-D$  la porosité

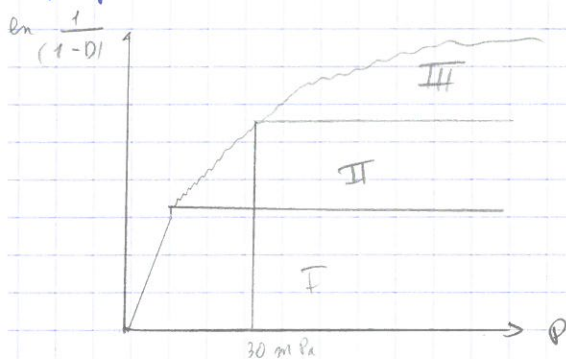
une réact° au 1<sup>ier</sup> ordre s'écrit

$$\frac{dD}{dP} = K(1-D)$$

$$\frac{dD}{1-D} = K dP$$

on intègre :  $\ln [1/(1-D)] = KP + \ln [1/(1-D_0)]$

graphe droit  $\ln [1/(1-D)] = f(P)$



I : densificat° de mise en place

(en classe d'air, on tasse)

II : densification par mort interparticulaires

III : densificat° par déformati° plast° avec for. mort° de liaisons

$P > 30 \text{ MPa}$  partie linéaire

pende = aptitude à la déformati° de la poudre

partie I peu visible

## III Injection des poudres métalliques

### 1) Généralités

Procédé MIM : Métal Inject° Molding

on va faire 1 comparaison

| <u>propriétés</u>       | <u>MP classique</u>      | <u>Injection</u> |
|-------------------------|--------------------------|------------------|
| taille poudre           | 200-500 $\mu\text{m}$    | 20 $\mu\text{m}$ |
| Déformat°               | plastique                | Indéformable     |
| Porosité avant frittage | 10-15% vol               | 30-40% vol       |
| lubrifiant - liant      | 2-3%                     | 30-40%           |
| Densité                 | non uniforme<br>gradient | uniforme         |
| Densité frittée         | 90%                      | 96%              |

Procédé :  $\rightarrow$  mélange des poudres  
 $\rightarrow$  granulation (poudre fine + barbotine)  
 $\rightarrow$  Injection  
 $\rightarrow$  déliantage  
 $\rightarrow$  frittage.

## 2) élaboration des pièces

### a) préparation du mélange de poudres

poudre métal<sup>l</sup> de taille fine entre 10 à 20  $\mu\text{m}$

ajout de polymère thermoplast<sup>l</sup> 30-40% vol : PE polyéthylène  
 PP polypropylène  
 cires  
 méthylcellulose ds l'eau

mélange à 100-150°C : pâte

granulat° de la pâte, stockage des granules

### b) Injection

L'inject° se fait ds 1 extrudeuse. On a des granules chauffés 130-200°C

Inject° sous pression 130-140 MPa, solidificat° ds le moule en qq secondes

pâte fluide = répartition uniforme ds le moule (isostatique) densité

homogène



Le moule est en forme de grappe = +eues pièces

Les conduits vers les pièces et réutilisés comme pour les plastiques

Les moules st très complexes.

Après frittage retrait de 40 à 50% attend au calcul des dimens° du moule

### 3) Cuisson et frittage

#### a) déliantage déliantage

C'est l'opérat qui consiste à éliminer les liants introduits

Il ya 3 types de déliantage : therm°, dans 1 solvant, catalyt°

déliantage therm° : les liants et thermoplast° st éliminés lentem<sup>t</sup> à 500°C

il faut conserver la forme de la pièce, on laisse partir les gaz sans fissures, on a une pièce poreuse fragile, on l'emmène tt de suite ds le four.

déliantage dans les solvants : dissolut° de la partie organ°. Liants et thermoplast°

dans le trichloréthylène, séchage du solvant, recyclage du trichloréthylène attend° on obtient 1 pièce fragile.

déliantage catalyt° : pièces étuvées à 120°C, atmosphère HNO<sub>3</sub> remplacé par N<sub>2</sub>

dissolut° partie organ°, le gaz de balayage permet 1 attaque catalyt° des volatils, brûlage en sortie par torchère, durée 10 h

remarque : épaisseur important → durée allongée

pièce fragile

#### b) frittage

Alliages ferreux : à 1200°C, atmosphère neutre, durée > 5-6 h

Alliages titane : 1400°C, durée : 8-9 h

Limites : petites pièces de formes complexes, séries limités.

Domains : pièces pour machine textile, pour horlogerie, lunettes, médical, armes

# Le frittage des poudres métalliques

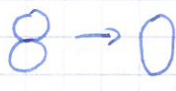
La densité finale des pièces frittées dépend de :

- la densité des comprimés après pressage
- la  $\theta$  de frittage
- la durée du frittage

La  $\theta$  dépend de métaux : - alliages Al 590-620°C      alliages W > 1200°C  
- bronzes cu-Sn 440-780°C      alliages Fe > 1200°C  
- laitons cu-Zn 890-910°C

Les  $\theta$  de frittage sont + basses que les  $\theta$  de fusion

## I Le frittage

C'est le lien entre 2 grains en contact. 

Il a 2 aspects : → thermodynamique : on passe d'une haute E à une basse E, mobilité des atomes

→ cinétique : diffusion, vitesse liée au coeff de diffus°

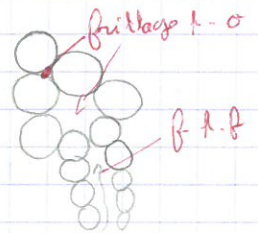
Il y a 3 stades :

- Formation des joints

- Élimination de la porosité ouverte

- Élimination de la porosité fermée

on mesure le retrait au fct° de la  $\theta$  en dilatométrie



## 1) Frittage en phase solide

Il est basé sur le mot de dislocat°, le mécanisme diffusionnel évaporat°-condensat°.

exemple : Une poudre possède l'excès d'E superficielle par rapport au monocristal de même masse. Cet excès correspond à la force motrice de frittage

2 possibilités pour réduire cet excès d'E :

- sondage des grains

- grossissement des grains, le nbre ↓

Il y a compétition entre les 2 cas par le chauffage.

1<sup>er</sup> cas: Le surplus énergétique dû aux interfaces solide-vapeur est peu utilisable.

Le soudure induit de n<sup>l</sup> interfaces = joints de grains. (cas de 2 sphères métall<sup>q</sup> reliées par l pont)

Les effets de courbures induisent des gradients de potentiel chim<sup>q</sup> correspondant à des gradients de T. Ces gradients st des moteurs de frittage:

→ ds la phase gazeuse la pression au-dessus de la sfc convexe > à celle de l'aplomb du pont de raccordem<sup>t</sup>

→ ds la phase condensée la [ ] de matière sous la sfc en compress<sup>o</sup> ds grains > à celle sous la sfc en tens<sup>o</sup> du pont

→ au centre des grains la matière est sans tens<sup>o</sup> (en fait en compress<sup>o</sup>)

quels st les chemins de diffusion?

A partir de la sfc des grains: évaport<sup>o</sup>-condensat<sup>o</sup>, diffus<sup>o</sup> gazeuse

A partir de la couche superficielle: diffusion superficielle

A partir de l'intérieur des grains: diffus<sup>o</sup> en volume

A partir du centre du joint de grain: diffus<sup>o</sup> aux joints de grains (type COBLE)  
diffusion en volume (NABARRO-HERRING)

A partir des dislocat<sup>o</sup> contenues ds les grains vers la sfc du pont: déformat<sup>o</sup> plast<sup>q</sup> du matériau.

On peut se traduire par 2 types d'effets:

> La matière vient de la sfc des grains: consolidat<sup>o</sup> sans changer de dimension (coalescence à densité cte)

> La matière vient du centre des grains: les centres se rapprochent, consolidat<sup>o</sup> et retrait.



## 2) Frittage en phase liquide

Les poudres ont au moins 2 constituants dont l'un doit fondre à la  $\theta$  de frittage.

pour les alliages lourds : W-Ni W-Ni-Cu W-Ni-Fe

Remplissage du liquide par capillarité d'où éliminat° de la porosité

3 étapes : ① réarrangement ; fusion, retrait rapide, effondrement des ponts entre particules

② dissolution précipitation : dissolut° du solide aux contacts, diffus° ds le liquide, précipitat° sur les sfc libres, rapprochement des centres des particules = retrait

③ coalescence : format° de grains + gros, éliminat° de pores résiduels, croissance des grains par dissolut° précipitat° (OSTWALD ripening), croissance de la taille des pores

## II Les fours de frittage (voir feuille D)

### 1) Les fours discontinus

supports en acier ou Mo,  $T < 1300^\circ\text{C}$  par lots,

cycle : montée palier descente, atmosphère contrôlée

### 2) Les fours à tige poussante

fours tunnels électr<sup>9</sup>, containers Mo, dalles poussées par un piston avance dalle par dalle.

3 zones : préchauffage, frittage atmosphère neutre, refroidissement sous atm variante four à tapis.

autre variante : four à bande (Fe-Cr-Ni), ses entrée et sortie, éléments chauffants

Mo  $T = 1200^\circ\text{C}$ , atm H (brûlé à la sortie : détonat°)

### 3) fours à bancanciers

m aspect que précédemment sauf que c'est suspendus



## u) fourns sous vide

Ils st verticaux ou horizontaux. Chauffage radiatif par Mo ou graphite

Pièces dans des conteneurs empilés. Durée de cuisson: 5-8 h

Fe-Cr WC Fe-Cr-Ni alliages durs.

Pompage de l'air à 2 étages ou pseudo vide (atm contrôlé), vide poussé

sous gaz  $H_2$ : W, Mo, bronze, fer pur  $H_2$  fissurise les métaux  
+ petit

sous  $N_2$ : Al, alliages Al

sous  $N_2 H_2$ : Fe-C, Ni, Ag, Cu

Méthode stat<sup>e</sup> ou automat<sup>e</sup>

## III Les atmosphères de frittage

Utilisat<sup>o</sup>: protect<sup>o</sup> de la pièce de l'oxydat<sup>o</sup>

Réduire oxygène résiduel des fondus

obtenir des composit<sup>o</sup> d'aciers

gaz:  $H_2$ ,  $N_2$ , craquage  $NH_3 = N_2 + H_2$

frittage:  $H_2 \rightarrow$  W, Mo, bronze, fer pur

$N_2 \rightarrow$  Al, alliages Al, nitrurat<sup>o</sup> aciers

$N_2 + H_2 \rightarrow$  Fe-Cu, aciers, Ag-Ni

## Conclusion

Un bon frittage nécessite de bien connaître le matériau et les paramètres.

- la densité à vert maximale
- la  $\theta$  vérifiée par dilatométrie
- la quantité de seconde phase ajustée
- l'atm contrôlée

# Les traitements post-frittage des poudres métalliques

on fait des traitements :  
mécaniques  
thermiques  
chimiques

Ils sont destinés à apporter à la pièce frittée 1 propriété particulière :  
remettre la pièce aux cotes, augmenter les qualités, modifier la microstructure  
protéger de la corros<sup>o</sup>, donner 1 aspect de sfc esthét<sup>y</sup>.

## I Les procédés de façonnage

On va remettre à la cote, Réajuster les formes, Augmenter la densité.

### 1) Procédé de compactation à froid

Ça ressemble à l'emboutissage, utilise des poinçons, plast<sup>q</sup> des métaux,  
press<sup>o</sup> modérée sur la pièce pour ôter le léger excès de cote, élimine les  
défauts de sfc, modifie la forme.

sur qq 10<sup>ième</sup> de mm.

### 2) Double compactations et frittages (feuille 6)

c'est le double frittage.

Mélange des poudres, 1<sup>ier</sup> pressage, traitement therm<sup>y</sup> : 1<sup>ier</sup> frittage  
2<sup>ième</sup> pressage, traitement therm<sup>y</sup> : 2<sup>ième</sup> frittage, remise à la cote

Avantage : → la densité et homogénéiser la microstructure.

1<sup>er</sup> exemple : Fe      1<sup>ier</sup> 600 Mpa      850°C      d = 7,1

2<sup>ième</sup> 600 Mpa      850°C      d = 7,5

2<sup>ième</sup> exemple : 1<sup>ier</sup> : préforme ébauche de la pièce

2<sup>ième</sup> : pièce finale

## II Modification interne des pièces

### 1) Infiltration

Pour des pièces à 10-15% porosité, comblent par le métal  $F_{imp}^o < F_{matrice}^o$

Porosité comblée par le métal liquide.

Fe fritté avec Cu liquide.

Alliages spéciaux: W avec Cu, W avec Ag, Mo avec Cu

### 2) Imprégnation

Comblent de la porosité par de la graisse, de la paraffine, de l'huile

processus: faire le vide

trempier la pièce ds le lubrifiant

appliquer une pression

applicat°: protect° de la corros° (silicone polymère)

lubrificat° des paliers, roulements

## III Les traitements thermiques

### 1) A Oa vapeur d'eau

ce fait uniquement sur de l'acier ou du fer ds l'étuve (450°C), sous press° (30 bar)

L'intérêt c'est qu'on forme rapidement de  $Fe_3O_4$  bouchant la porosité.

Très adhérent au métal.

Propriétés: augmentat° de la dureté de surface

augmentat° résistance usure

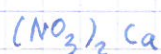
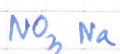
Ne touche pas les propriétés élast°

Dégagement important de  $H_2$  à brûler



### 2) dans les bains salins nitrurants

On trempe les pièces ds des sels fondus alcalins libérant  $N_2$



N libéré réagit avec le métal pour former une niture superficielle

L'avantage c'est qu'on ↑ la résistance mécan<sup>e</sup> à la fatigue.

Technique limitée : les alcalins attaquent l'acier (les pièces)

### 3) nitruration gazeuse



Nitruure à la sfc de la pièce, N diffuse sur 1 mm

Autre process : plasma  $\text{N}_2$

→ froid : décharge électri<sup>q</sup> pr imber  $\text{N}_2$ , N formé se dépose

→ chaud : arc soufflé sous Ar puis  $\text{N}_2$ , nitrurat<sup>o</sup> de la pièce

chambre sans  $\text{O}_2$  (rien apparit d'oxyde)

### 4) Carburat<sup>o</sup> gazeuse

Apport de C à la surface : ↑ la dureté et la résistance à l'usure

Process : porter la pièce à 800-900°C

chaque hydrocarbure  $\text{CH}_4, \text{C}_2\text{H}_6$

atm carbone : C diffuse

potentiel C  $\sim -\log P_C$

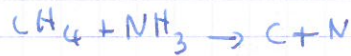
puis temps et durcis la sfc

format<sup>o</sup> de cémentite  $\text{Fe}_3\text{C}$

press<sup>o</sup> rec

### 5) Carbonitrurat<sup>o</sup> gazeuse

Nitrurat<sup>o</sup> et carburat<sup>o</sup> combinées



cumul des 2 propriétés,

Attent<sup>o</sup> sensible à l'oxydat<sup>o</sup>

## IV Les traitements de surface

### 1) Dépôts électrolytiques

On dépose : Ni, Au, Cr, Zn, Cd, Sn

épaisseur des dépôts 10 à 15 µm

combatt<sup>t</sup> de la porosité de sfc = aspect esthétique

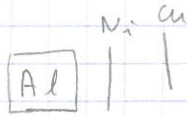
pièces denses très peu poreuses

exemple Ni patin Cu  
Cr " Fe

Al oxydat° anod°, permet la croissance de  $Al_2O_3$  (200-300 nm)

la couche d'alumine est poreuse, elle est comblée par t traitement à la vapeur d'eau 100°C.

Al dépôt Ni puis de Cu



Sn " n aspect stét°

Zn difficile, car bains chlorure de zincs st corrosifs

## 2) traitements avec phosphates

Protect° Fe et aciers

Adhérence des peintures

Immers° ds t bain de phosphate métall°

épaisseurs de qq µm 10-30 : Phosphate de fer

Résistance jusqu'à 500°C

Avant nettoyage, dégraissage

## 3) traitements au bore

• ↑ de la dureté superficielle de la pièce

•  $B_4C$  avec catalyseur  $KBF$

• chauffage entre 800-1000°C pdt 1 à 2h, la couche de bore est de  $10^{-2}$  à  $20 \cdot 10^{-2}$  mm.

• Réact° :  $Fe + B \rightarrow FeB$  et  $Fe_2B$

• Dureté : 1500 à 2000 HV (Vickers)

## 4) traitement au chrome

Protect° contre la corrosion, diffus° du Cr ds des fours à 1120°C

pièces ds t lit de poudre de Cr, Cr pénètre ds le réseau du Fe, Cr occupe les sites du Fe peu diffus°.

Zn sfc : alliage Fe-Cr  $10^{-2}$  à  $15 \cdot 10^2$  mm

concentrat. 35% + élevée qu'en cœur de la pièce

Variante :  $CrCl_3$ , forme  $FeCl_3$ , substitut ds le réseau

### 5) traitement au zinc

• protect° contre la corros° (diffusionnel)

• De'gainesage

• Traitent° à la vapeur d'eau

• trempage ds Zn liquide à  $400^\circ C$  1 à 2h

• Zn diffuse ds Fe

• 0,01 à 1mm

• combrem° des porosité

• protect° électrochim° anodique Zn  $E^\circ = -1,25V$

tant qu'il y a du Zn, Fe protégé Fe  $E^\circ = -0,44V$

### 6) Dépôts chimiques en phase vapeur et dépôts physique

• CVD : chemical vapor deposit°

• PVD : physical " "

• Améliorer la dureté superficielle (outil de coupe), Nitrures et carbonitrures

• " le protect° contre la corros° (électrode)  $TiB_2$  sur  $TiB_2$

• " l'adhésiv° de la sfc et dureté ( $TiN$ ,  $Cr$ )

• PVD

• CVD précurseurs gazeux:  $Si(CH_3)_4 + NH_3 \rightarrow SiN$  puis  $Si_3N_4$

Conclusion Les traitent° de sfc nécessitent de bien connaître le matériau

- la structure de la sfc

- l'influence des secondes phases ajoutées

- la chimie du matériau

- la propriété demandée.

# Céramiques

Le céram<sup>q</sup> est le matériau non métall<sup>q</sup>, non organ<sup>q</sup> qui au cours de son élaborat<sup>i</sup>, a été porté à haute  $T$ .

## Découverte

• début : 5000 av Jc on en trouve ds la mer noire, Chine, Egypte, monde méditerranéen.

Les céram<sup>q</sup> st fragiles mais résistance à la corros<sup>o</sup>, à l'usure, à la déformit<sup>o</sup>, à l'endommagement.

• Développement industriel au XX<sup>e</sup> siècle

Dans les céram<sup>q</sup> on peut trouver aussi éléments et bétons (ne suit pas le processus céram<sup>q</sup> qu'on connaît) verres, vitrocéram<sup>s</sup>

## Nature des céram<sup>q</sup>

Ds les céram<sup>q</sup> il ya des liaisons fortes au pt de v chim<sup>q</sup>, il ya des composés covalents  $SiO_2$ , BN,  $Si_3N_4$  ; composés ioniques  $MgO$ ,  $Al_2O_3$ ,  $ZnO$ ,  $ZnFe_2O_4$

Applicat<sup>o</sup> multiples : bâtiment, électron<sup>q</sup>, électrotechn<sup>q</sup>, machines outils, aéronautique, spatial, ménager, chimie

## 1) Historique

- céramiques traditionnelles (voir feuille 1)
- céramiques techniques (voir feuille 2)

Les céram<sup>q</sup> traditionnelles st des céram<sup>q</sup> poreuses : briques, tuiles, réfractaires, abrasifs, poteries, faïences (vernis, émaillés)

Les céram<sup>q</sup> traditionnelles peuvent être : non poreuse ; grès, stéatite  
 blinker, mosaïques, biscuit, dentaires, électrotechn<sup>q</sup>, grès zélé, grès  
 domest<sup>q</sup>, grès d'art, porcelains bone china, magnésiques, porcelaines  
 feldspath<sup>q</sup>. porcelaine normale c'est du kaolin (atm réductrice)  
 bone china " " " + os  
 stéatite sert à faire les fusibles

### 3) Céramiques techniques

- biom<sup>q</sup> biolog<sup>q</sup> : ZnO, Apatite
- électro<sup>q</sup> : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, BaTiO<sub>3</sub>, SiC, AlN
- magnétiques, ferrites
- optiques : ZnS, MgO, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ThO<sub>2</sub>
- Nucléaires : UC, UO<sub>2</sub>, SiC, B<sub>4</sub>C, B<sub>2</sub>O
- Thermiques : SiC, TiB<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
- Mécan<sup>q</sup> : C, BN, WC, TiC, ZrO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

### 4) A partir des matières naturelles

argiles, sable, silicates, silico-alumineux, alumineux, carbonate de Ca

### 5) A partir des composés chimiques

- oxydes simples : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, ZrO<sub>2</sub>, ZnO
- mélange d'oxydes (mixtes) composés : MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, BaTiO<sub>3</sub>, MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>
- non oxydes : nitrures : AlN, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, TiN
- carbures : SiC, TaC
- silicures MoSi<sub>2</sub>

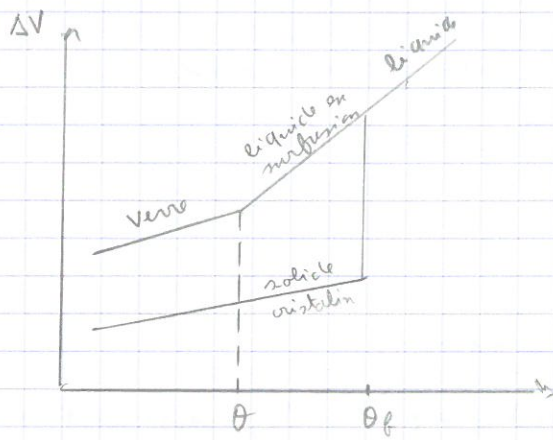
## II Matériaux obtenus par fusion

Vitriification et cristallizat<sup>o</sup> : verres, et vitrocéram<sup>q</sup>

### 1) Verres

oxydes → fusion = liquide → trempe → solide vitreux





Verre = formateur de réseau :  $\text{SiO}_2, \text{Al}_2\text{O}_3$

modificateur de réseau :  $\text{Na}_2\text{O}, \text{Li}_2\text{O}, \text{MgO}$

$\text{SiO}_2$ : tétraèdre  $\text{SiO}_4$

traitement therm<sup>a</sup> 600 à 1000°C

## 2) Vitro-céramiques

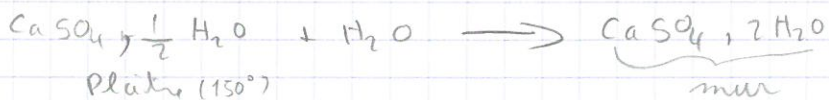
Verre partiellement cristallisé, coefficient de dilatation très faible

## III Matériaux obtenus par prise hydraulique

matière première : gypse  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ;  $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$  (plâtre)

Dissolution jusqu'à saturation, Reprécipitation =  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Est une prise hydraulique, contenu du béton et du ciment



$\text{CaSO}$

$\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$  retardateur } de prise  
 $\text{CaSO}_4 \cdot 0,1\text{H}_2\text{O}$  accélérateur }

# Frittage des Poudres Céramiques

Procédé céramique de production de grande série

Applicat° mécan° : Automobile, aéronautique, chimie, construction  
matériaux durs, Refractaires.

Applicat° anticorrosion : chimie

Applicat° électr° et magnét° : Substrats, isolants, condensateurs, magnét° durs  
magnét° durs (aimants), à gradients de propriétés

Filtration des liquides et des gaz

## Procédés

Parmi les procédés qu'on utilise il y a

- préparat° des poudres (brassage, tamisage, mélange, pesé), il y a préparat° des poudres par voie chim° on obtient des poudres fine, ultrafine, nanon°
- compress° uniaxiale, isostatique
- inject° des poudres
- coulage (en bande)
- frittage

Rappel :

$$\text{masse volumique } \rho = \frac{M}{V}$$

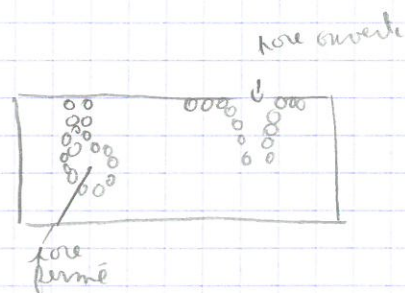
$$\text{masse volumique apparente } \rho' = \frac{M}{V'}$$

le compresseur est poreux

la pièce frittée est poreuse

$V'$  volume apparent tenant compte de la porosité

porosité ouverte ; pores reliés à l'extérieur



porosité fermée : pores bloqués à l'intérieur, isolés

porosité totale : à l'air = 40% du V

après frittage = de 10 à 1% de la porosité

Taux de densification  $\sigma = \frac{\rho'}{\rho}$

Les poudres se mis en formes par : pressage, coulage, inject, extrus<sup>o</sup>  
obtention d'un compact granulaire

Traitement thermique (= frittage)

Taille des poudres : de mm aux  $\mu\text{m}$  : réfractaires, grossiers

de 20  $\mu\text{m}$  à 1  $\mu\text{m}$  : céram<sup>q</sup> techn<sup>q</sup>

500 nm à 20 nm : nanomatériaux

Porosité à l'air : 60 à 40%

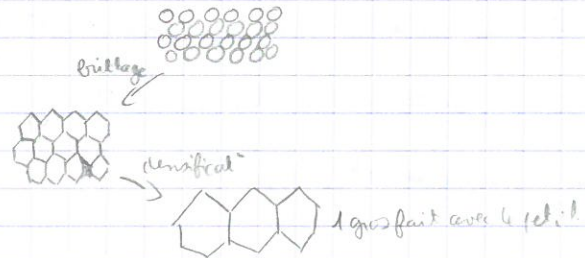
frittage : consist<sup>o</sup> de la porosité

variatio<sup>n</sup> de volume = retrait

$$\frac{\Delta V}{V} = 40\%$$

$$\frac{\Delta V}{V} = 3 \frac{\Delta L}{L}$$

d'où  $\frac{\Delta L}{L} = 13\%$

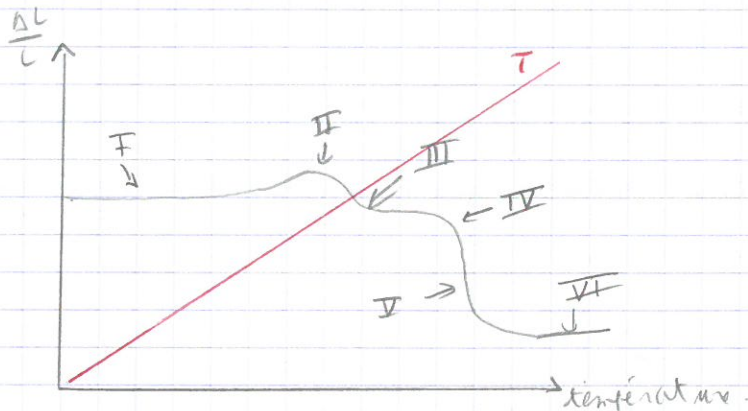


## I Description des phénomènes

### 1) Courbe de frittage

Mesure de  $\frac{\Delta L}{L}$  en fonct<sup>o</sup> de la  $\theta$ .

Dilatométrie



I: relaxat<sup>o</sup> des  $\sigma$  de compress<sup>o</sup>

compress<sup>o</sup> =  $\sigma$

chauffage = déplacement des grains

augmentat<sup>o</sup> de volume

dilatat<sup>o</sup> therm<sup>q</sup>

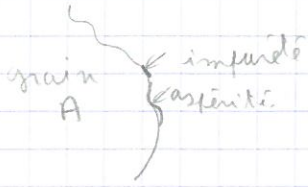
I: déliantage

Les liants organiques se décomposent

III: première cristallizat<sup>o</sup> 600 à 1000°C

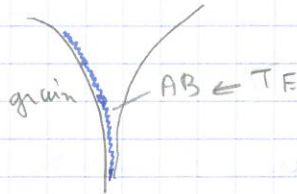
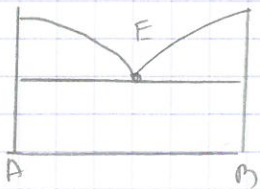
guérison des défauts liés au brassage, dilat<sup>o</sup> therm<sup>q</sup>

## IV: mise en ordre des inter-surfaces (joint de 2 grains)



À la sfc du grain A se développe 1 film de liquide de composition AB à température proche de celle de TE. Ce film permet le glissement des grains et augmente les sfc de contact.

À partir de ces joints il y a redistribution de la matière et réact physico-dim<sup>9</sup>



## V: frittage et retrait :

Évolut<sup>o</sup> du nbr de grains, disparit<sup>o</sup> des petits grains, grossissem<sup>t</sup> des gros grains, disparit<sup>o</sup> de la porosité.

fixée compacte et dense

## VI seconde cristallisation (!)

Après les mots de matière, il y a cristallisation. Puisque si on ↑ la  $\theta$ , les grains vont grossir, ça peut entraîner 1 porosité supplémentaire et ça va modifier le frittage, risque de décomposition du mélange.



### 2) Énergie à l'origine du frittage

C'est une réact<sup>o</sup> physico-dim<sup>9</sup> entre les grains avec échange de matière aux joints de grains

#### a) Énergie entre deux surfaces

La tens<sup>o</sup> superficielle  $\sigma$  s'exerce à la sfc

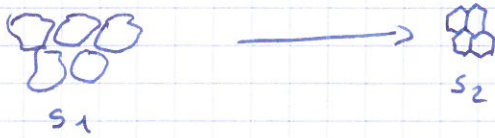
elle est faible à  $\theta$  ambiante → élevée à haute  $\theta$



Elle déforme le grain.

$$\Delta G = \gamma \Delta S$$

$\downarrow$                        $\downarrow$   
 $< 0$                        $< 0$

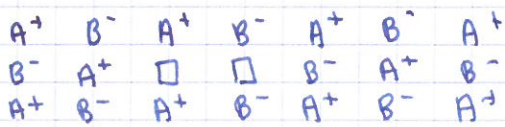


$Al_2O_3$  poudre  $S_1 = 100 \text{ m}^2/\text{g}$

pilée  $S_2 = 1 \text{ à } 4 \text{ m}^2/\text{g}$

$\Delta G = 600 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$

b) énergie liée à la présence de défauts structuraux



$\Omega$  volume d'un site, P pression extérieure,  $n_0$ : Nombre de défauts

N: Nombre de site.

on a:  $\frac{n_0}{N} = \exp\left[\frac{-E}{2kT}\right]$  et  $dE = P\Omega$

excès de défaut  $\Delta n_0$  traduit par l'excès d'E dE

soit  $\frac{n_0 + \Delta n_0}{N} = \exp\left[\frac{-(E+dE)}{2kT}\right]$

$$\frac{n_0 + \Delta n_0}{n_0} = \exp\left[\frac{-dE}{2kT}\right]$$

ln  $\left(\frac{n_0 + \Delta n_0}{n_0}\right) = \ln\left(1 + \frac{\Delta n_0}{n_0}\right) \approx \left(\frac{\Delta n_0}{n_0}\right)$

$$\frac{\Delta n_0}{n_0} = \frac{-dE}{2kT} = -\frac{P\Omega}{2kT}$$

La variation du nbre de défauts:  $\Delta n_0 = -\frac{P\Omega}{2kT} n_0$

Donc la matière va diffuser

si la matière diffuse il y a le fluage et cela va entraîner une déformation

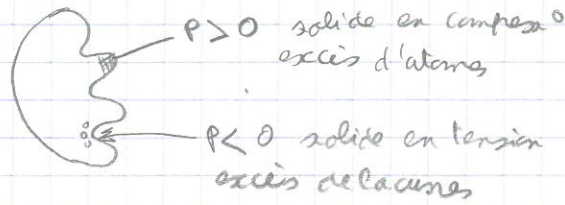
Loi de Laplace.

Une surface courbe entraîne  $\neq$  pression

$$\Delta P = \gamma \left( \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)$$



$T$



$$\frac{n_0}{N} = \text{Exp} \left( \frac{-E}{2kT} \right)$$

$$\frac{n_0 + \Delta n_0}{N} = \text{exp} \left[ - \frac{E + \Omega \Delta P}{2kT} \right]$$

d'où  $\ln \left( \frac{n_0 + \Delta n_0}{n_0} \right) = \frac{\Delta n_0}{n_0}$

$$\frac{\Delta n_0}{n_0} = \frac{\Omega \Delta P}{2kT} = \frac{\Omega \gamma}{2kT} \left( \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)$$

Avec des grains sphériques de rayon  $R$ .



$$\frac{\Delta n_0}{n_0} = \frac{\Omega \gamma}{kT} \left( \frac{1}{R} \right)$$

Par le frittage les petits grains disparaissent

### c) énergie liée à la présence d'une pression de frittage

$P$  définie pour une surface plane.

Formule de KELVIN :  $\ln \left( \frac{P}{P_0} \right) = \ln \left( \frac{P_0 + \Delta P}{P_0} \right) \approx \frac{\Delta P_0}{P_0}$

$$\frac{\Delta P_0}{P_0} = \frac{\Omega \gamma}{RT} \left( \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)$$

Transport de matière en phase gazeuse. La fc devient sphérique

### 3) énergie liée à la présence d'une phase liquide

présence du solide A et trace de solide B

A: temps frittage > temps eutectique : liquide (A, B)

Les forces capillaires ont tendance à rapprocher les particules

La press° ↑ la solubilité du solide dans le liquide, cela génère 1 gradient de  $[C]$  ds le liquide. phénomène de diffusion des espèces (liquide), réprécipitation des espèces dans une région non aux  $\nabla$ .



Pissolut° → diffusion → réprécipitat° = tout se passe en phase liquide.

## II Contrôle et activation du frittage

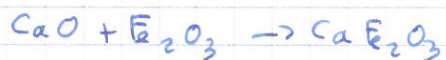
augmentat<sup>n</sup> de la vitesse de frittage = augmentat<sup>n</sup> du nbre de joints de grains

donc : réduire la taille des grains par des moyens : → physiques (broyages)

→ chimiques (copécipitat<sup>n</sup>, sels solubles...)

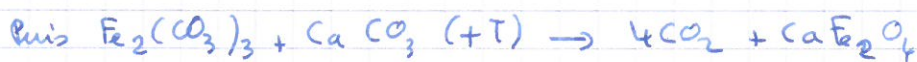
exemple :  $\text{CaFe}_2\text{O}_3$

• mélange des oxydes :



$$T_{\text{frittage}} = 1200 - 1300^\circ\text{C}$$

• par react<sup>n</sup> chim<sup>n</sup> :



### Conclusion

- \* frittage : → porosité des crues
- Morphologie des crues
- déliantage
- Analyse par dilatométrie
- Vêrifi<sup>n</sup> du retrait
- Morphologie des grains et de la phase intergranulaire

# Propriétés des oxydes réfractaires

Les principaux oxydes réfractaires : silice ( $\text{SiO}_2$ ), alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), zircone ( $\text{ZrO}_2$ ), thorine ( $\text{ThO}_2$ ), magnésite ( $\text{MgO}$ ), chaux ( $\text{CaO}$ ), oxyde de béryllium ( $\text{BeO}$ )

## I Généralités

Utilisés pour leurs propriétés:

- Récipients : (creuset, quinnes) inerte chimiquement
- Isolants : (bougies auto) propriétés élect<sup>9</sup> et therm<sup>9</sup>
- Structure : (briques, galets...) propriétés mécan<sup>9</sup> à haute  $\theta$

## II Propriétés chimiques

La stabilité chim<sup>9</sup> d'un composé est très importante

Il y a 3 types de stabilité : intrinsèque, ch  $\neq$  atmosphère et devant les autres matériaux

### 1) Stabilité intrinsèque : stabilité - de composition

Ce sont des oxydes très stables à l'ambiante ;  $\Delta G_f \ll 0$

Il faut fournir une très grande E pour les dissocier.

Très stables à haute  $\theta$ . Diagramme d'Ellingham  $\Delta G = f(T)$

Cas particuliers :  $\text{CaO}$  et  $\text{MgO}$

La droite présente 1 cassure. Ébullit<sup>o</sup> de Ca et de Mg métal déplacent de l'équilibre = favorise la décomposit<sup>o</sup>

Effet de la pression partielle d'oxygène.

| $P(\text{O}_2)$ ( $10^3 \text{ bar}$ ) | $\text{ThO}_2$ | $\text{Al}_2\text{O}_3$ | $\text{CaO}$ |
|--|----------------|-------------------------|--------------|
| à $1000^\circ\text{C}$                 | $10^{-40}$     | $10^{-26}$              | $10^{-20}$   |
| à $2000^\circ\text{C}$                 | $10^{-18}$     | $10^{-10}$              | $10^{-4}$    |



$P(O_2)$  faible = décomposit° faible = matériau stable

!> les graphes ne tiennent pas compte des réact° secondaires

(sc : sous-oxyde volatils)

## 2) Stabilité en atmosphère gazeuse

a) stabilité à l'air (atm oxydante)



Air = 20% de  $O_2$  = équilibre déplacé vers la gauche

= oxyde stabilisé à l'air

b) stabilité en atmosphère réduite



$\Delta G_{oxyde} > \Delta G_{eau}$

donc oxydes très stables à haute  $\theta$  sous  $H_2$

La réact° d'oxydat° de  $H_2$  n'a pas lieu

Mais oxydes réduits par CO à  $T < 2000^\circ C$

c) Autres atmosphères

• acides  $Cl_2, H_2S \dots$  résistent bien

• complexes  $N_2 + C$



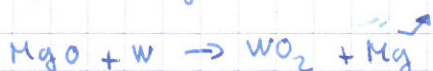
## 3) Déplacement par un autre métal



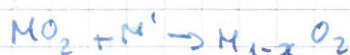
-  $\Delta G_f (MO_2)$  très élevée = pas de réact° sauf si M ou  $M'O_2$  est volatils

$\Delta G_{reformet}$

• cas de W et Mg

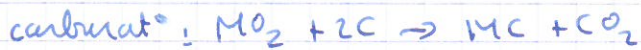


• Réact° secondaires



## ii) stabilité envers les autres réfractaires

Avec C deux réact° possibles :



pour des carbures très stables SiC, HfC, ZrC (très réfractaires)

Cas de +eux réfractaires : voir les diagrammes de phase  
oxyde bas<sup>o</sup> + oxyde acide  $\Rightarrow$  eutectique à bass pt de fus°  
cas de CaO + SiO<sub>2</sub>

## III Propriétés thermiques

T fusion, T de changem<sup>t</sup> d'état, coeff de dilatation, conductivité thermique

### 1) Température de fusion

La + basse : SiO<sub>2</sub> : 1720°C

Les oxydes st suffisamment réfractaires pour être utilisés dans n'importe quel condit°.

Certains oxydes possèdent des variétés allotropiques.

Cas de la silice : quartz  $\alpha$ ,  $\beta$ , tridymite, cristobalite

Les propriétés d'unt à chaque passage à une autre variété

Cas de la zirconne : monoclinique  $t < 1100^\circ\text{C}$

tétraгонаle  $1100 < t < 2300^\circ\text{C}$

cubique  $2300 < t < 2750$

ajout de CaO pour stabiliser d'où 2 variétés cubiques stables de 0°C à 2750°C

### 2) coefficient de dilatation

élevé pour les oxydes.

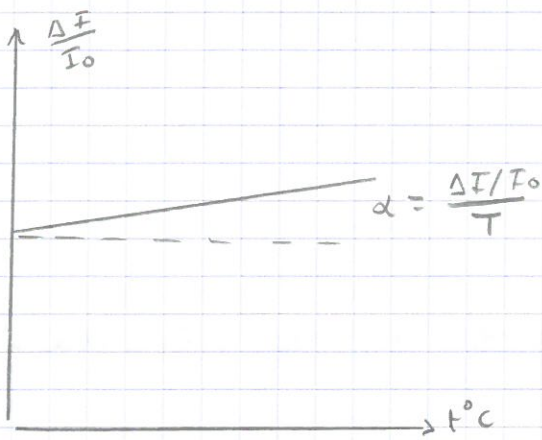
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  $8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

ZrO<sub>2</sub>  $10 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>  $3,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

BeO  $9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

SiC  $4,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$



La résistance aux chocs thermiques dépend de  $\alpha$ ,  $\alpha$  doit être le + faible possible, les oxydes sont peu résistants aux écarts de T

### 3) Conductivité thermique

Les oxydes sont des isolants thermiques (sauf BeO).

La conductivité thermique est assurée par :

dans les métaux : les  $e^-$

dans les céramiques : les  $e^-$  et les phonons

Les phonons : vibrations des plans cristallins  
majoritaires dans les céramiques

Cette conductivité dépend : du syst. cristallin, des défauts, de la non stoechiométrie, de la microstructure (grains, joints de grains), de la porosité

Avec la porosité  $P \nearrow \lambda \Rightarrow$  plus isolant

$\lambda \Rightarrow$  qd  $T \nearrow$  pour les matériaux denses  
inverses pour les poreux

$$\lambda = a(T) \cdot c_p(T) \cdot \rho(T) \quad \text{W m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$$

$a$  : diffusivité

## IV Propriétés mécaniques

### 1) à l'ambiant

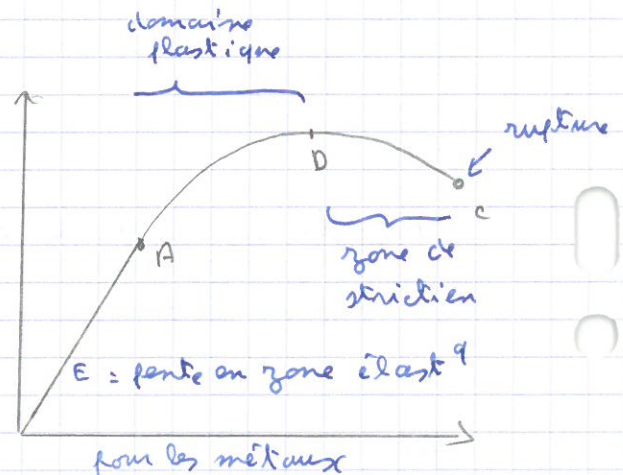
#### a) diagramme de traction

$\Rightarrow$  charge  $F$  en  $\text{KN}$

allongement  $\Delta l$  en  $\text{mm}$

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad \text{en MPa}$$

$$\text{déformation} \quad \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l_f - l_0}{l_0} \quad (\%)$$



pour les céramiques: 1 seul domaine (élastique)

en A: rupture brutale  $\rightarrow$  matériaux fragiles

$E$  élevé  $\rightarrow$  déformat' très faible  $\rightarrow$  matériaux rigide

% élongat' avant rupture:  $\sim 0,1\%$  ( $< 1\%$ )

$E_{\text{verre}} = 50 \text{ MPa}$

cristal  $\sim 400 \text{ MPa}$

## b) Propagation de fissure - rupture

La présence d'un défaut entraîne 1 [ ] de  $\sigma$  à la racine du défaut.

$$\sigma = A \phi^{-a}$$

$\sigma \searrow$  quand  $\phi \nearrow$

$\phi$ : diamètre des grains

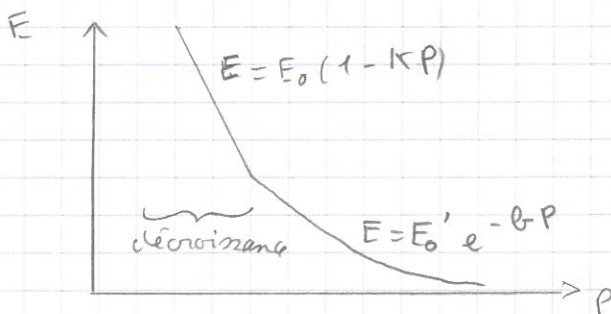
+ les cristaux sont petits, + les défauts sont petits

+ les grains sont fins et + le matériau est performant

### • Influence de la porosité

$E \searrow$  quand la porosité  $P$

porosité  $\nearrow \Rightarrow$  défauts de grande taille

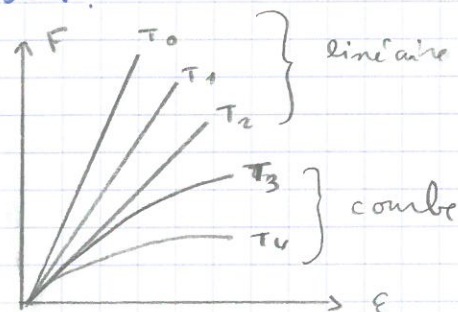
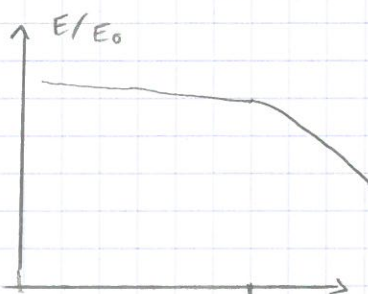


## 2) A Haute Température

### a) oxydes purs et denses

défauts, impuretés, au joints de grain, permettent des dislocat° et des glissement des grains les uns par rapport aux autres.

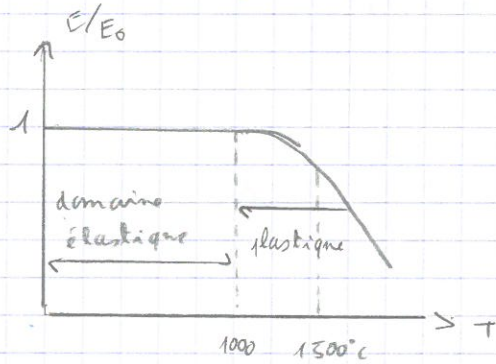
à  $1500^\circ\text{C}$  reste 85% de rigidité.



Le matériau fritté a la même tenue à la chaleur que le monocristal,  $\sigma_r$  + faible au départ pour le matériau fritté

b) oxyde impur

ex: Alumine fritté avec des silicates en phase intergranulaire



Si on fabrique l'échantillon massif de même composition que la phase intergranulaire : la rigidité chute dès 1000°C.

Le comportement du matériau impur est conditionné par celui de la phase intergranulaire.

De 20 à 950° → domaine élastique = matériau fragile  
courbe linéaire

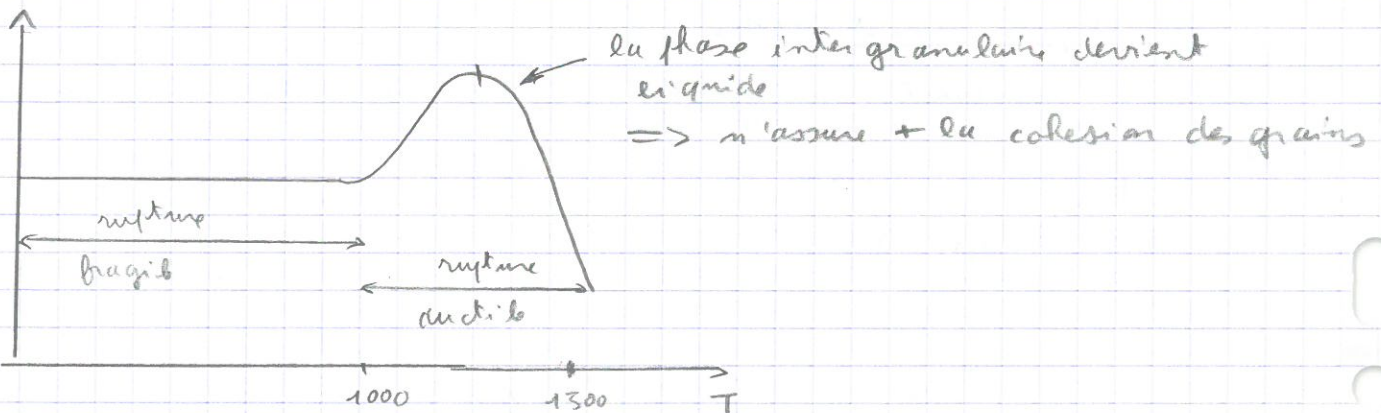
1100° = domaine élastique + domaine plastique

1300° } = domaine élastique } matériau ductile  
1400° } = domaine plastique }

phase intergranulaire visqueuse

⇒ remplissage des pores et fissures

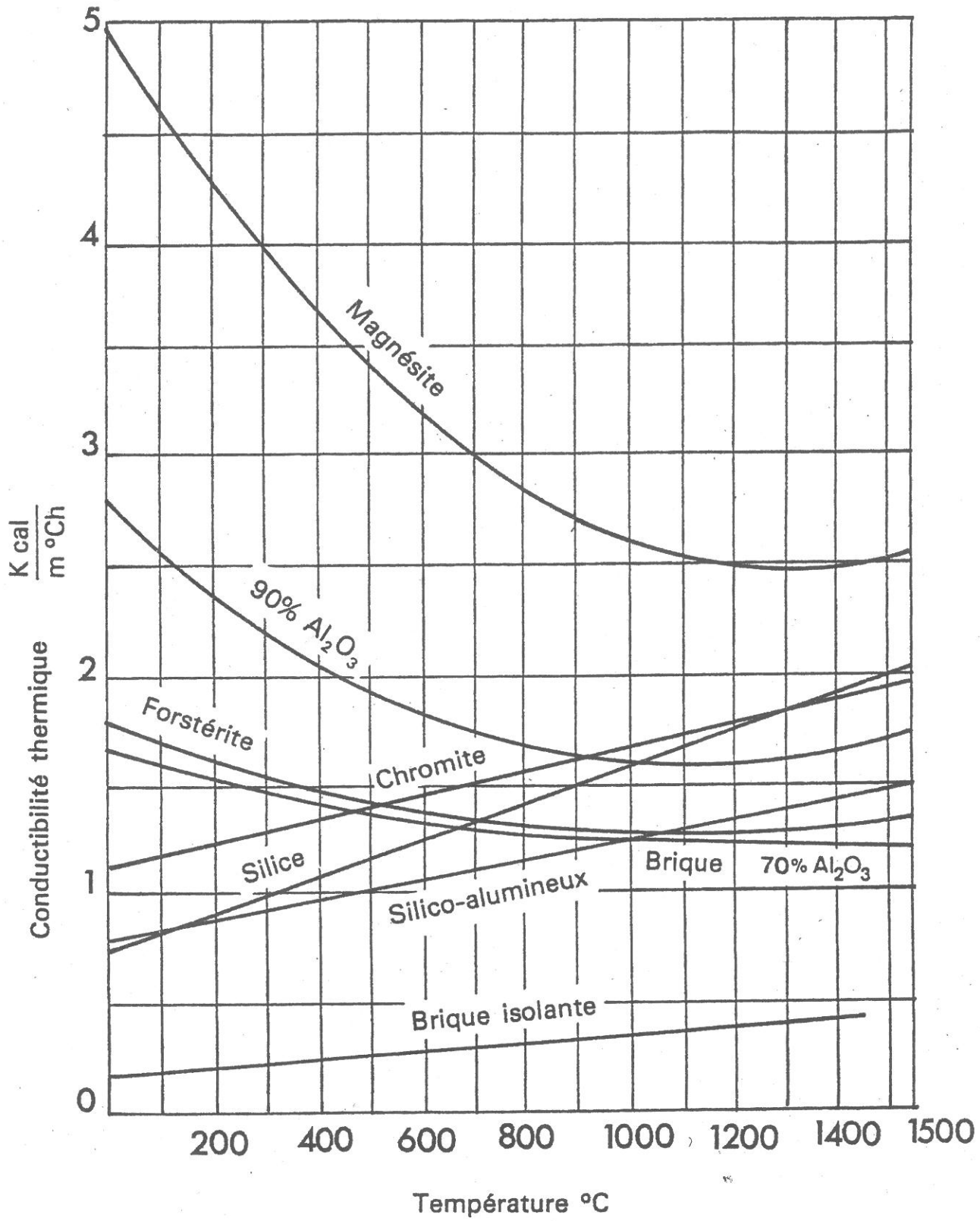
on parle de "guérison" des défauts



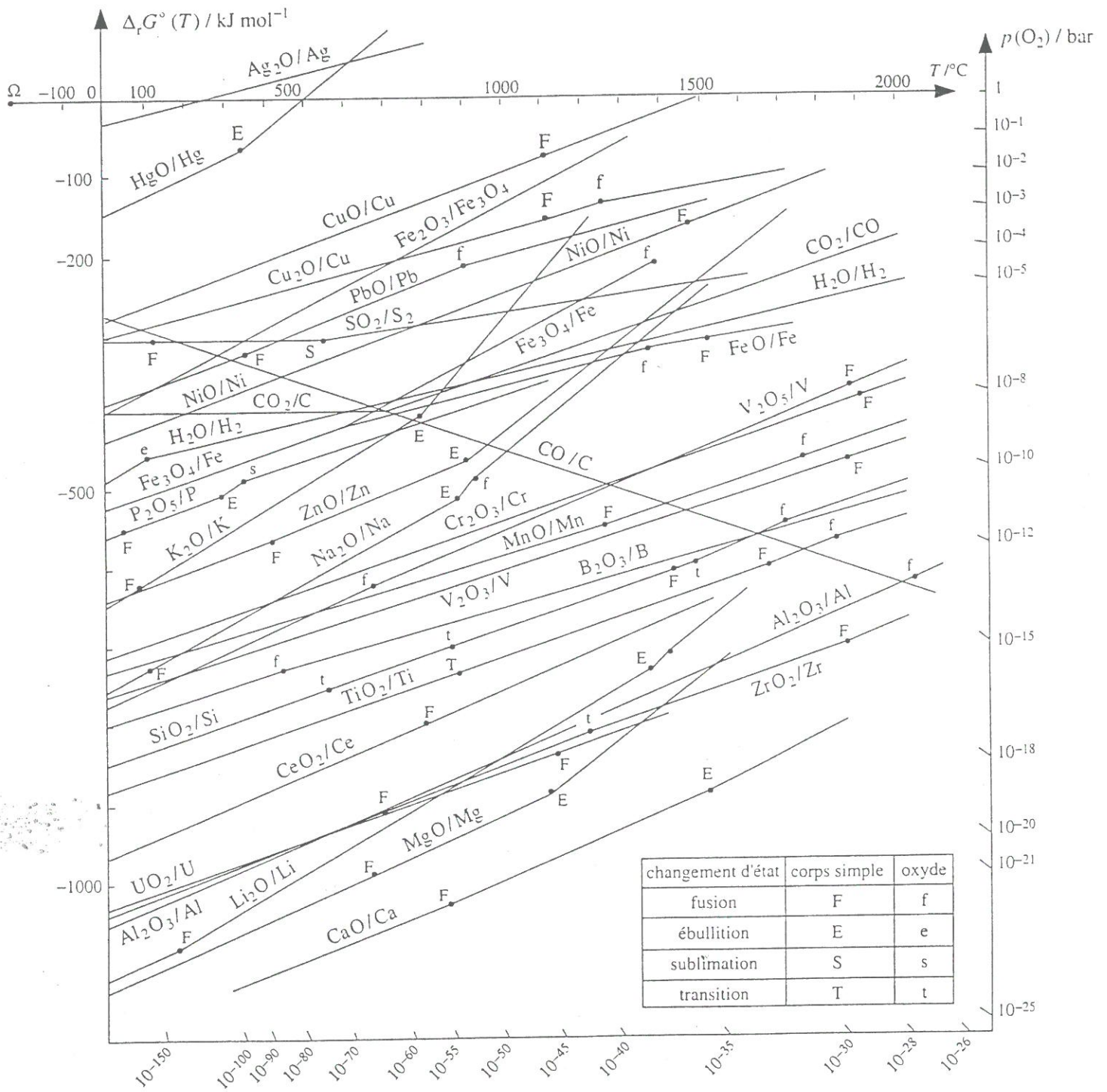
CCL: Les céramiques, st des matériaux sûrs pour 1 propriété donnée  
contrairement aux métaux, il st difficile de faire cohabiter des  
propriétés antagonistes.

elles peuvent avantageusement remplacer les métaux pour 1  
propriété spécifique

Propriétés des oxydes réfractaires

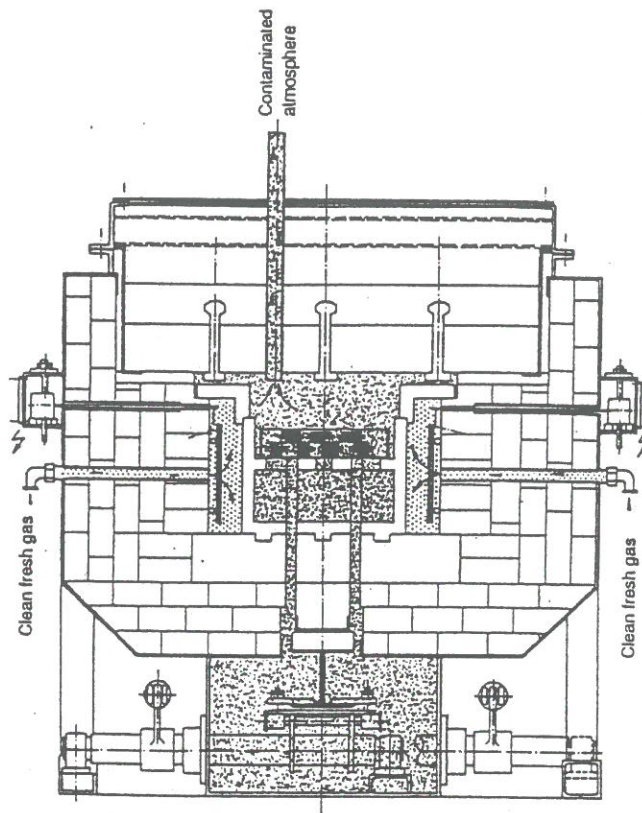


# Propriétés des oxydes réfractaires

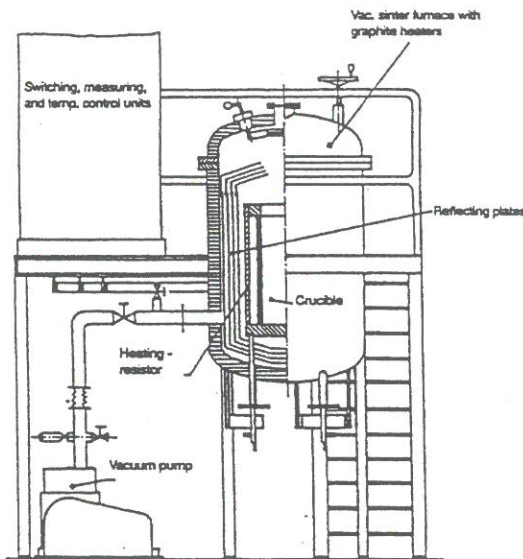




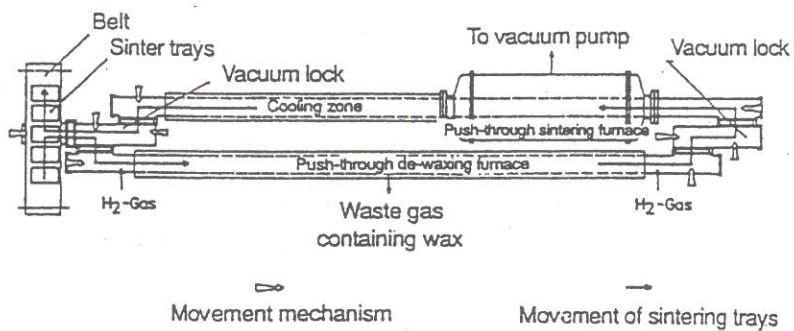
④



④ Figure 12: Walking beam furnace with separate atmospheres in different parts of the furnace

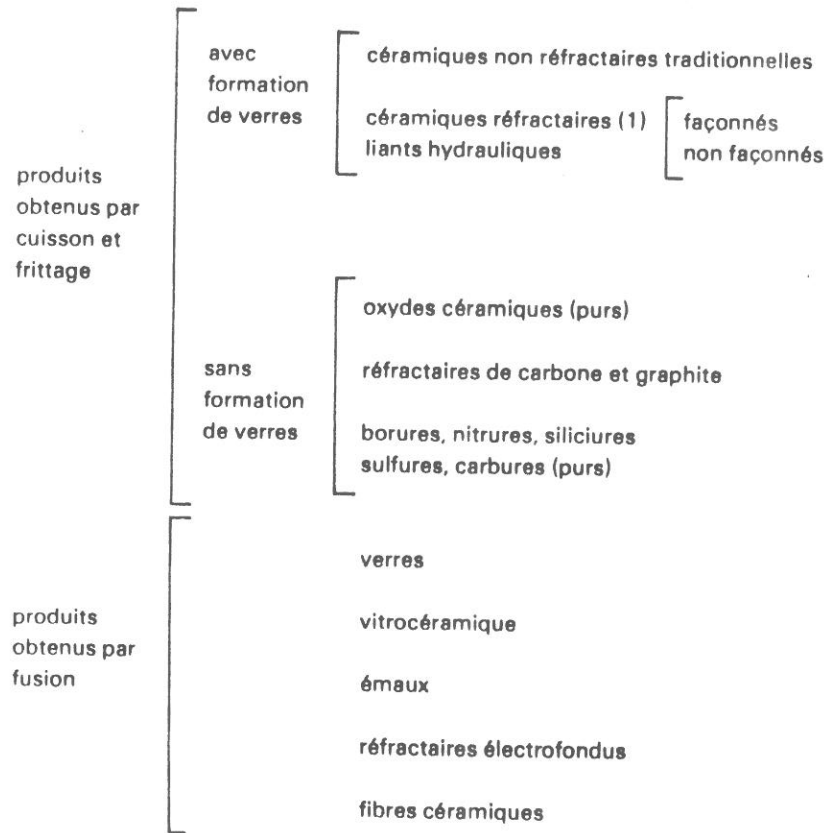


⑤ Figure 13: Sketch of a vertical vacuum furnace



⑥ Figure 14: Sketch of a continuous horizontal vacuum furnace

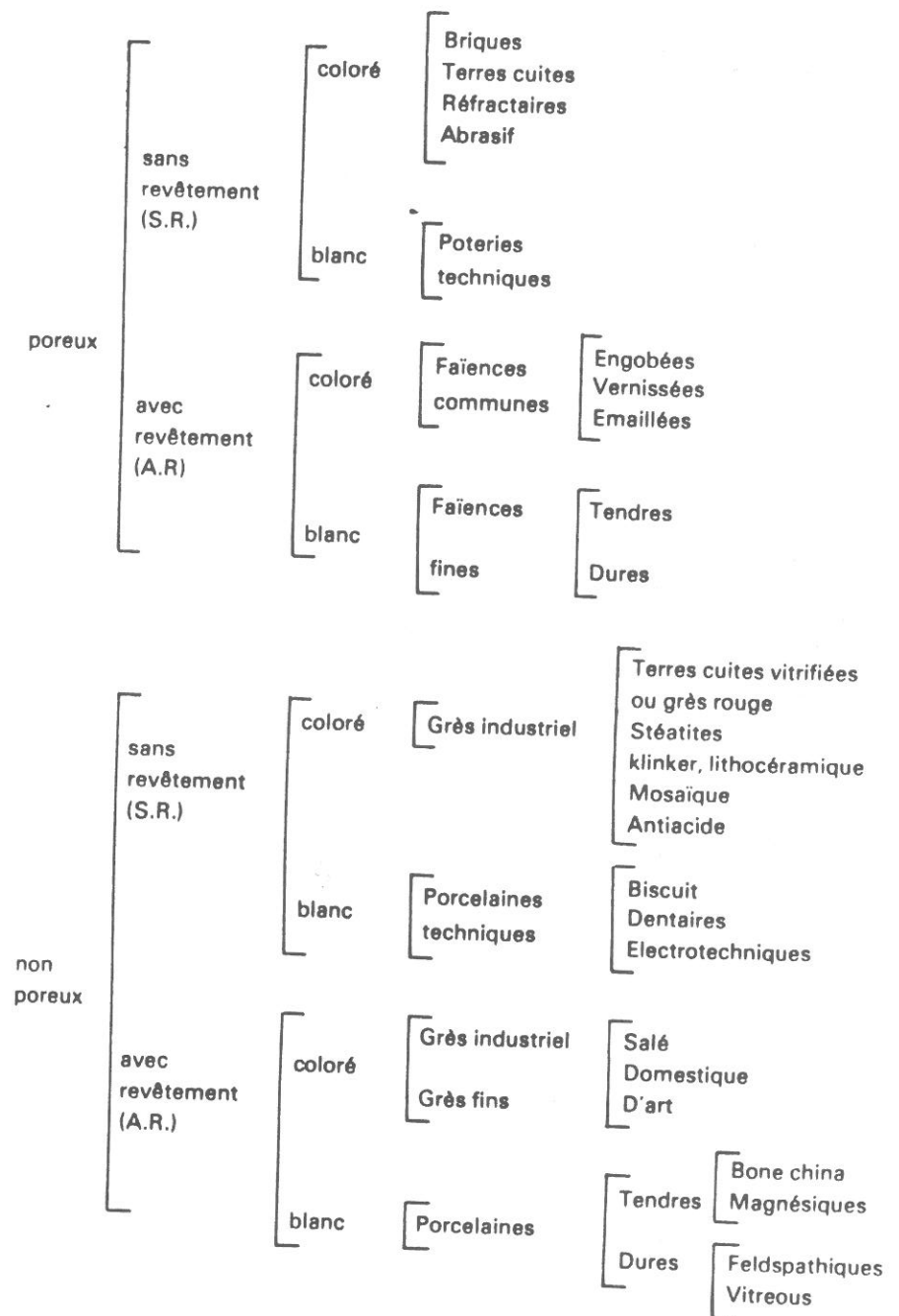
Tableau 1.1 - Subdivision des matériaux céramiques



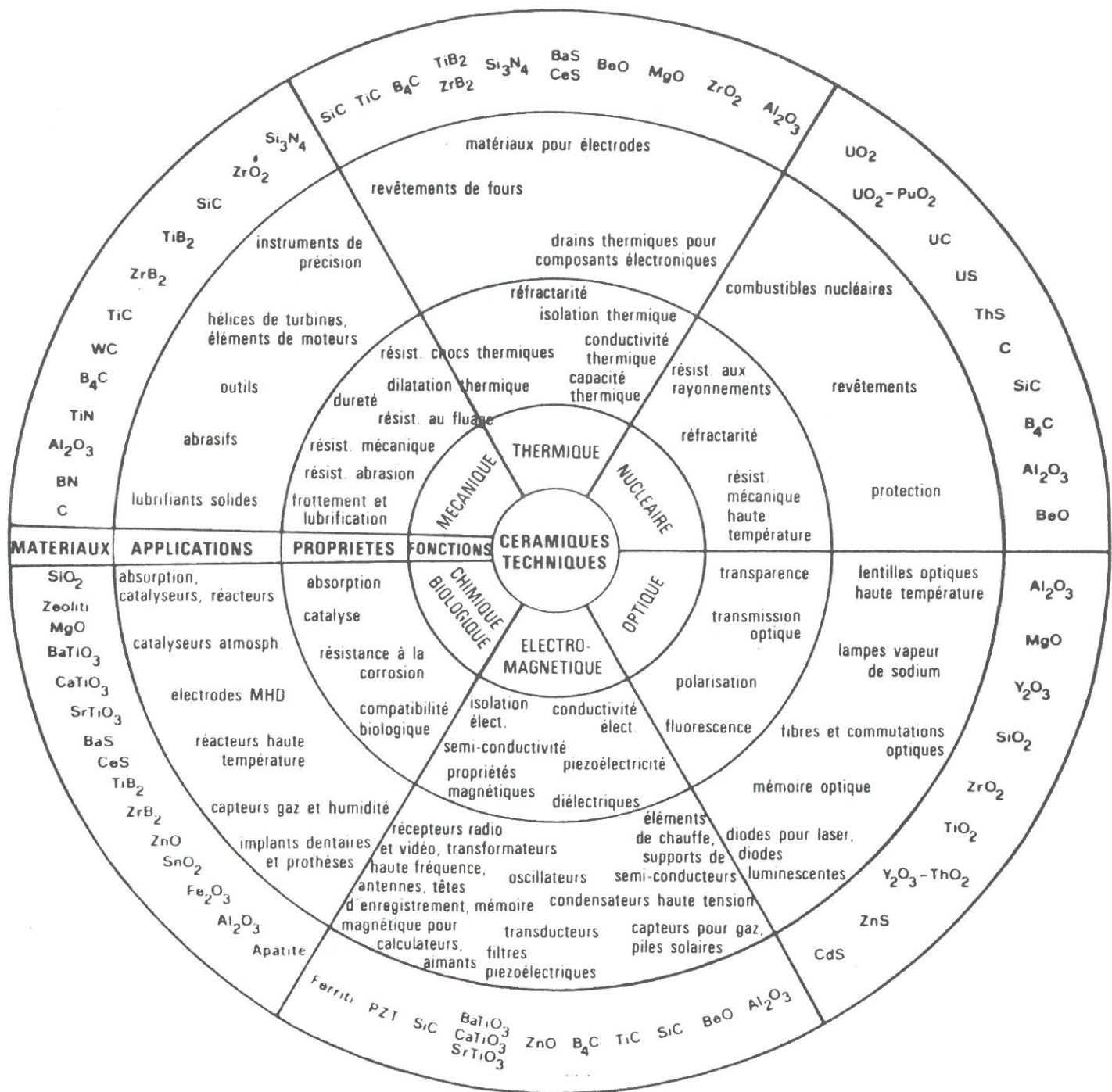
(1) excepté les réfractaires de carbone et de graphite.

*1 bizant : objet en porcelaine non émaillé*

Tableau 1.2 - Classement des produits céramiques traditionnels



# Classification des céramiques techniques \*



\* D'après C. Palmonari et G. Timellini (Centro di Ricerca e Sperimentazione per l'Industria Ceramica-Bologna) - La Ceramica N° 1/86.

(F)

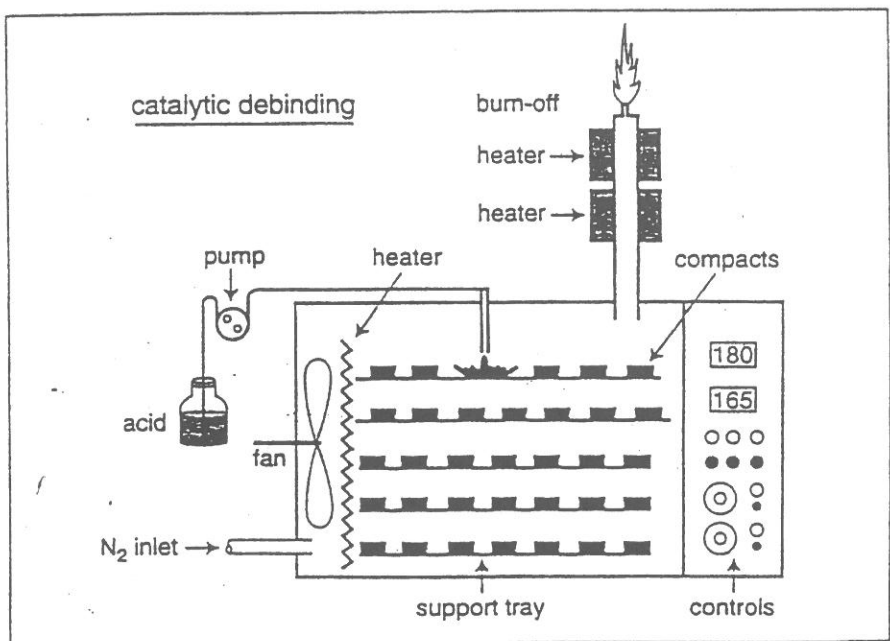
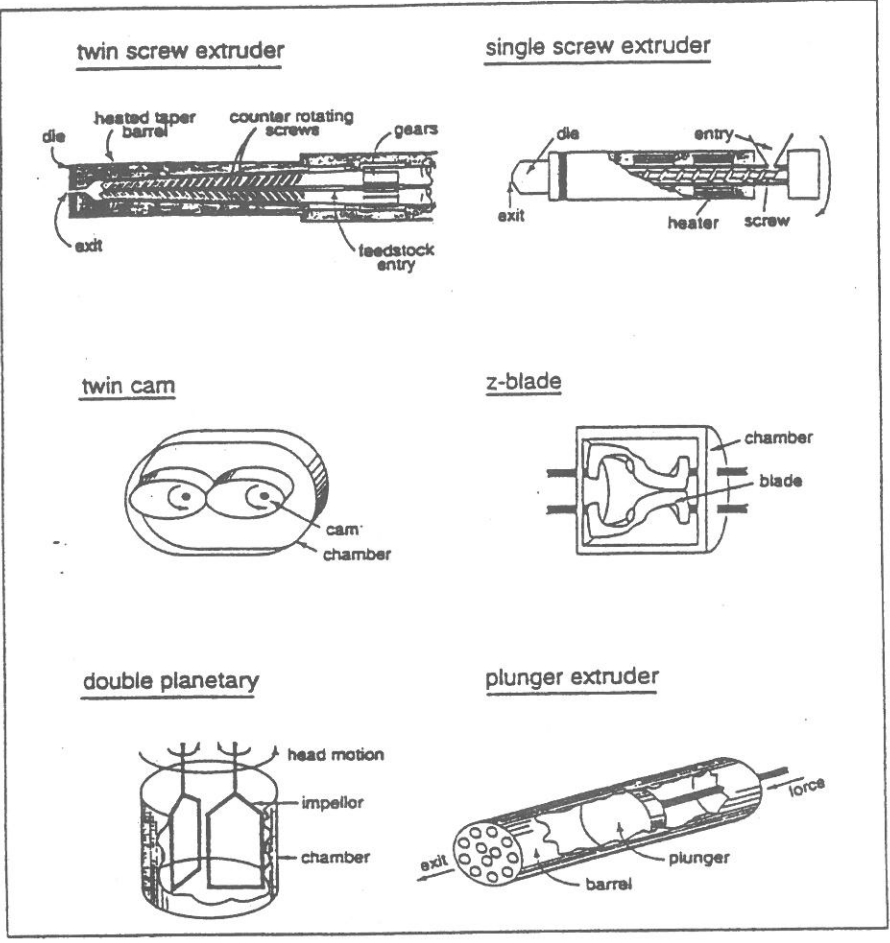
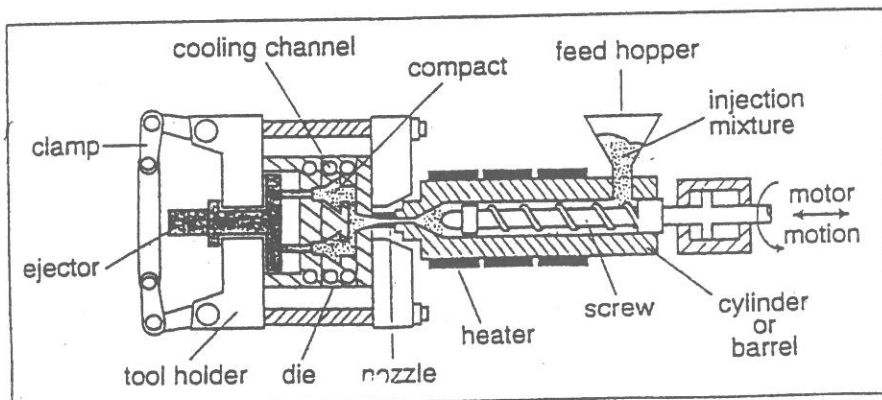
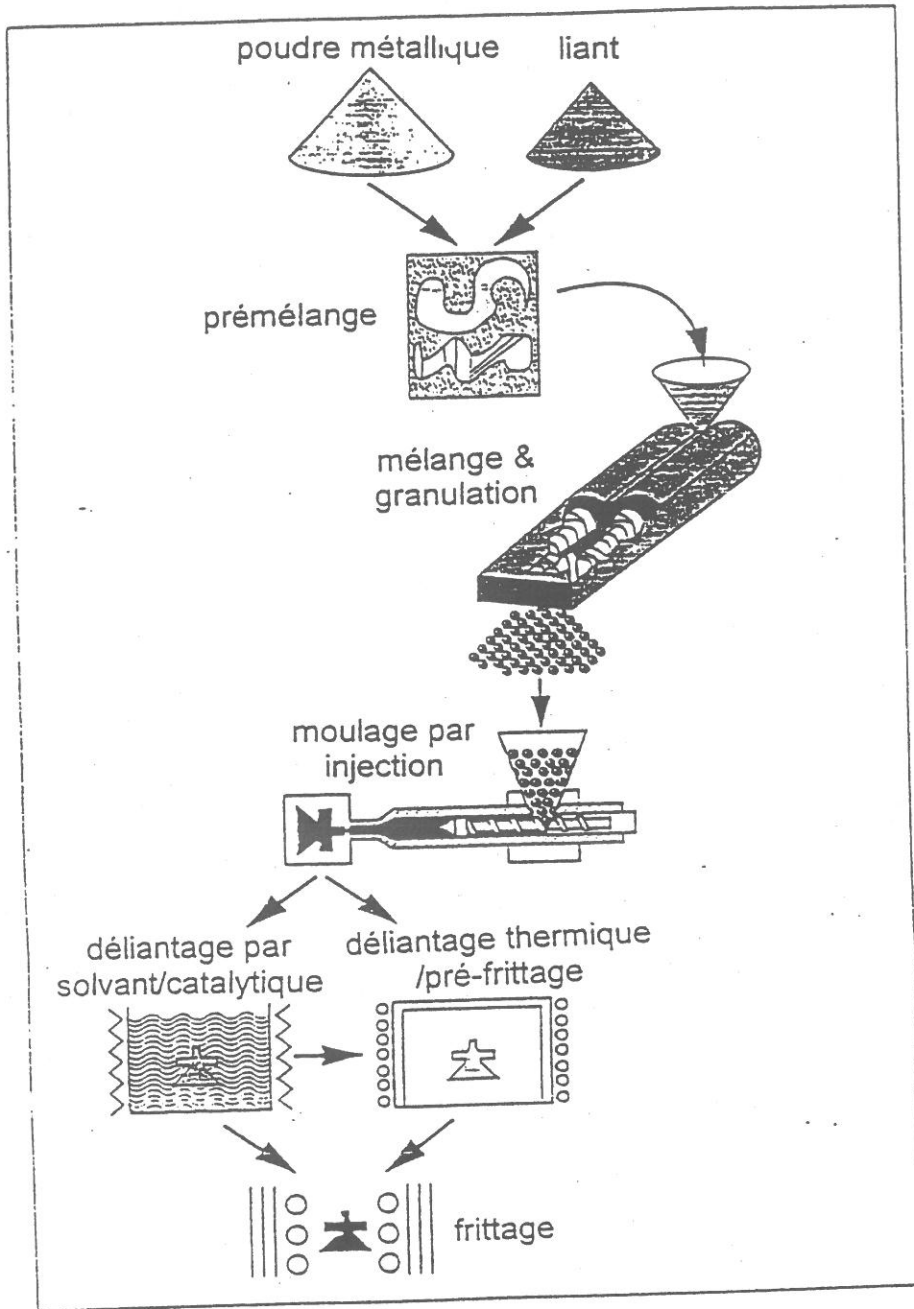


schéma de l'étuve de déliantage<sup>111</sup>

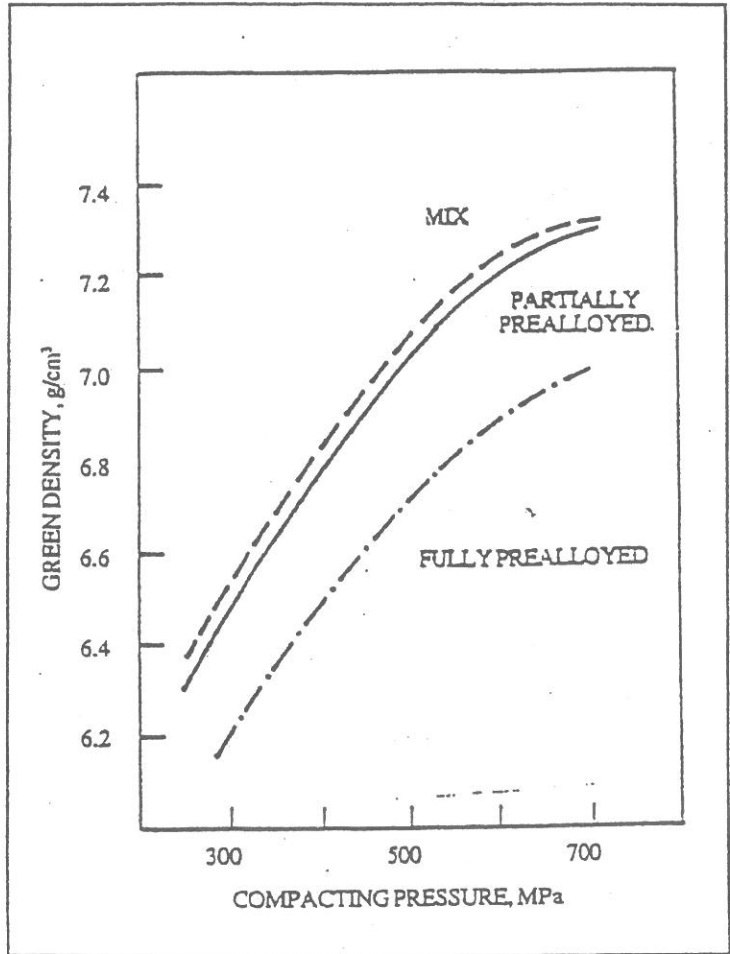
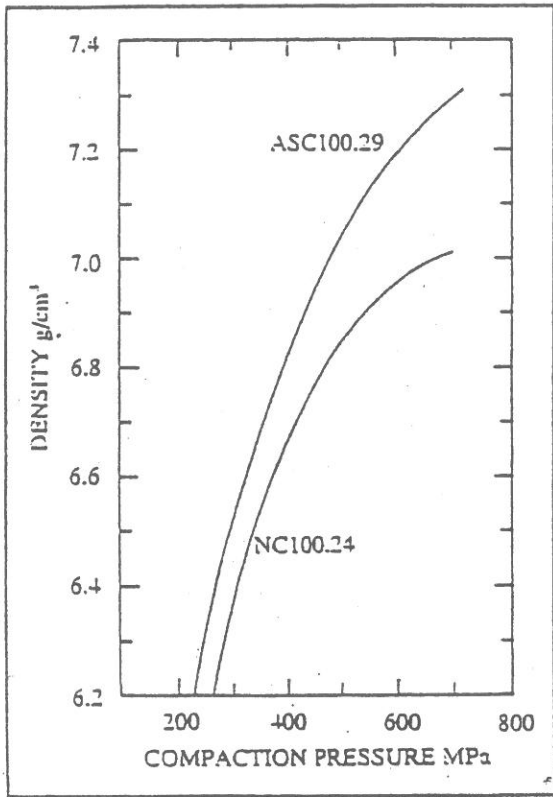
Mise en forme des poudres

(E)



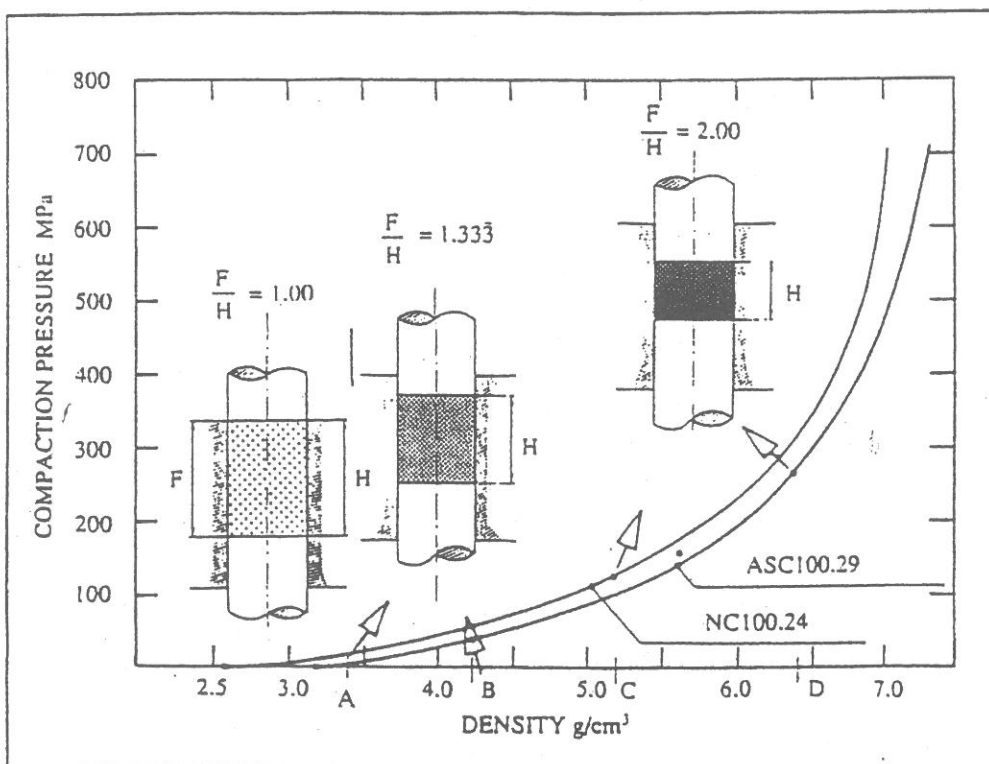
Mise en forme des poudres

(C)



100.23 : poudre de Fe atomisée  
 100.24 : poudre de Fe spongieuse

Compressibility curves for powders comprising 1.75% Ni, 1.5% Cu and 0.5% Mo when using various methods of adding alloying elements.



(B)

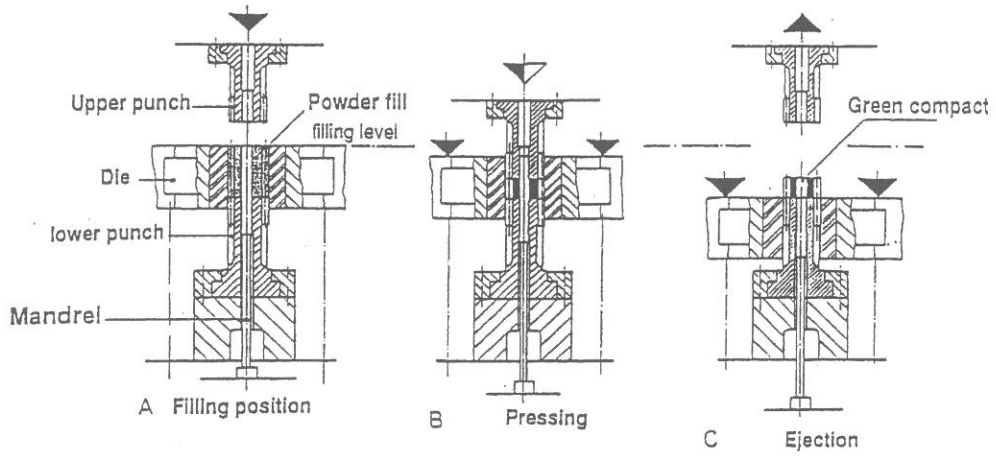


Figure 8: Compacting tool for the withdrawal system

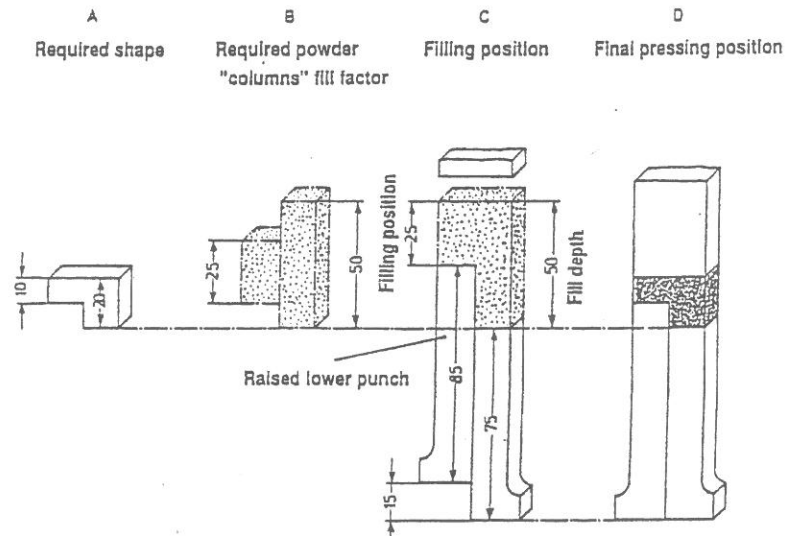


Figure 9: Filling and compacting technique for the production of multi-level components

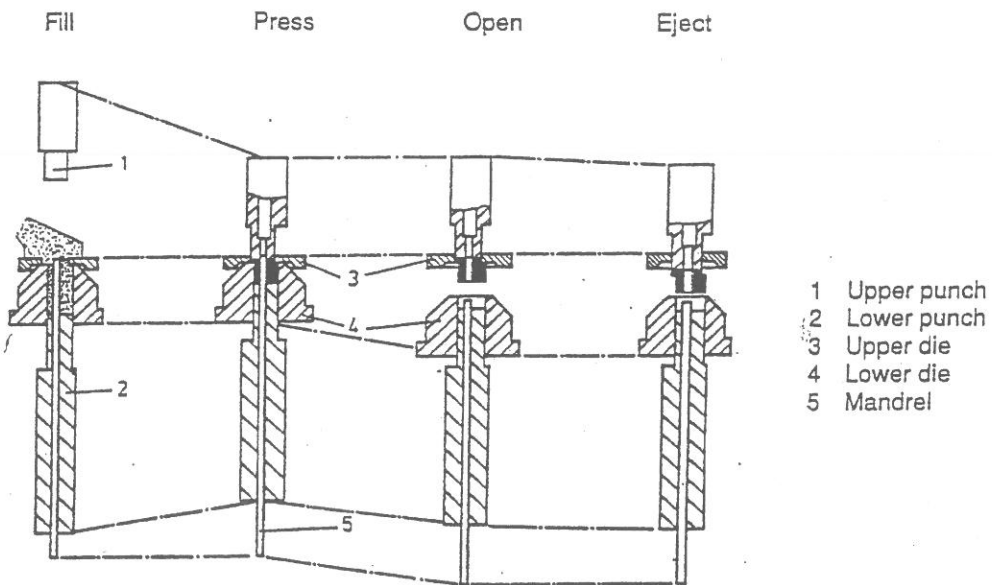
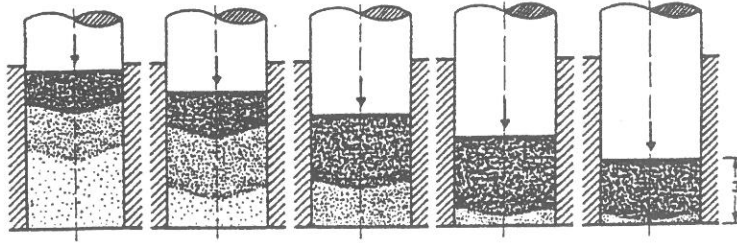
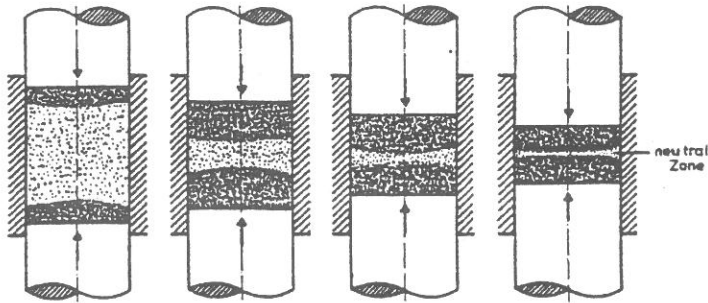


Figure 10: Design and function of a split die system with moving lower die  
matrice défilante

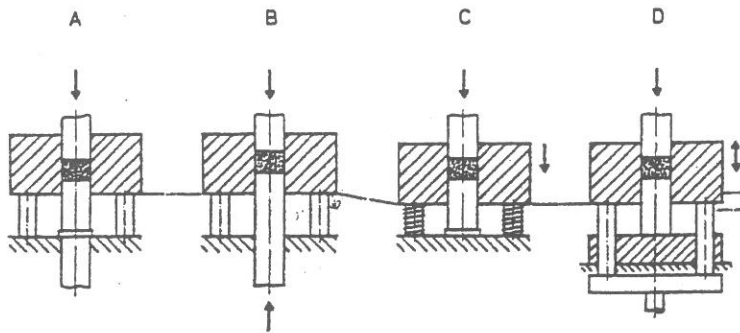
(A)



(A) Figure 3: Single action compaction



(2) Figure 4: Double action compaction



(3) Figure 5: Different pressing systems for the compaction of metal powders

- a) Single action pressing
- b) Double action pressing
- c) Floating die process
- d) Withdrawal process



6

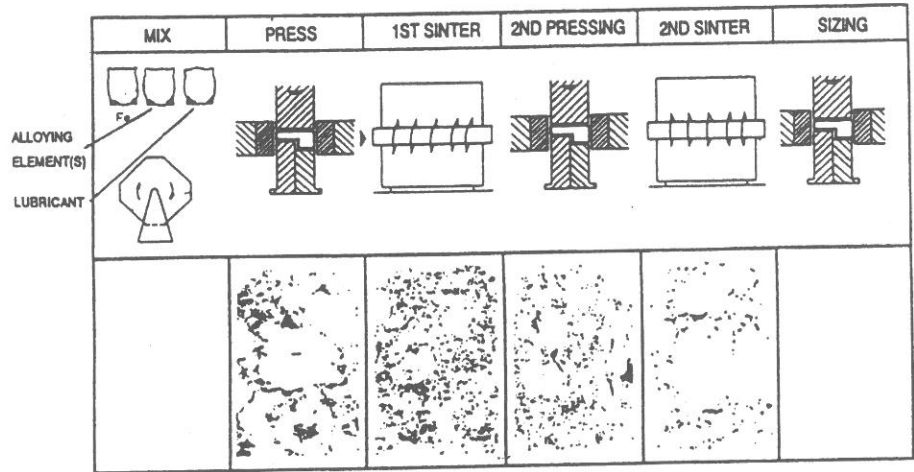


Figure 6: Process steps in the double pressing and sintering practice

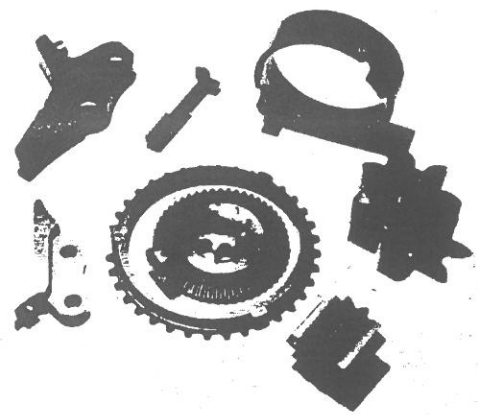


Figure 7: Components made by the double sintering technique

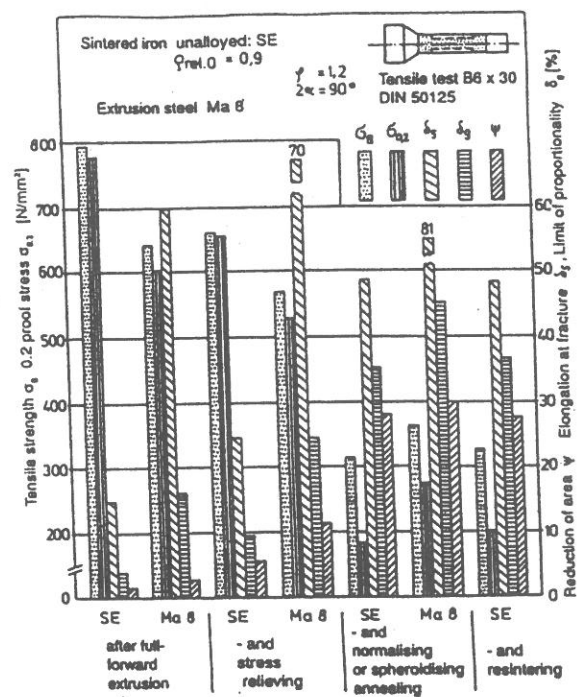
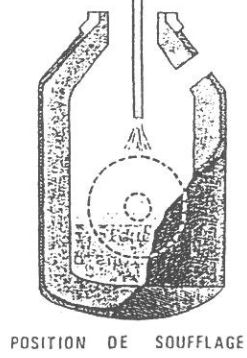
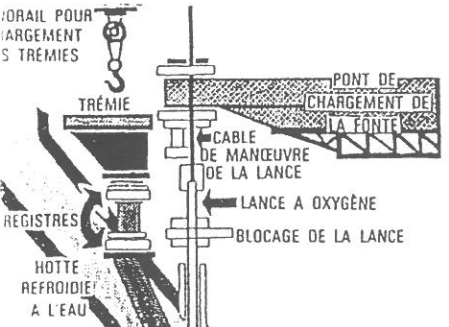
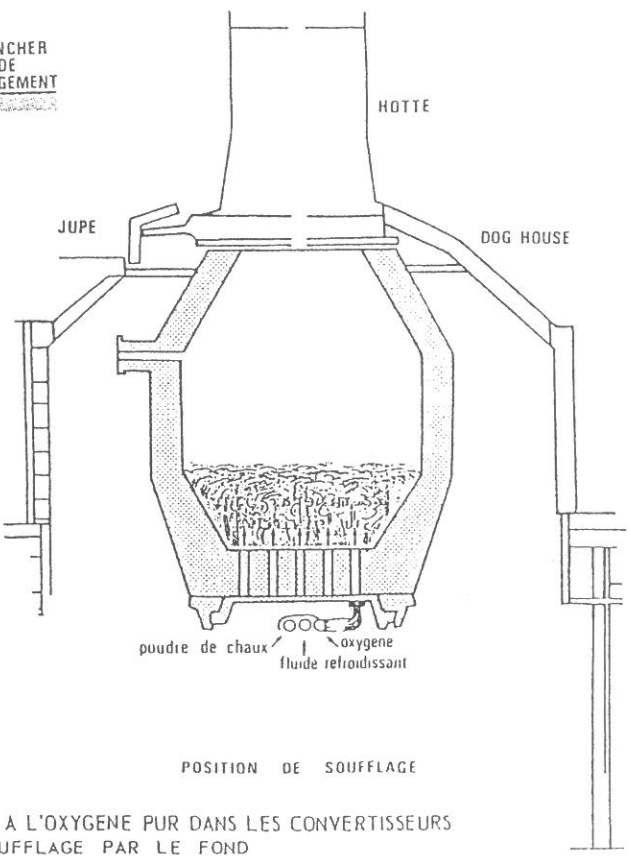


Figure 8: Material properties of forward cold extruded sintered compacts in relation to cold flow forging steel Ma 8

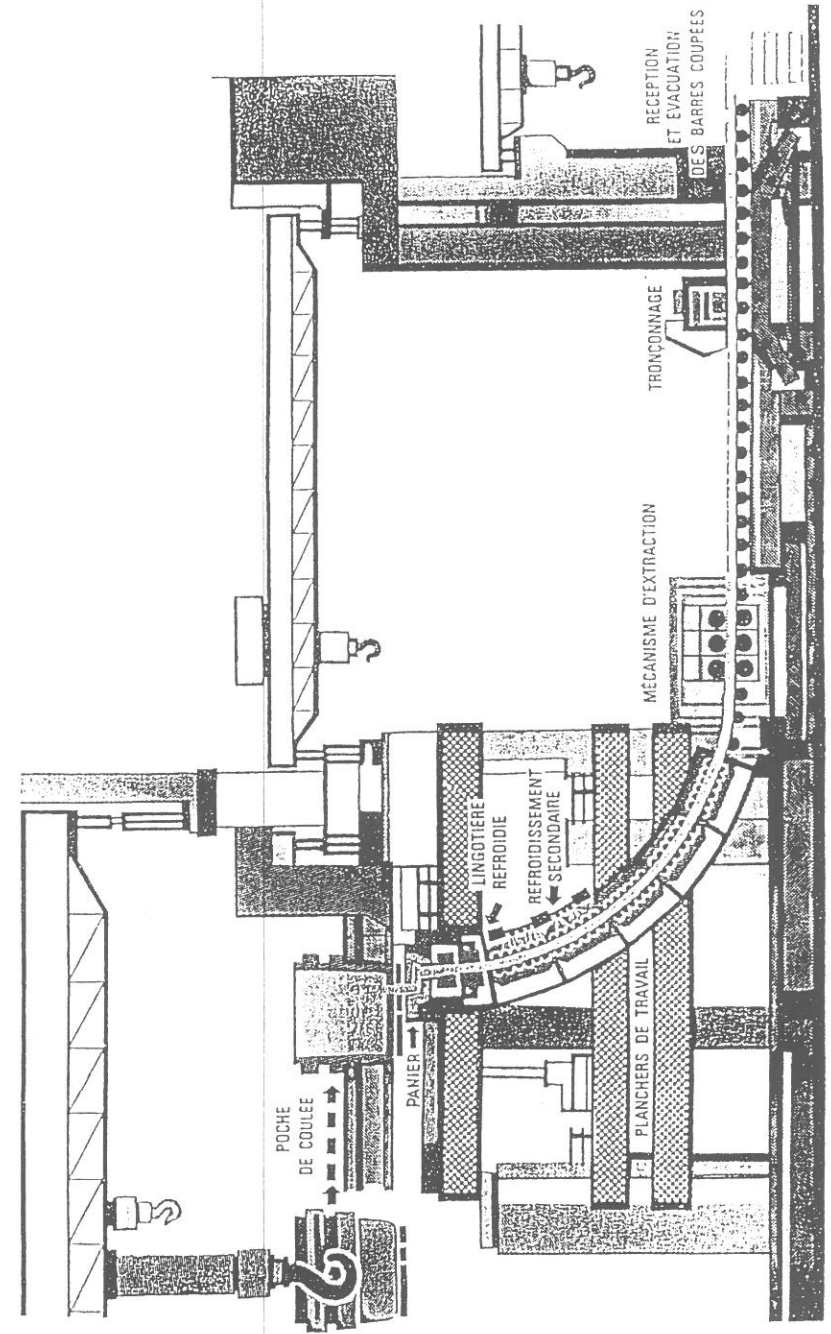
PROCEDES L.D. oxygene pur  
 ET O.L.P. oxygene pur + poudre de chaux



PLANCHER DE CHARGEMENT

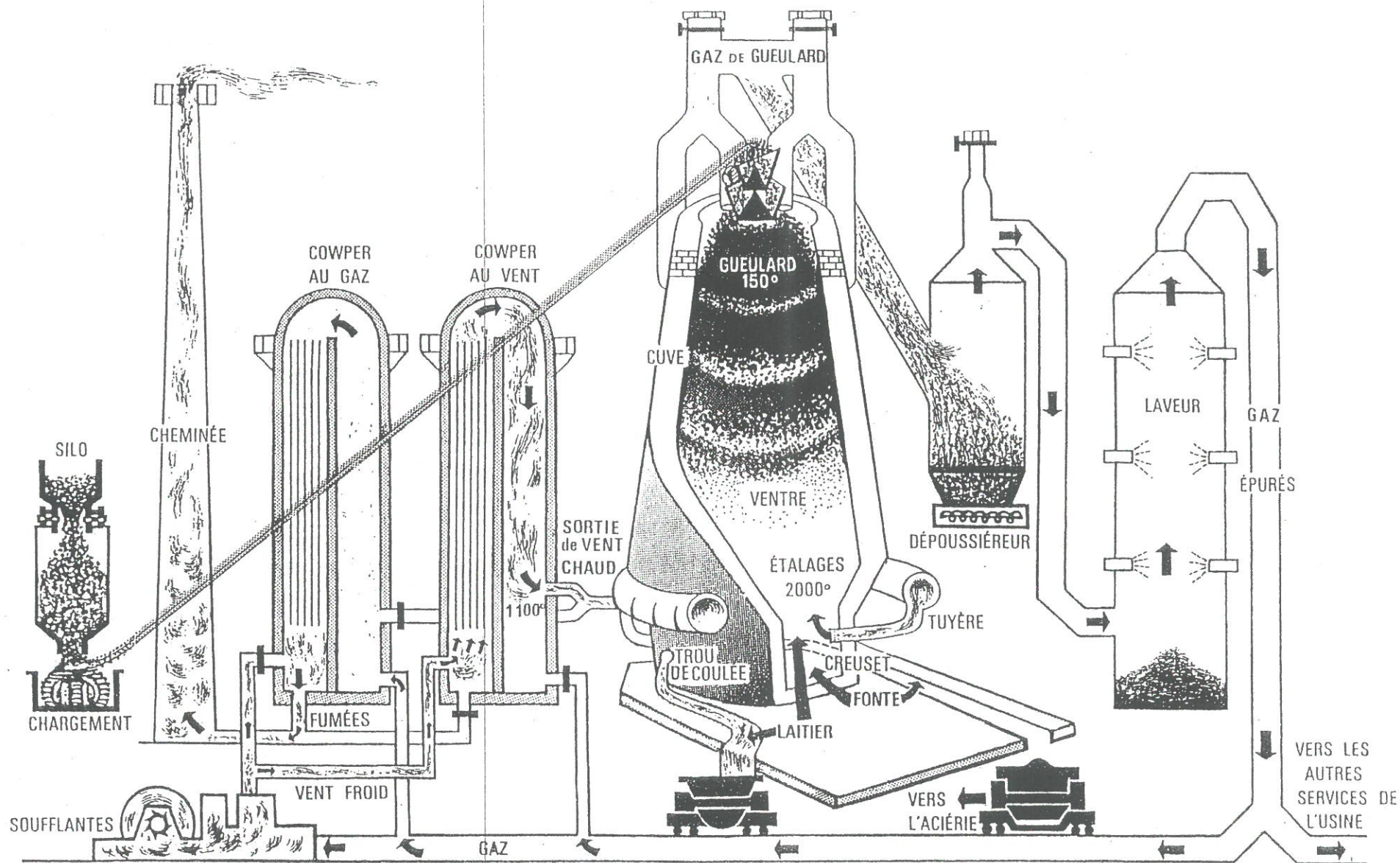


ELABORATION DE L'ACIER A L'OXYGENE PUR DANS LES CONVERTISSEURS  
 A SOUFFLAGE PAR LE FOND  
 (PROCEDES LWS ET OBM)



LA COULÉE CONTINUE

La coulée continue est un nouveau procédé qui se développe rapidement. Il permet d'obtenir directement à partir de l'acier liquide des demi-produits tels que bloom, brome, billette ou gros rond, supprimant ainsi le premier stade du laminage et entraînant des économies d'énergie. L'opération consiste à couler l'acier liquide dans une lingotière en cuivre, violemment refroidie, dont le fond est amovible. Quand le premier métal coulé est solidifié sur les bords, il est tiré vers le bas par un treuil de roulements qui met ainsi en marche le mécanisme de la coulée continue. En bas de l'installation, la barre complètement solidifiée est découpée en tronçons de la longueur désirée.



### LE HAUT FOURNEAU ET SES INSTALLATIONS ANNEXES

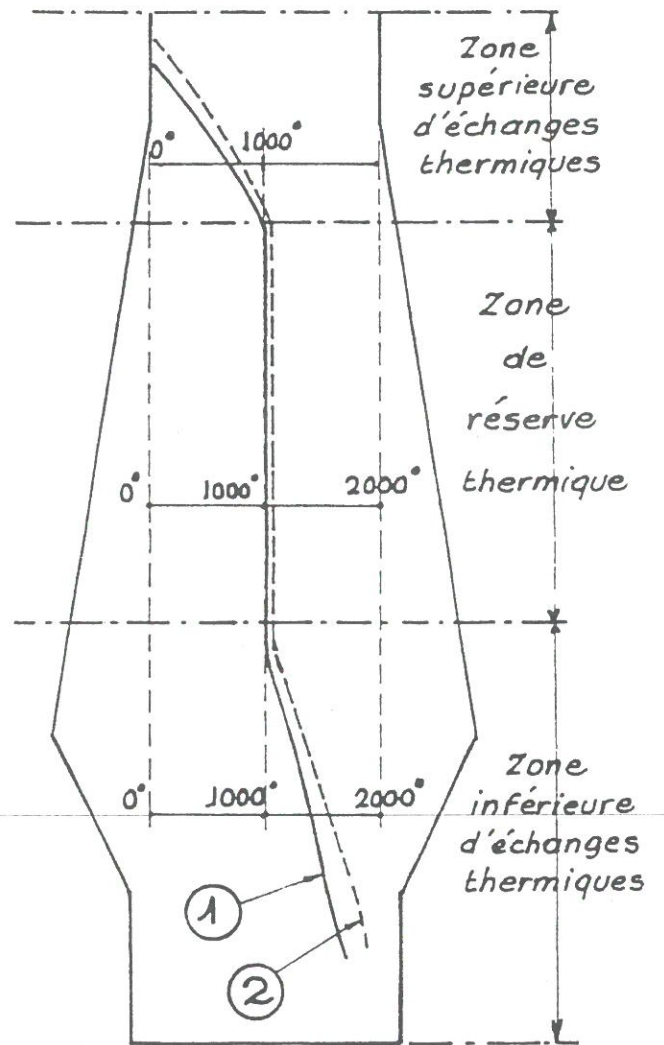
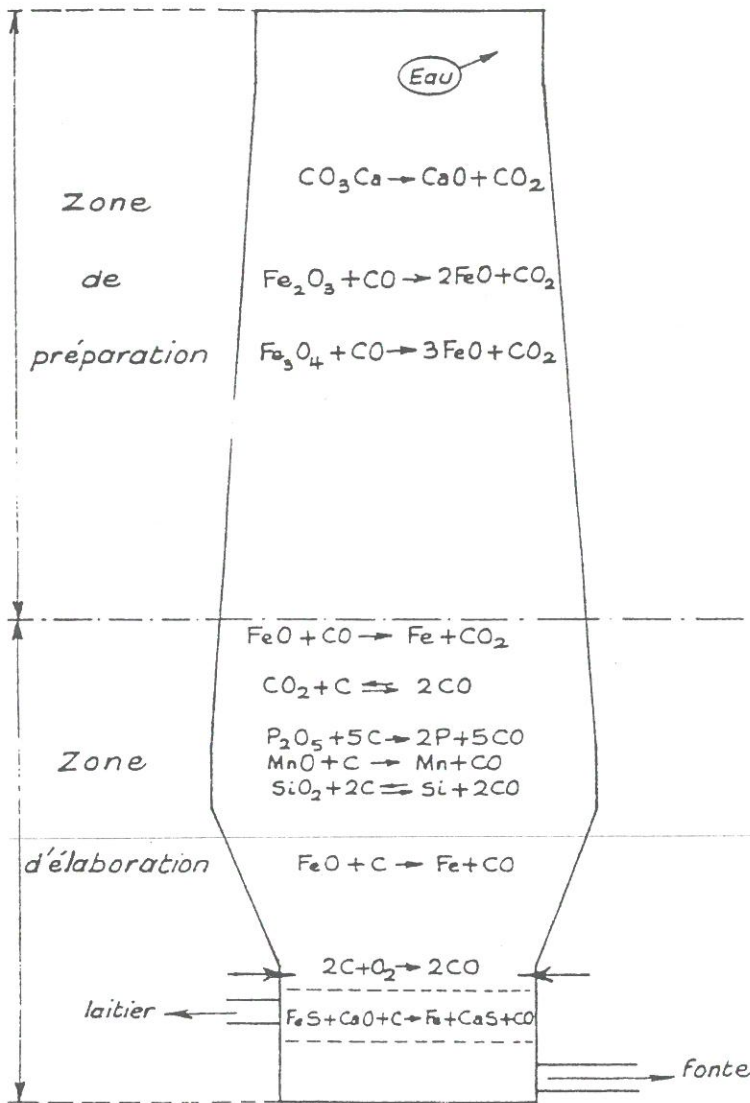
Coke et minerai aggloméré sont chargés en couches alternées dans le haut fourneau où règne une température qui peut atteindre 2 000°. Le coke, en brûlant sous l'effet de l'air chauffé introduit par les tuyères, entraîne la fusion et la réduction du minerai. Les gaz de combustion, récupérés au gueulard, sont dépoussiérés avant d'être utilisés :

- d'une part, dans le service des hauts fourneaux même, pour le préchauffage de l'air dans les cowpers ;
- d'autre part, dans d'autres services de l'usine, pour le chauffage des fours ou pour la production d'énergie électrique.

# HAUT FOURNEAU

Zones de travail

Zones de températures



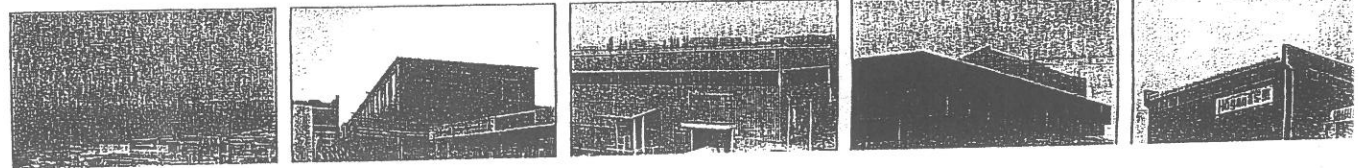
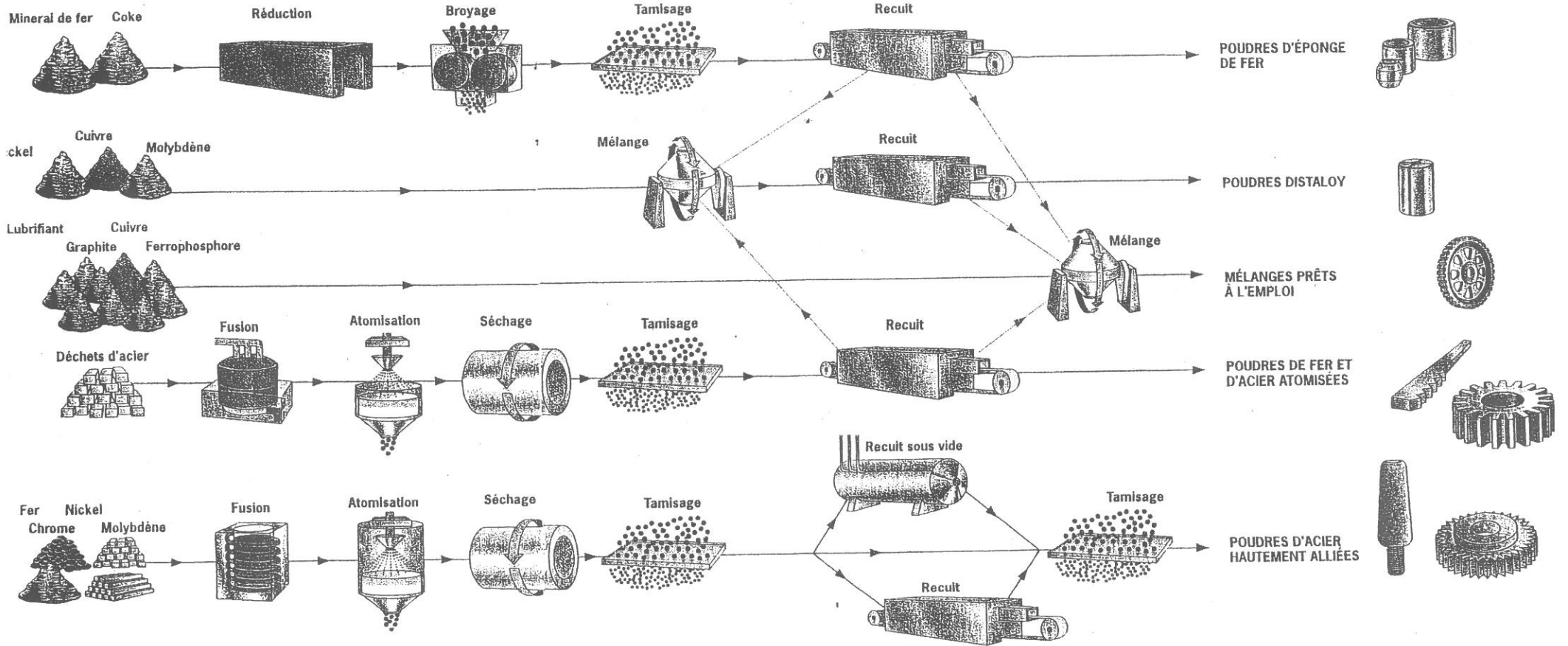
courbe ① : évolution de la température des solides

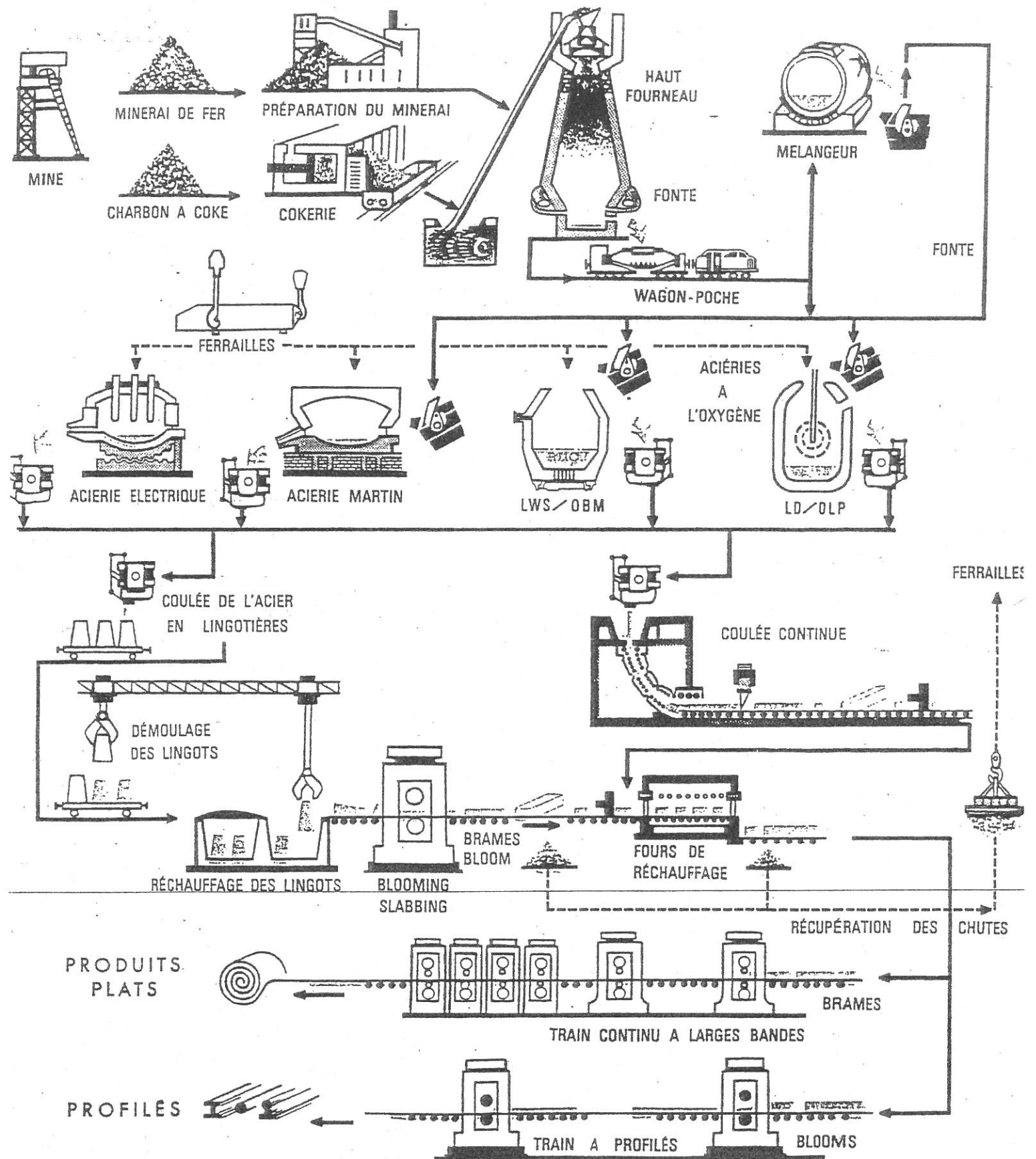
courbe ② : évolution de la température des gaz

**Matière première**

**Procédés**

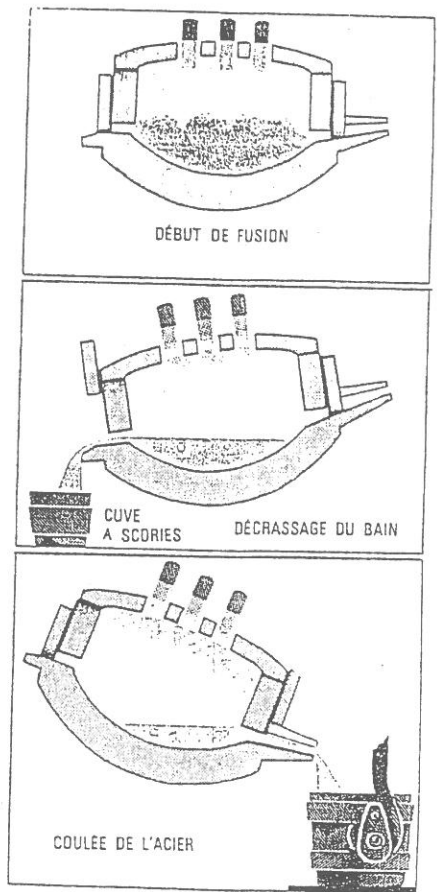
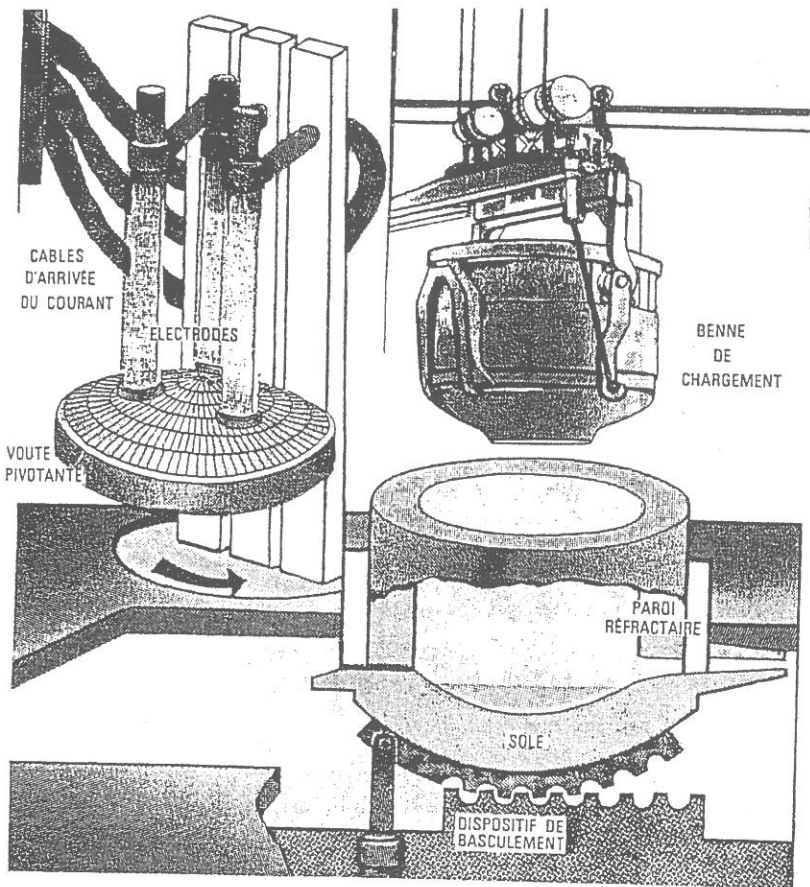
**Produits**





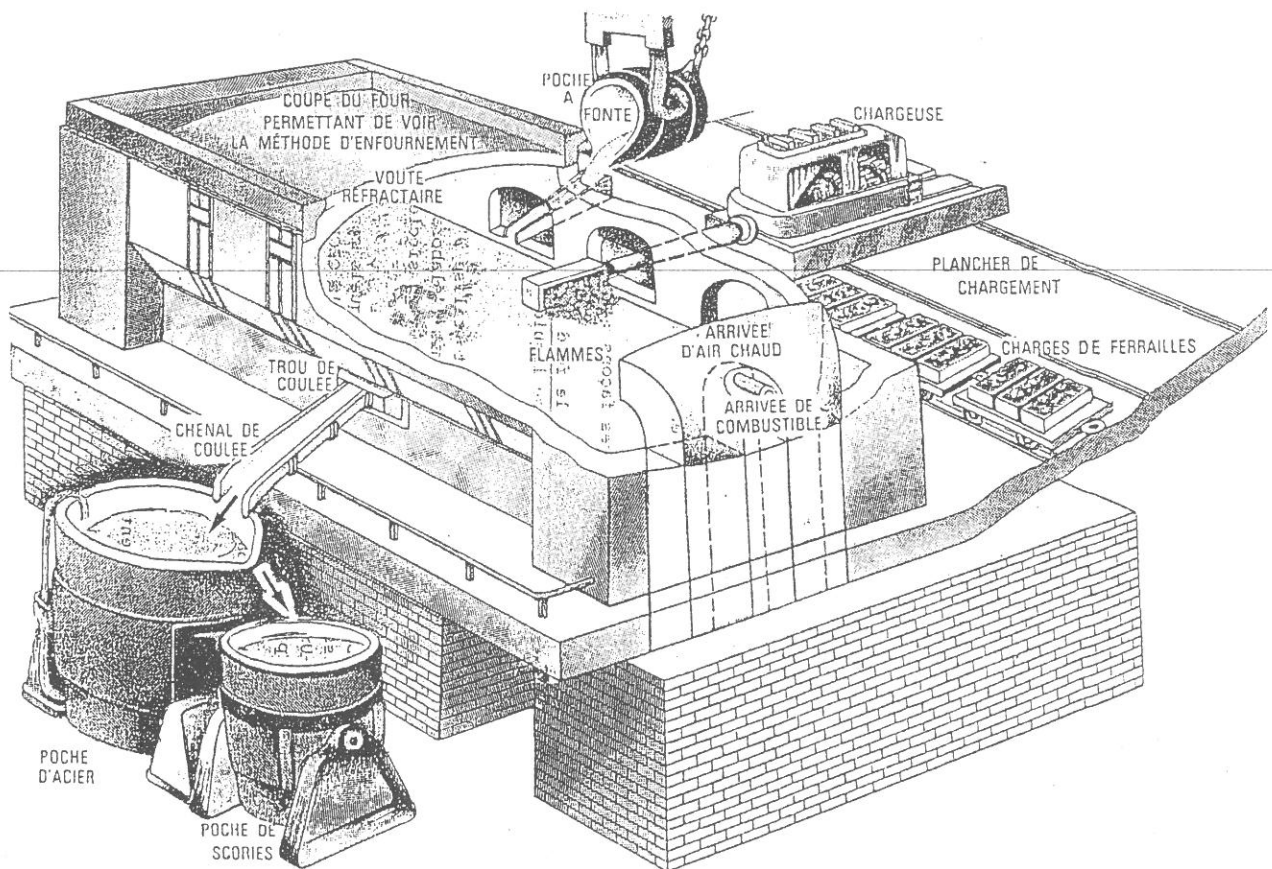
### LA FABRICATION DE LA FONTE ET DE L'ACIER

De nombreuses usines sidérurgiques sont dites intégrées : elles assurent le processus complet de fabrication de l'acier, de la préparation du minerai de fer (parfois même de son extraction) et du coke au laminage de produits finis (produits plats et profilés). En outre certaines possèdent en avd des ateliers d'étamage, de galvanisation, de tréfilage, de fonderie de fonte ou d'acier.



### ELABORATION DE L'ACIER DANS LE FOUR ELECTRIQUE A ARC

Le four électrique sert essentiellement à produire des aciers alliés de haute qualité. Des ferrailles de choix et des additions de métaux divers y sont fondues par un arc électrique puissant qui jaillit entre les électrodes de graphite. Comme dans le four Martin l'affinage s'effectue par oxydation du métal à l'air ambiant. Le four électrique fonctionne quelquefois en « duplex » en affinant de l'acier liquide obtenu par un procédé de conversion à l'oxygène.



### ELABORATION DE L'ACIER DANS LE FOUR MARTIN

Le four Martin est un four à sole surmonté d'une voûte réverbérant la chaleur. On y charge de la ferraille (et, éventuellement, de la fonte) dont la fusion est assurée grâce aux flammes produites dans des brûleurs alimentés en combustibles liquides (mazout, goudron) ou gazeux (gaz de four à coke, gaz naturel) et en air préchauffé à haute température dans des réservoirs.

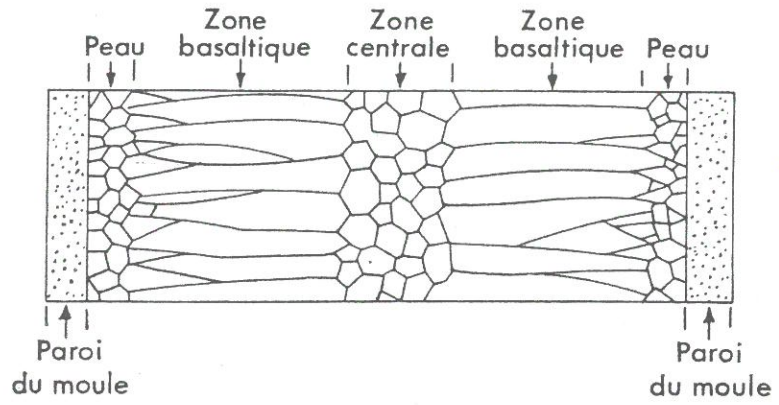
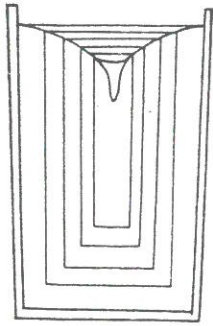


schéma 1

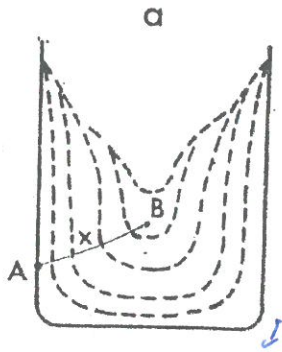


schéma 2

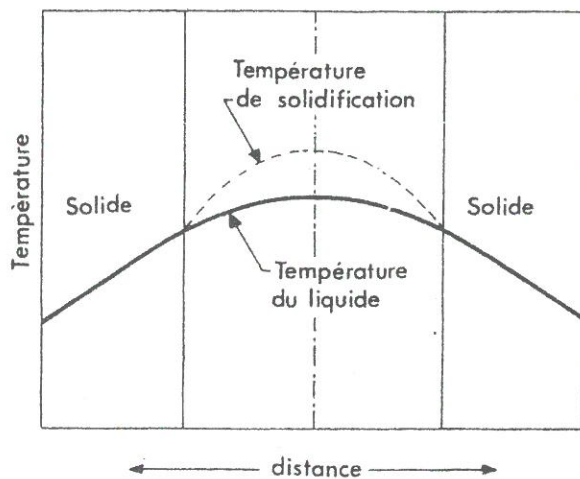
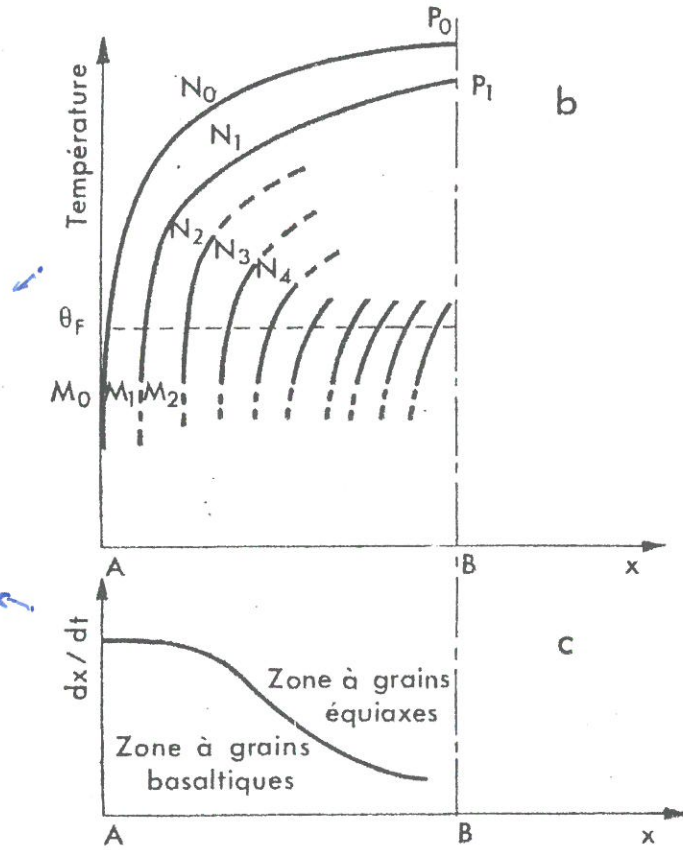
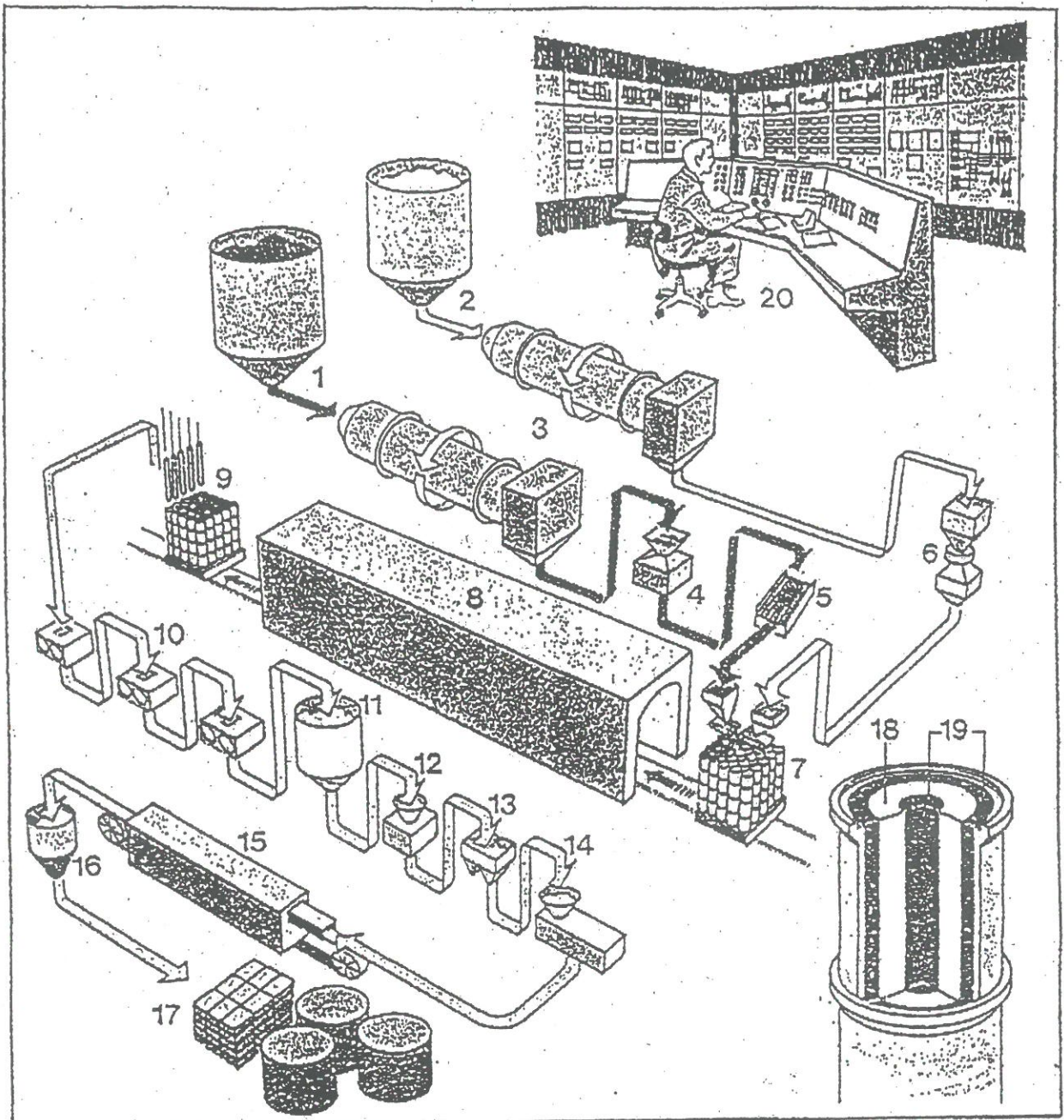


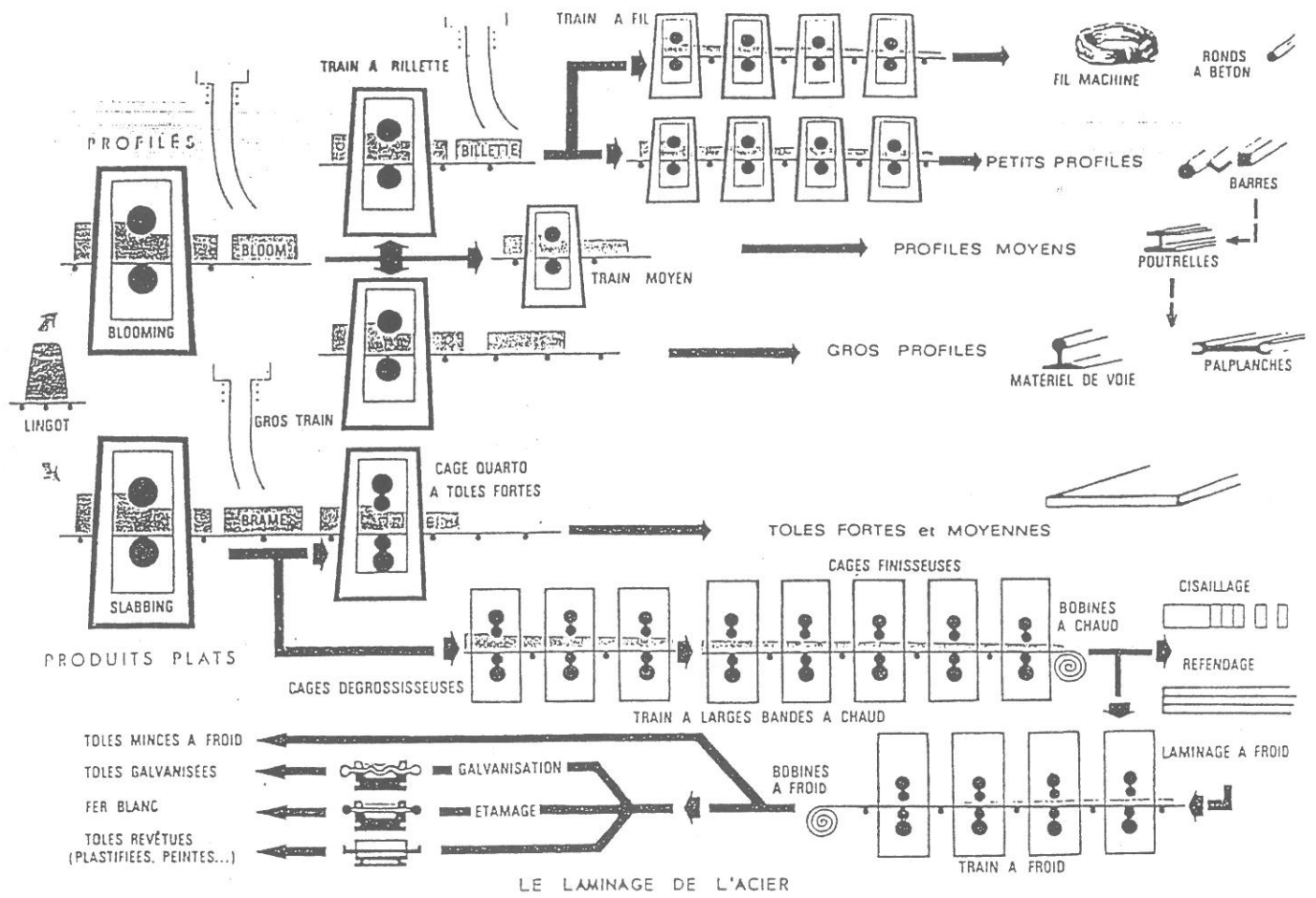
schéma 3



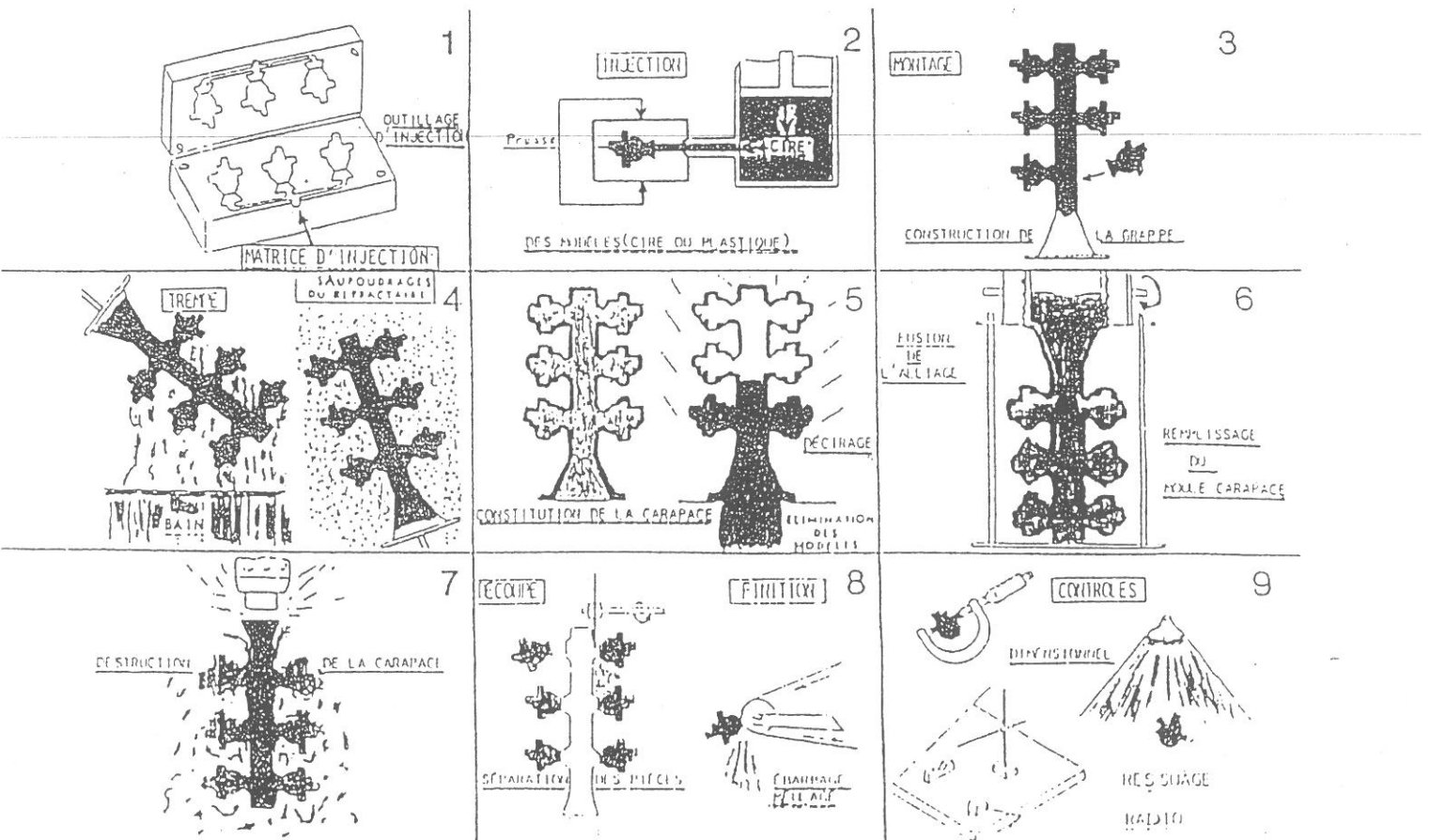


- |   |   |
|---|---|
| <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Mélange réducteur, poussier de coke et de calcaire</li> <li>2. Minerai de fer</li> <li>3. Séchage</li> <li>4. Broyage</li> <li>5. Tamisage</li> <li>6. Séparation magnétique</li> <li>7. Chargement des tubes en céramique</li> <li>8. Réduction dans le four tunnel, à 1200 °C environ</li> <li>9. Déchargement</li> </ol> | <ol style="list-style-type: none"> <li>10. Concassage</li> <li>11. Emmagasiner dans les silos</li> <li>12. Broyage</li> <li>13. Séparation magnétique</li> <li>14. Broyage fin et tamisage</li> <li>15. Réduction finale et recuit dans un four à tapis, à 800 ÷ 900 °C</li> <li>16. Égalisation (Homogénéisation)</li> <li>17. Emballage automatique</li> <li>18. Minerai de fer</li> <li>19. Mélange réducteur, poussier de coke et calcaire</li> </ol> |
|---|---|

- Élaboration de la poudre de fer "éponge" selon le procédé Hōganās.  
La matière première est de l'oxyde minéral à haut titre en fer.



Après réchauffage, le lingot traverse les « cages » successives du laminoir où il est écrasé par des cylindres qui lui donnent progressivement la forme et l'épaisseur désirées : cylindres lisses pour les produits plats, à cannelures pour les « profilés ». Le laminage à froid permet de réduire encore l'épaisseur de certaines tôles en leur conférant des qualités physiques particulières.



# Faculté des Sciences et Techniques de Limoges

Session janvier 2004

**DESS « fabrication et utilisation de matériaux avancés »**

**Unité d'enseignement « UE Procédés d'élaboration »**

## SUJET

### I

Vous travaillez dans une usine d'horlogerie et vous commandez la fabrication du boîtier de la montre. Boîtier en acier, recouvert en finition d'une couche d'or. Expliquez le procédé que vous allez employer de la poudre jusqu'à la finition.

### II

Un des intérêts des céramiques oxydes est basé sur leur inertie chimique. Montrez que c'est justifié ?

non prof.

## Capteur potentiométrique de mouvement pendulaire.

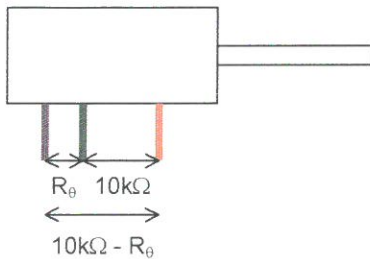
### Capteur utilisé :

- un capteur potentiométrique :  
page 1-253 du Radiospare  
réf. : 3590 -- 52 -- 103 = 10 K $\Omega$  / 10 tours.  
Résolution = 0,02 %  
course linéaire  
puissance dissipée à 40 °C = 2 watts  
tolérance =  $\pm 5$  %  
linéarité =  $\pm 0,25$  %

Pour un bon fonctionnement du capteur, il est conseillé que la puissance maximale appliquée aux bornes soit inférieure au 1/20e de la puissance maximale dissipée soit : 2 / 20 = 0,1 W maximum.

C'est à dire, pour une tension imposée aux bornes de 30 volts (+15 ; -15)

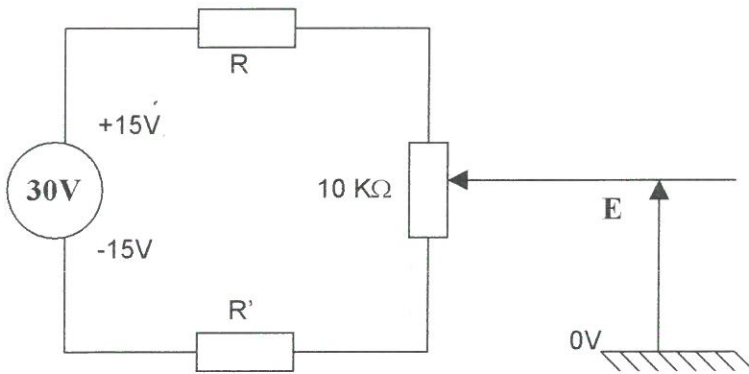
$$P = U * I \rightarrow I = P_{\max} / U = 0,1 / 30 = 3,3 \text{ mA maxi.}$$



Le montage du capteur pour obtenir le signal d'entrée tient à deux contraintes :

- tension aux bornes du potentiomètre centré autour de 0 volts ; ce qui impose  $R=R'$
- $I_{\max.} = 3,3\text{mA}$  au travers du potentiomètre ; ceci impose :  $R_T = (R+R'+10 \text{ K}\Omega) > 30 / 3,3 \cdot 10^{-3} = 10 \text{ K}\Omega$

Ces données imposent le montage suivant :



De plus, si on appelle  $\Delta R_{\theta}$  la variation de résistance du potentiomètre autour de sa valeur de référence pour une variation d'angle  $\theta$ , alors

$$E = (1/2 * R_T + \Delta R_{\theta}) * 30 / R_T - 15 = 15 - 15 + 30 * \Delta R_{\theta} / R_T = 30 * \Delta R_{\theta} / R_T$$

$$R_{\theta} = 2,77 \Omega \cdot ^{\circ-1} \text{ et } \theta \text{ varie entre } -90 \text{ et } +90^{\circ}$$

Donc la plage d'observation de  $E$  sera comprise entre  $-7500 / R_T$  et  $+7500 / R_T$

On a donc intérêt à choisir  $R_T$  pour que  $E$  se trouve sur une plage optimale pour l'acquisition et l'analyse du signal. Nous prenons une gamme de  $E$  petite, que nous amplifierons ensuite, de façon à limiter au maximum l'échauffement du capteur et l'erreur induite.

En fonction des composants disponibles, nous choisissons :

- Deux résistances :

$$R = R' = 47 \text{ k}\Omega \pm 5 \%$$

$$R_T = 104 \text{ k}\Omega$$

$$-0,07\text{V} < E < 0,07\text{V}$$

- On choisi pour notre montage amplificateur un gain de  $-10$  :

$$R_1 = 10 \text{ k}\Omega \pm 5 \%$$

$$R_2 = 100 \text{ k}\Omega \pm 5 \%$$

Pour capter le signal E sans modifier le courant circulant dans le potentiomètre, on utilise un amplificateur opérationnel monté en filtre passe bas. La fréquence d'oscillation de notre pendule étant d'environ 1 Hz, on cherchera à obtenir une fréquence de coupures d'environ 100 Hz.

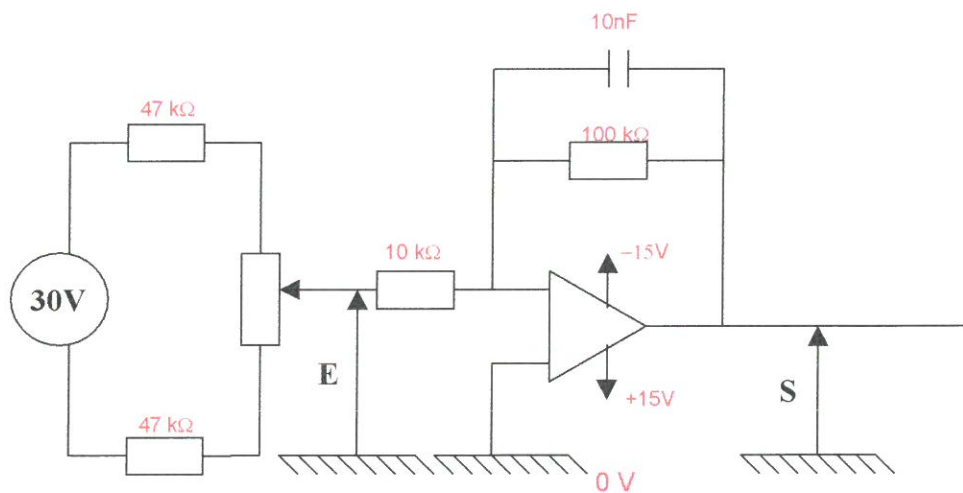
Après réalisation du montage et un premier essai sans avoir branché la capacité, on mesure à l'oscilloscope une fréquence parasite principale aux environs de 500 kilos Hz, ce qui justifie notre choix.

En fonction de ces données, nous choisissons :

- une capacité entre 100 et 10 nF :

Pour  $C = 10\text{nF}$ , on en déduit la fréquence de coupure:  $f_c = 1/(2*\pi*R*C) = 160 \text{ Hz}$

### Schéma complet du montage :



**Traitement informatique du signal  
(Labview 6.0)  
Et analyse des résultats**

**Présentation du diagramme :**

*(Annexe 1 et 2)*

On peut regrouper les éléments de ce diagramme en 5 ilots principaux :

1) Réglage de l'acquisition :

C'est le réglage des paramètres de la carte d'acquisition, ainsi que du nombre d'échantillons et leur fréquence de prélèvement.

2) Nettoyage du signal :

En fonctionnement, on mesure un signal parasite résiduel à 50 Hz, que l'on supprimera à l'aide du traitement informatique suivant :

***Transformée de Fourier inverse ( Fonction Porte \* T F ( signal ) )***

Pour s'aider dans le réglage de la largeur et position de la Fonction Porte, on affiche un graphique de ces trois éléments superposés.

3) Etalonnage :

Pour que les valeurs affichées soient exploitables, on applique aux mesures enregistrées un coefficient de proportionnalité qui transforme la tension S mesurée en degrés équivalents. Ce coefficient est obtenu en relevant  $\Delta S$  mesuré sur une variation d'angle de  $180^\circ$  obtenue grâce à une mesure au niveau à bulle. On trouve ainsi le rapport  $\Delta\theta / \Delta S = 434,5 \text{ }^\circ \cdot V^{-1}$

En appliquant ensuite une correction entre une moyenne des valeurs successives mesurée à la position d'arrêt complet du pendule et 0, on recentre assez précisément notre mesure d'angle dont le 0 devient la verticale. On utilise pour s'aider dans cette mesure, la fonction moyenne, qui permet d'obtenir une lecture précise de ces valeurs en supprimant l'influence des parasites résiduels.

**Exploitation des résultats :**

*(Annexe 1 et 2)*

4) Graphique des signaux en fonction du temps :

Outre la présentation superposée des graphes avant et après nettoyage du signal, présenté (en zoom sur une portion de courbe) en annexe 2 pour rendre compte de l'efficacité du filtrage, nous présentons le Graphe du signal filtré seul  $\theta = f(t)$  (t en secondes) sur toute la durée de l'amortissement du mouvement.

On remarque déjà sur cette courbe que l'amortissement dans l'air se fait de façon linéaire en fonction du temps.

5) Analyse des pics :

Pour mieux rendre compte de la forme de l'amortissement du signal, on utilise la fonction de détection des pics, qui relève la position en amplitude, ainsi que la date des crêtes successives. En traçant ensuite le graphe de ces amplitudes en fonction du temps, on obtient la partie supérieure de l'enveloppe de notre courbe d'oscillation, et donc l'amortissement en fonction du temps.

Nous faisons aussi afficher une fréquence moyenne approximative des oscillations, en divisant le nombre de pics détecté par le délai écoulé entre le premier et le dernier pic détecté.

### Calcul d'incertitude :

#### Données constructeur :

Résolution du potentiomètre :  $rés = 10^4 * \frac{0,02}{100} = 2\Omega(\pm 1\Omega)$ .

Résolution sur E :  $rés = 2 * \frac{30}{2 * 47 \cdot 10^3 + 10^4} = 5,77 \cdot 10^{-4}V$ .

Le gain de 10 donne une résolution de :  $rés = 5,77 \cdot 10^{-3}V$  en sortie.

Echelle :  $1V = 434,5^\circ$ .

Soit la **résolution sur l'angle** :  $rés = 434,5 * 5,77 \cdot 10^{-3} = 2,5^\circ(\pm 1,25^\circ)$ .

**Amplitude maximale du bruit résiduel** :  $Amp = 0,3^\circ(\pm 0,15^\circ)$ .

La **précision sur le 0** est définie sur une moyenne de 6 positions d'arrêt de la tige d'où :  
 $Pré = 0,1^\circ (\pm 0,05^\circ)$

**Erreur sur le réglage de l'échelle** :  $err = \frac{1}{180} = 0,005(\pm 0,0025)$ .

Cette erreur étant très faible elle peut donc être négligée.

#### Commentaires :

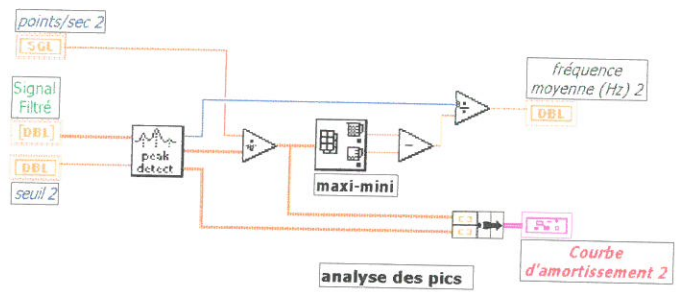
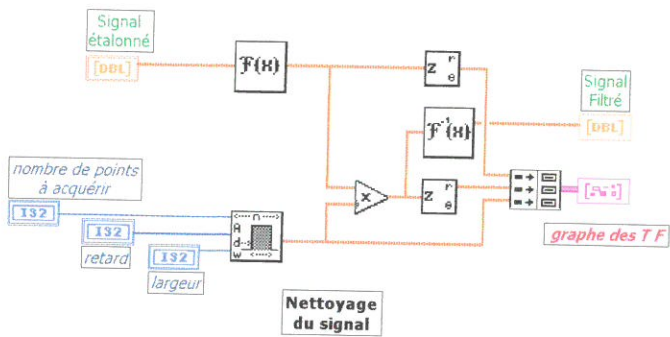
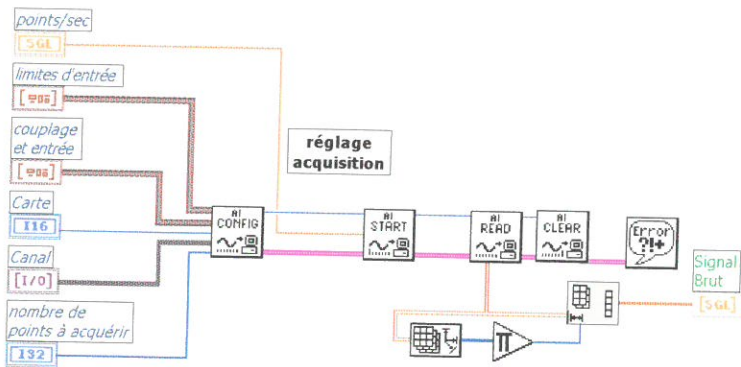
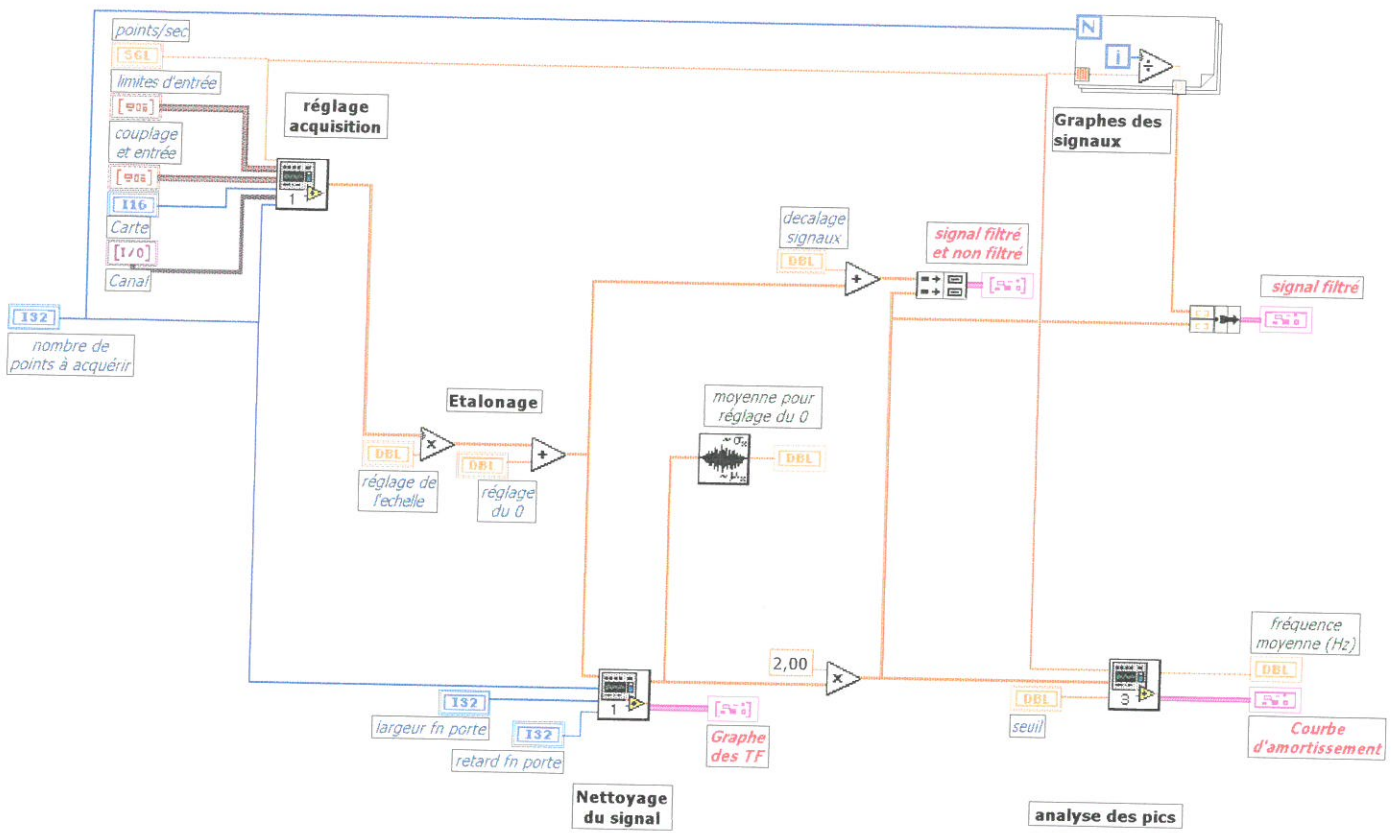
La précision que nous avons calculée est meilleure que celle donnée par le constructeur. Ceci peut-être du d'une part à la marge de sécurité que prend le constructeur lorsqu'il calcul sa résolution, qui de plus est établie pour les plages d'utilisation les plus extrêmes (en température, en courant/tension) alors que nous l'avons utilisé sur des valeurs très stables de E, I et T°. Ajoutons que la plage angulaire sur laquelle nous avons utilisé le capteur est suffisamment petite pour restreindre les écarts de linéarité du capteur. Enfin, notre étalonnage du zéro sur plusieurs valeurs a pu compenser d'éventuels écarts à la valeur nominale qui ont pu être envisagés par le constructeur.

#### Conclusion :

Nous avons su tirer le meilleur parti d'un élément aussi basique qu'un potentiomètre, qui avec un montage simple une carte d'acquisition et Labview, nous a permis de faire des mesures d'angle en fonction du temps. La précision pourrait encore être améliorée avec des moyens d'étalonnage plus précis.

Notons que le traitement de l'information par Labview donne accès à toutes les autres grandeurs dérivant de la fonction  $\theta = f(t)$ .

On peut ensuite facilement imaginer des exploitations possibles d'un tel montage, pour des mesures de viscosités par exemple (liée à la courbe d'amortissement), ou des essais mécaniques de choc charpi (dissipation de l'énergie par une éprouvette lors du choc d'un marteau supporté par une barre en mouvement pendulaire) d'autres applications peuvent encore être imaginées.





Moyenne pour réglage du 0

-2,28271

nombre de points à acquérir

1200

fréquence de balayage

30,00

réglage du 0

12,0320

réglage de l'échelle

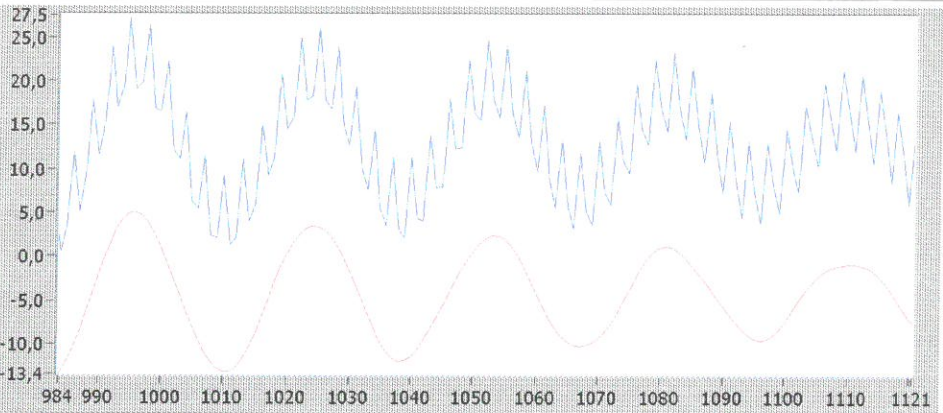
434,50

decalage signaux

15,00

### Graphe Signal bruité (Bleu) Et signal filtré (rouge)

échantillon Position



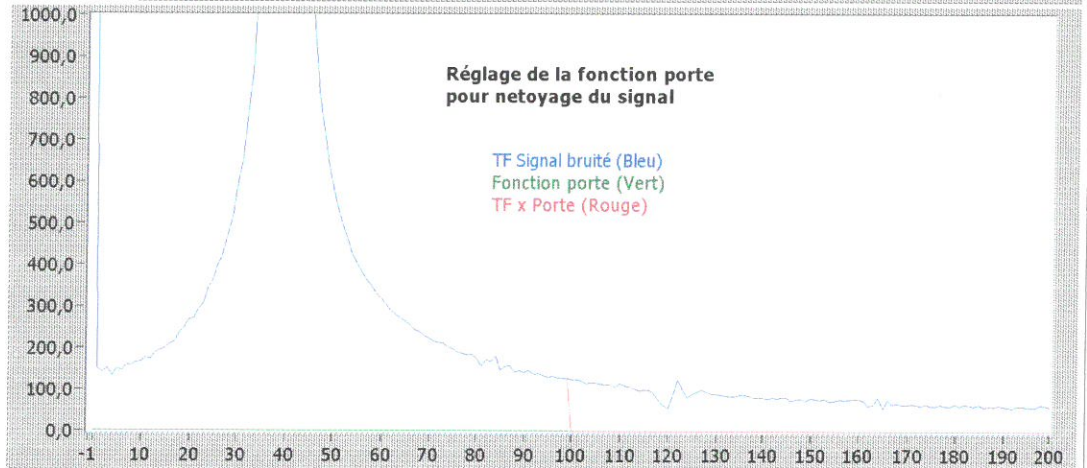
retard

0

largeur

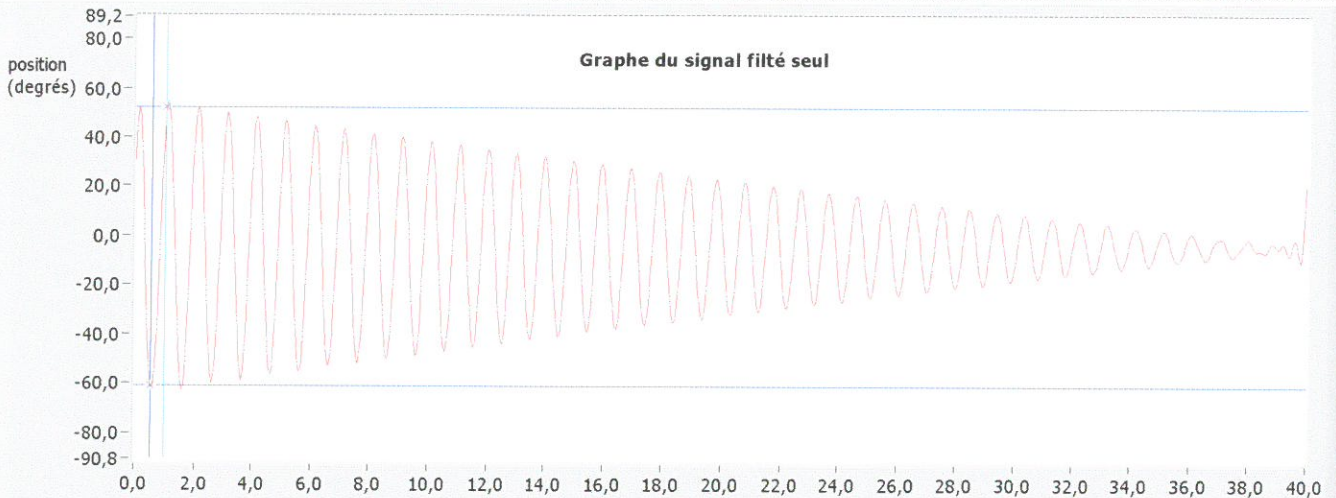
100

### Réglage de la fonction porte pour nettoyage du signal



TF Signal bruité (Bleu)  
Fonction porte (Vert)  
TF x Porte (Rouge)

### Graphe du signal filtré seul



|           |      |        |   |   |   |
|-----------|------|--------|---|---|---|
| Curseur 1 | 1,03 | 52,26  | ↕ | ↔ | 🔒 |
| Curseur 2 | 0,53 | -61,20 | ↕ | ↔ | 🔒 |

seuil 0,00

### Courbe d'amortissement

1,06 fréquence moyenne (Hz)

