

## **CHAPITRE IV**

### **ANALYSE PAR PLANS DE MELANGES**

## **CHAPITRE IV- ANALYSE PAR PLANS DE MELANGES**

### **1. INTRODUCTION**

En étudiant la variation d'une réponse expérimentale et quelque soit son domaine d'étude, l'expérimentateur est souvent confronté au problème de l'organisation optimale de ses essais. La démarche expérimentale classique est basée sur la variation de chaque paramètre pris séparément et d'observer par la suite, son influence sur le comportement de la réponse. Une réponse est le résultat ou la grandeur à laquelle s'intéresse l'expérimentateur. Les paramètres (ou facteurs) sont les variables sur lesquelles il peut agir. Pour une étude expérimentale, ces paramètres sont souvent nombreux et difficilement modélisables par les méthodes classiques de la physique. Le concepteur a donc besoin d'une méthode "expérimentale efficace et peu coûteuse en expériences", lui permettant de mesurer et de connaître l'influence de tous les paramètres et d'en déduire les plus influents.

### **2. LES PLANS DE MELANGES**

Les plans de mélange sont des plans d'expériences que l'on utilise lorsqu'on étudie des produits composés de plusieurs constituants. L'étude de l'influence d'un constituant sur le mélange nécessite la variation de son dosage et l'évolution des réponses dans le temps. Ainsi, pour le mélange béton, l'étude de l'influence du paramètre superplastifiant signifie varier son dosage et observer l'évolution des réponse rhéologiques. Or, la variation du dosage du superplastifiant est directement liée à la variation d'autres paramètres tels que l'eau et la concentration volumique en solides. Cela veut aussi dire que cette variation nécessite de maintenir les autres constituants constants, sans avoir la possibilité d'étudier des éventuelles interactions entre ces paramètres. En effet, il est très difficile de combiner les différents dosages fixés des constituants pour obtenir un mélange caractérisable, et encore plus difficile pour étudier les influences des paramètres sur eux même. Ces difficultés seraient plus accentuées d'autant plus que le nombre de ces constituants est élevé. Par ailleurs, si la démarche classique paramétrique utilisée fournit des possibilités intéressantes, elle ne permet pas d'établir une hiérarchisation de l'importance des paramètres sur les réponses attendues, ni de déceler les éventuelles interactivités entre tous ces paramètres.

Ainsi, pour palier à ces difficultés, se confirme le besoin au recours à une autre méthode expérimentale, qui permet de fournir un maximum d'informations avec un nombre d'essais réduit. La solution à ce genre de problème est de faire varier l'ensemble des paramètres à la fois, cette solution apporte plusieurs avantages [Picaud 2001] :

- Diminution du nombre d'essais.
- Connaissance des effets des paramètres, déduction des paramètres influents.
- Possibilité d'évaluer les effets des interactions entre les paramètres.
- Meilleure précision des résultats.
- Modélisation mathématique de l'expérience.

La solution consiste donc à établir un plan de mélange, c'est-à-dire utiliser la méthodologie de la recherche expérimentale pour agencer une série d'expériences dont la réalisation permettra la mise en évidence des rôles de tous les constituants puis la détection des éventuelles interactions entre eux.

Le plan de mélange nécessite d'abord la détermination d'un domaine expérimental, où l'on définit à chacun des paramètres une plage de variation, tout en s'assurant que toute combinaison possible des dosages appartenant chacun à sa plage de variation, aboutira à un mélange dont les propriétés rhéologiques sont mesurables. L'inconvénient d'un tel domaine, est qu'il risque d'être réduit par rapport à celui utilisé dans la démarche paramétrique, et qu'il nécessite un nombre plus élevé d'essais préliminaires, mais il garantit une étude dépourvue de mélanges non mesurables, donc de bonne qualité [El-Barrak 2005].

Dans certaines disciplines telle que la Chimie où un grand nombre de produits est mélangé, les chercheurs doivent manipuler non seulement des conditions relatives aux essais telles que les concentrations et les températures mais aussi les proportions des constituants. L'objectif de ces mixages est d'obtenir un « produit mélange » ayant des caractéristiques optimales, ou répondant à certaines exigences fixées dès le départ (Mathieu, 2000) [Mathieu 2000].

Or, par définition, un mélange est une substance obtenue en mélangeant deux ou plusieurs ingrédients différents, en certaines proportions. La réponse recherchée du mélange dépend principalement des proportions de ses constituants. Dans le cas des mélanges, les facteurs étudiés sont donc les proportions volumiques ( $X_i$ ) des différents constituants ( $i$ ) entrant dans la formulation. La somme des facteurs est égale à l'unité, ce qui veut dire qu'ils ne sont

pas indépendants les uns des autres. Le domaine expérimental est contraint par la relation suivante :

$$\sum X_i = 1 \quad (4.1)$$

### 2. 1. Domaine expérimental et domaine d'étude

Pour mieux comprendre la construction des plans de mélange et mieux interpréter les résultats, on donne une interprétation géométrique de la relation facteurs – réponses. Sous forme mathématique, cette relation peut s'écrire :

$$Y = f(x_1, x_2, \dots, x_n) \quad (4.2)$$

Avec Y : réponse ou grandeur d'intérêt.

$x_i$  : variables ou facteurs.

f : fonction ou modèle mathématique qui explique le mieux les variations de la réponse selon les différentes valeurs données aux  $x_i$ . Cette fonction est souvent un polynôme.

Si on considère un exemple à deux facteurs (Rapport Eau/Ciment : E/C variant de 0.3 à 0.4, température variant de 20 à 30°C), c'est le cas d'une pâte de ciment où la réponse serait le temps mis par la pâte pour atteindre une consistance donnée.

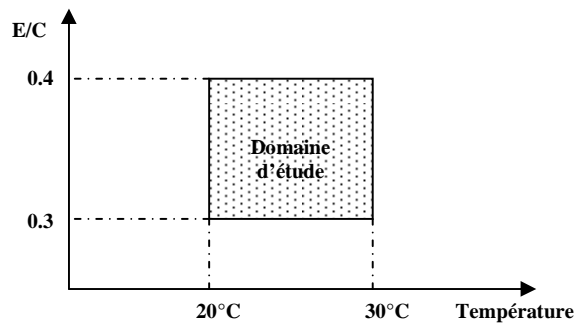


Figure 4.1: Définition du domaine d'étude

On appellera *domaine d'étude* tous les points de la surface délimitée par les niveaux bas et haut de chaque facteur (domaine texturé de la figure 4.1). Le *domaine expérimental* est le plan (Rapport E/C – Pression) dans lequel toutes les valeurs de E/C variant de 0.3 à 0.4 et toutes les températures entre 20 et 30°C sont possibles et donc mesurables, il est enclavé par le domaine d'étude et sa surface peut être égale ou inférieure à celui-ci.

## 2.2. Modèles mathématiques

Les propriétés d'une réponse (Y) dépendent de celles des facteurs (Xi), pour cela, le choix de la fonction est primordial. Cette fonction peut être représentée par un modèle mathématique judicieusement choisi. Selon la complexité du phénomène dans le domaine expérimental, l'expérimentateur peut postuler des modèles polynomiaux de *Scheffé* de différents degrés [Mathieu 2006], dont les plus fréquemment utilisés sont les suivants:

$$\blacksquare Y = \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_n x_n \quad (4.3)$$

Modèle polynomial du premier degré à n coefficients.

$$\blacksquare Y = \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_n x_n + \beta_{12} x_1 \cdot x_2 + \beta_{23} x_2 \cdot x_3 + \dots + \beta_{n-1,n} x_{n-1} \cdot x_n \quad (4.4)$$

Modèle polynomial du second degré (quadratique) à  $[n + n(n-1)/2]$  coefficients.

$$\blacksquare Y = \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_n x_n + \beta_{12} x_1 \cdot x_2 + \beta_{23} x_2 \cdot x_3 + \dots + \beta_{n-1,n} x_{n-1} \cdot x_n + \beta_{123} x_1 \cdot x_2 \cdot x_3 + \dots + \beta_{n-2,n-1,n} x_{n-2} \cdot x_{n-1} \cdot x_n \quad (4.5)$$

Modèle polynomial du troisième degré (cubique réduit) à  $[n + n(n-1)(n-2)/6]$  coefficients.

Pour ces types de modèles, les termes de chaque équation auraient une signification physique. Il faut donc noter que [Mathieu 2006]:

- le modèle ne comporte aucun terme constant  $\beta_0$ , qui n'aurait pas de signification: il correspondrait à la réponse expérimentale lorsque les proportions de tous les composants sont nulles.
- Même pour un degré supérieur ou égal à 2, le modèle mathématique postulé ne comporte aucun terme carré ou cubique.
- Le modèle est symétrique par rapport à tous les composants du mélange.
- Les coefficients  $\beta_i$  peuvent être interprétés comme la valeur que prendrait la réponse si le  $i^{\text{ème}}$  composant était pur ( $x_i = 1, x_j = 0$  pour  $j \neq i$ ).

## 2.3. Les critères d'optimalité

La construction de la matrice d'expériences d'un plan de mélange passe d'abord par la connaissance du nombre de points expérimentaux à réaliser, ce nombre doit être supérieur ou égal au nombre d'effets ou interactions que l'on souhaite caractériser pour une réponse donnée

[Louvet 1999]. En toute logique, il faut autant d'équations (points expérimentaux) que d'inconnues (effets ou interactions).

Connaissant le nombre d'essais à faire pour établir le modèle choisi, il faut déterminer les coordonnées des coefficients de ce modèle qui doivent impérativement être dans le domaine expérimental. On doit donc introduire à ce niveau la notion de *plan optimal* et de *critères d'optimalité*, puisque pour d'un même problème, plusieurs stratégies sont possibles. Toutes ces stratégies n'ont pas la même efficacité et des critères d'optimalité peuvent être utilisés pour trouver la meilleure [Louvet 1999]. Trois principaux critères sont cités ci-après, s'ils sont satisfaits, ils auront pour but de réduire la variance des estimations:

❖ **Critère d'optimalité D** : *Critère du déterminant maximal*

Critère relatif à l'optimisation de la qualité de l'information du plan d'expérimentation. Parmi tous les plans représentés par une matrice  $X$ , le plan sera celui pour lequel le déterminant de  ${}^tX.X$  est maximal. Cela veut aussi dire que la matrice d'expérimentation ( $X$ ) doit comporter un nombre maximal de points expérimentaux : la matrice apportant le maximum d'informations est celle constituée de l'ensemble de points expérimentaux.

❖ **Critère d'optimalité A** : *Critère de la trace de  $({}^tX.X)^{-1}$*

Critère caractérisant l'optimisation de la qualité des coefficients du modèle. Parmi tous les plans possibles représentés par une matrice ( $X$ ), le plan optimal sera celui pour lequel la trace de la matrice  $({}^tX.X)^{-1}$  est minimale.

❖ **Critère d'optimalité G** : *Critère de la diagonale de  $({}^tX.X)^{-1}$*

Critère selon lequel la matrice d'expériences retenue sera celle qui aura la fonction de variance maximal ( $\delta_{\max}$ ) la plus faible. Dans ce cas, parmi tous les plans possibles, le plan optimal sera celui pour lequel la plus grande valeur prise sur la diagonale de  $({}^tX.X)^{-1}$  sera la plus faible.

Pour résumer, les meilleurs points expérimentaux, pour les plans factoriels complets, seront à choisir sur la frontière du domaine expérimental, pour les niveaux extrêmes de chacun des facteurs [Louvet 1999].

Pratiquement, pour déterminer le nombre d'expériences de la solution optimale, un algorithme d'échange est élaboré. Il permet de trouver un compromis entre la qualité de matrice (satisfaction des critères d'optimalité) et le nombre d'expériences à réaliser [El-Barrak 2005].

Une itération de l'algorithme est à effectuer, partant d'un nombre N égal au nombre de coefficients du modèle polynomial choisi jusqu'à une valeur M où tous les critères seront satisfaits.

### **3. APPLICATION DES PLANS DE MÉLANGE POUR LA FORMULATION D'UNE PÂTE DE CIMENT**

Les facteurs d'étude dans le cas d'un mélange pâte sont le ciment (C), le filler calcaire (F), le superplastifiant (Sp) et l'eau (E). Il s'agit donc d'un mélange complet à quatre facteurs. Les réponses à déterminer sont d'ordre rhéologiques: une réponse (Y1) représentant le diamètre moyen d'étalement mesuré en (Cm) de la galette de pâte de ciment au mini-cône caractérisant le seuil de cisaillement, et une réponse (Y2) représentant le temps d'écoulement au cône de Marsh de 150 ml de volume de la même pâte, caractérisant la viscosité apparente du mélange. Les résultats seront donc des couples (étalement, écoulement) et sont différents pour chaque combinaison différente de quantités de constituants.

#### **3.1. Élaboration d'un domaine expérimental**

L'étude menée au chapitre III a permis de définir un domaine d'étude. Il englobe toutes les variations possibles de chaque paramètre de composition. Après analyse par l'intermédiaire des courbes iso-réponses, un domaine expérimental a été déduit. C'est un domaine à l'intérieur duquel on a pu mesurer les étalements au mini-cône et temps d'écoulement au cône de Marsh. En plus des conditions restrictives sur les paramètres de composition, on a fait intervenir le paramètre concentration volumique en solides ( $\Gamma$ ), puisque les fines particules solides proviennent à la fois du ciment, du filler et du superplastifiant sous forme d'extrait sec. Ce domaine est défini par les relations suivantes (en composition massique):

$$\left. \begin{array}{l} 10 \% \leq F \leq 20 \% \\ 1 \% \leq Sp \leq 1.5 \% \\ 0.24 \% \leq E/L \leq 0.3 \% \\ 0.57 \% \leq \Gamma \leq 0.59 \% \end{array} \right\} (4.6)$$

Le domaine d'expérience ainsi établi aurait peut être plus large sans la condition faite sur la concentration volumique en solides, celle ci varie dans un intervalle très restreint [0.57 0.59], une augmentation de valeur de ce facteur engendrerait des perturbations sur les autres paramètres et sur les réponses mesurées.

### 3.2. Le modèle mathématique choisi

Un plan d'expériences consiste à mettre en oeuvre une *stratégie* de travail dans le but de réduire le nombre des essais tout en atteignant rapidement les réponses aux questions posées [Picaud 2001].

Dans le cas d'un plan de mélange complet, on prend en considération tous les essais possibles donnés par le plan et on étudie les effets des constituants sur les caractéristiques du mélange formé. En travaillant sur le mélange complet à quatre facteurs, on peut opter pour un modèle mathématique de forme polynomial prenant en considération les variations des caractéristiques des mélanges en fonction de celles des dosages des constituants. Le degré du polynôme doit être choisi par un compromis entre la précision désirée et le nombre maximum d'expériences que l'on peut tolérer, pour tenir en compte les courbures ainsi que les synergismes et les antagonismes entre les constituants [El-Barrak 2005]. En tenant compte de ces hypothèses, le modèle polynomial adéquat serait de degré 2. Il donne la relation entre la réponse (Y) et les proportions (X<sub>i</sub>) des constituants, son équation s'écrit :

$$Y = \sum_{i=1}^k \beta_i X_i + \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^k \beta_{ij} X_i X_j \quad (4.8)$$

Les coefficients  $\beta_i$  et  $\beta_{ij}$  sont à déterminer et sont différents pour chaque réponse.

Les paramètres  $X_i$  et  $X_j$  correspondent aux proportions volumiques des constituants.

Sous forme analytique, l'équation (4.8) appliquée pour une réponse (Y) s'écrit de la façon suivante :

$$Y = \beta_1.C + \beta_2.F + \beta_3.E + \beta_4.Sp + \beta_{12}.C.F + \beta_{13}.C.E + \beta_{14}.C.Sp + \beta_{23}.F.E + \beta_{24}.F.Sp + \beta_{34}.E.Sp \quad (4.9)$$

Pour notre étude, nous avons deux (02) réponses à déterminer, une réponse (Y1) pour le diamètre d'étalement au mini-cône et une autre réponse (Y2) pour le temps d'écoulement de

150 ml de volume de pâte au cône de Marsh. Sur ces deux réponses, l'équation précédente sera appliquée et on détermine les dix (10) coefficients ( $\beta$ ) pour chaque réponse.

Le calcul des coefficients inconnus est beaucoup moins facile que pour les polynômes du 1<sup>er</sup> degré. L'emploi d'un logiciel se révèle absolument nécessaire [Goupy 1988].

La détermination des coefficients ( $\beta_i$ ) et ( $\beta_{ij}$ ) nécessite des expériences judicieusement choisies. Le meilleur choix de ces expériences serait d'effectuer des mesures sur les points expérimentaux situés sur les frontières du domaine expérimental, ces points apporteraient le maximum d'informations. Le calcul des coefficients du polynôme sera effectué par régression multilinéaire.

### 3.3. Matrice d'expériences et réponses expérimentales

Le plan d'expériences contribue à l'obtention des valeurs des réponses (Y) en fonction des variations des facteurs ou composants (X). Expérimentalement, certaines erreurs ( $\epsilon$ ) peuvent surgir, elles sont fonctions des conditions expérimentales, de l'appareillage utilisé et des précisions. Pour chaque réponse, des coefficients ( $\beta$ ) interprétant le plan d'expériences seront calculés.

Le système d'équations sous forme matriciel et en tenant compte des éventuelles erreurs expérimentales s'écrit :

$$[Y] = [X] \cdot [\beta] + [\epsilon] \quad (4.10)$$

La résolution de ce système est généralement conduite selon la méthode des moindres carrés [Goupy 88].

Pour un nombre (n) d'expériences, la relation (4.10) peut être formulée de la façon suivante :

$$\begin{pmatrix} Y_1 \\ \cdot \\ \cdot \\ \cdot \\ Y_n \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_1 & F_1 & Sp_1 & E1 & \dots & E_1Sp_1 \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & & \cdot \\ C_n & F_n & Sp_n & E_n & \dots & E_nSp_n \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \beta_1 \\ \cdot \\ \cdot \\ \cdot \\ \beta_n \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} \epsilon_1 \\ \cdot \\ \cdot \\ \cdot \\ \epsilon_n \end{pmatrix} \quad (4.11)$$

Pour notre cas, nous étudions un plan de mélange à 4 facteurs, le domaine d'étude est donc un espace à 4 dimensions. Les points situés sur les sommets, au milieu des arêtes, au milieu des facettes et au centre de gravité représentent *les points candidats* constituent la matrice d'expériences. Leur emplacement est choisi de façon à fournir des informations maximales, du fait de leur situation sur les frontières du domaine expérimental.

Après traitement des données introduites, le logiciel NemrodW génère le nombre et l'emplacement de ces points tout en tenant compte le respect des critères d'optimalité cités au paragraphe 2.3. Le tableau 4.2 ci dessous donne les informations nécessaires sur ces points et sur leur emplacement.

Les inéquations (4.6) qui définissent des contraintes relationnelles peuvent être transformées en équations arithmétiques où les inconnues sont C, F, Sp et E qui représentent des *proportions volumiques* respectivement des constituants : ciment, filler, superplastifiant et eau de la pâte confectionnée. Ils constituent les facteurs du plan de mélange. Cette transformation donne les équations (4.7) du système suivant:

$$\begin{aligned}
 C + F + E + SP &= 1 \\
 - 0,1125 C + F &\geq 0 \\
 0,2250 C - F &\geq 0 \\
 - 0,0290 C - 0,0258 F + Sp &\geq 0 \\
 0,0435C + 0,0387 F - Sp &\geq 0 \\
 0,43 C + 0,43 F - 0,221 Sp - 0,57 E &\geq 0 \\
 - 0,41 C - 0,41 F + 0,241 Sp + 0,59 E &\geq 0
 \end{aligned}
 \tag{4.7}$$

Nous illustrons dans ce qui suit un exemple de calcul permettant de comprendre la procédure suivie pour l'obtention de ces équations:

L'une des conditions sur le filler par exemple stipulait que  $F \geq 10\%$ , ceci veut dire que la masse du filler par rapport à celle du ciment doit être prise supérieure ou égale à 10%. On retrouve aisément la 2<sup>ème</sup> inéquation du système (4.7) de la façon suivante:

$$\begin{aligned}
 \text{FILLER} &\geq 10\% \Leftrightarrow \frac{MF}{MC} \geq 0.1 \Leftrightarrow \frac{MF}{MC} - 0.1 \geq 0 \\
 \frac{VF}{VC} &= \frac{\frac{MF}{MC}}{\frac{2800}{3150}} = \frac{MF}{MC} \times \frac{3150}{2800} \rightarrow \frac{MF}{MC} = \frac{VF}{VC} \times \frac{2800}{3150} = \frac{VF}{VC} \times 0.889 \\
 \text{cad : } &\frac{VF}{VC} \times 0.889 - 0.1 \geq 0 \Leftrightarrow VF - 0.1125 \times VC \geq 0 \\
 \text{d' où } &- 0.1225 \times C + F \geq 0 \quad \text{Inéquation (2) du système (4.7).}
 \end{aligned}
 \tag{4.8}$$

On peut retrouver la 3<sup>ème</sup> inéquation du système en procédant de la même façon comme le montre ce qui suit (l'autre condition est que  $F \leq 00\%$ ) :

$$\begin{aligned} \text{FILLER} &\leq 20\% \Leftrightarrow \frac{\text{MF}}{\text{MC}} \leq 0.2 \Leftrightarrow \frac{\text{MF}}{\text{MC}} - 0.2 \leq 0 & (4.9) \\ \frac{\text{VF}}{\text{VC}} &= \frac{\frac{\text{MF}}{2800}}{\frac{\text{MC}}{3150}} = \frac{\text{MF}}{\text{MC}} \times \frac{3150}{2800} \rightarrow \frac{\text{MF}}{\text{MC}} = \frac{\text{VF}}{\text{VC}} \times \frac{2800}{3150} = \frac{\text{VF}}{\text{VC}} \times 0.889 \\ \text{cad : } &\frac{\text{VF}}{\text{VC}} \times 0.889 - 0.2 \leq 0 \Leftrightarrow \text{VF} - 0.2250 \times \text{VC} \leq 0 \\ \text{d' où } &0.2250 \times \text{C} - \text{F} \geq 0 \quad \text{inéquation (3) du système (4.7).} \end{aligned}$$

En suivant la même procédure et en se servant aussi de la 1<sup>ère</sup> équation du système, on retrouve les autres inéquations.

Ces contraintes relationnelles lorsqu'elles seront développées puis traitées, aboutissent à des solutions déterminées par défaut (*contraintes inférieures implicites*) puis par excès (*contraintes supérieures implicites*) (tableau 4.1).

Tableau 4.1: Contraintes implicites des facteurs

Paramètre	Facteur	Contraintes inférieures Implicites	Contraintes supérieures Implicites
Ciment	C	0.4585	0.5251
Filler	F	0.0568	0.1073
Superplastifiant	Sp	0.0160	0.0250
Eau	E	0.3937	0.4196

Ces contraintes implicites délimitent le domaine expérimental, elles sont exprimées en proportions volumiques. Leurs sommes approchent l'unité par excès (1.07 pour les contraintes implicites supérieures) et par défaut (0.925 pour les contraintes implicites inférieures). Elles constituent en fait une des approches des solutions du système (4.7). Le tableau 4.2 donne les caractéristiques des points sélectionnés de la matrice d'étude.

Tableau 4.2 : Points sélectionnés pour la matrice

Désignation	Nombre de points
Nombre de sommets	8
Nombre d'arêtes	12
Nombre de faces de dimension 2	6
Centre de Gravité	1
Points tests internes	8
Total	35

Une fois les points fixés, le logiciel procède au calcul des inconnues, parmi elles la détermination des valeurs des proportions volumiques des paramètres C, F, Sp et E aux points candidats. La matrice expérience générée est donnée au tableau 4.3 au dessous présenté:

Tableau 4.3 : Matrice d'expériences de l'étude

N° Expérience	Ciment (C)	Filler (F)	Superplastifiant (Sp)	Eau (E)
1	0.5073	0.0571	0.0162	0.4195
2	0.4607	0.1037	0.0160	0.4196
3	0.5048	0.0568	0.0242	0.4143
4	0.4585	0.1032	0.0239	0.4144
5	0.5251	0.0591	0.0168	0.3991
6	0.4769	0.1073	0.0166	0.3992
7	0.5225	0.0588	0.0250	0.3937
8	0.4746	0.1068	0.0248	0.3939
9	0.4840	0.0804	0.0161	0.4195
10	0.5060	0.0569	0.0202	0.4169
11	0.5162	0.0581	0.0165	0.4093
12	0.4596	0.1034	0.0200	0.4170
13	0.4688	0.1055	0.0163	0.4094
14	0.4816	0.0800	0.0240	0.4143
15	0.5136	0.0578	0.0246	0.4040
16	0.4665	0.1050	0.0244	0.4041
17	0.5010	0.0832	0.0167	0.3991
18	0.5238	0.0589	0.0209	0.3964
19	0.4757	0.1070	0.0207	0.3965
20	0.4985	0.0828	0.0249	0.3938
21	0.5149	0.0579	0.0205	0.4066
22	0.4677	0.1052	0.0203	0.4068
23	0.4925	0.0818	0.0164	0.4093
24	0.4901	0.0814	0.0245	0.4041
25	0.4828	0.0802	0.0201	0.4169
26	0.4998	0.0830	0.0208	0.3965
27	0.4913	0.0816	0.0204	0.4067
28	0.4993	0.0693	0.0183	0.4131
29	0.4760	0.0926	0.0182	0.4131
30	0.4980	0.0692	0.0223	0.4105
31	0.4749	0.0924	0.0222	0.4106
32	0.5082	0.0703	0.0186	0.4029
33	0.4841	0.0944	0.0185	0.4029
34	0.5069	0.0702	0.0227	0.4002
35	0.4829	0.0942	0.0226	0.4003

Cette matrice servira en premier lieu au calcul des coefficients du modèle polynomial de degré 2 précédemment postulé.

Les valeurs du tableau IV.3 représentent les proportions volumiques de chaque paramètre de composition de la pâte.

L'étape suivante consiste à réaliser à nouveau les expériences et de remesurer les diamètres d'étalement et les temps d'écoulement des 35 mélanges de pâtes dont les constituants prennent les proportions volumiques du tableau.

Au laboratoire, les mesures des masses des différents composants ont été effectuées à l'aide d'une balance de précision 1/10<sup>ème</sup> de gramme près, mais une fois ces proportions converties en masses, on obtient de valeurs très proches l'une de l'autre à la même précision de pesage. Pour cela, afin d'éviter la répétition des expériences, certains points expérimentaux sont exclus, ces points figurent au tableau (4.3) et sont hachurés en gris.

Dans le tableau 4.4 sont présentées les valeurs des réponses expérimentales aux points désignés.

Tableau 4.4 : Matrice d'expériences de l'étude avec réponses expérimentales

N° Exp.	Ciment (C)	Filler (F)	(Sp)	Eau (E)	Etalement (Cm)	Ecoulement (s)
1	0.5073	0.0571	0.0162	0.4195	16.5	19.1
2	0.4607	0.1037	0.0160	0.4196	18.5	20.2
3	0.5048	0.0568	0.0242	0.4143	16.2	19.3
4	0.4585	0.1032	0.0239	0.4144	17.1	24
5	0.5251	0.0591	0.0168	0.3991	12.5	11
6	0.4769	0.1073	0.0166	0.3992	11.8	14.1
7	0.5225	0.0588	0.0250	0.3937	13.9	17.4
8	0.4746	0.1068	0.0248	0.3939	15.8	18.9
10	0.5060	0.0569	0.0202	0.4169	17.2	18.7
12	0.4596	0.1034	0.0200	0.4170	17.4	21.2
14	0.4816	0.0800	0.0240	0.4143	17.1	19.6
15	0.5136	0.0578	0.0246	0.4040	13.9	18.3
16	0.4665	0.1050	0.0244	0.4041	16.8	23.7
18	0.5238	0.0589	0.0209	0.3964	12.8	16.3
19	0.4757	0.1070	0.0207	0.3965	12.2	16.3
20	0.4985	0.0828	0.0249	0.3938	16.6	19.2
23	0.4925	0.0818	0.0164	0.4093	17.5	17.3
27	0.4913	0.0816	0.0204	0.4067	17.2	18.5

Les valeurs mesurées des étalements caractérisant les seuils de cisaillement; l'augmentation du diamètre d'étalement engendrerait la diminution du seuil de cisaillement [Cyr 1999] sont

d'autant plus grandes que soit la quantité de filler injectée est importante, c'est le cas par exemple des expériences 2, 4 et 12; soit la quantité du superplastifiant est grande avec une faible quantité de filler, cas des expériences 10 et 14; soit lorsque l'action fluidifiante du filler est jumelée avec celle du superplastifiant, c'est les des points expérimentaux 23 et 27.

Pour les réponses écoulement qui caractérisent l'aspect rhéologique viscosité, les valeurs augmenteraient probablement en fonction de l'augmentation de la concentration volumique en solides, c'est d'ailleurs le cas des points expérimentaux 4 et 16.

### 3.4. Etude de désirabilité: composition de la pâte optimale

En plus du choix du polynôme et de ses courbures (degré), le formulateur choisit pour chacune des réponses étudiées, un profil de courbe de *désirabilité partiel* ( $d$ ), qui traduit son degré de satisfaction en (%) en fonction de la valeur de la réponse obtenue. Chaque désirabilité ( $d_i$ ) est comprise entre **0%** (la désirabilité est inacceptable) et **100%** (dans ce cas, la réponse est parfaitement satisfaisante) [Mathieu 2006]. Les valeurs intermédiaires correspondent à des réponses plus au moins acceptables. Chaque profil de courbe traduit une condition postulée pour une réponse donnée. Les figures ci-après donnent les différents profils possibles des fonctions de désirabilité.

#### - La forme *unilatérale gauche* :

Dans ce cas, une valeur minimale ( $Y_{\min}$ ) est imposée et la réponse ne doit en aucun cas descendre au dessous de cette valeur seuil (figure 4.2). Les réponses au dessus de la valeur cible ( $Y_{\text{cible}}$ ) sont satisfaisantes, la désirabilité élémentaire est maximale et égale à 100%.

Pour réaliser l'optimisation d'une réponse qui n'a pas de maximum théorique, il suffit d'attribuer à ( $Y_{\text{cible}}$ ) une valeur qui paraît inaccessible [Mathieu 2006].

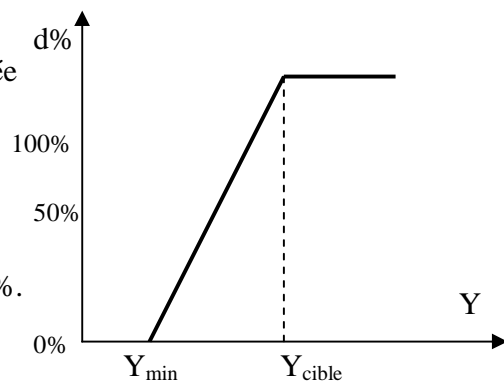


Figure 4.2: Forme unilatérale gauche

**- La forme unilatérale droite:**

C'est une forme symétrique à la précédente, elle peut être utilisée pour le cas d'une minimisation où les réponses doivent être inférieures à ( $Y_{max}$ ).

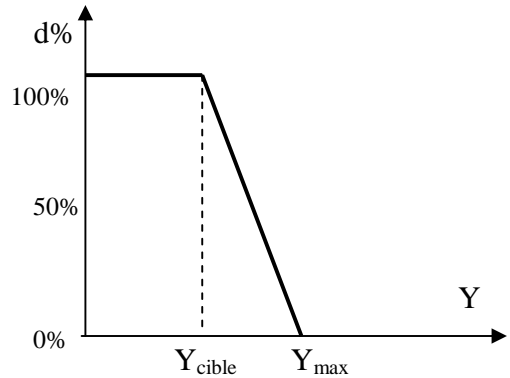


Figure 4.3: Forme unilatérale droite

**- La forme bilatérale :**

Elle indique que la réponse recherchée doit être aussi proche que possible de la valeur cible, en aucun cas cette réponse ne doit être en dehors de l'intervalle [ $Y_{min}$ ,  $Y_{max}$ ]. La courbe peut être symétrique ou dissymétrique [Mathieu 2006].

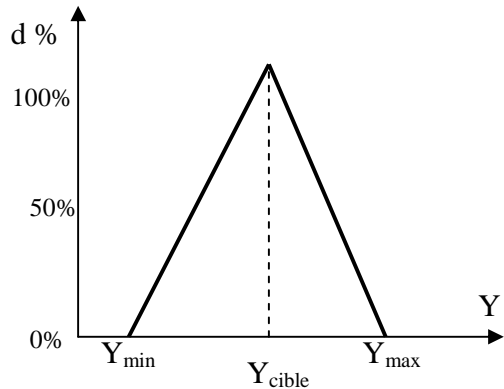


Figure 4.4: Forme bilatérale

**- La forme bilatérale avec tolérance :**

Dans ce dernier cas de figure, au lieu d'un point, la valeur cible est un intervalle de points (un segment de droite) représentant les réponses satisfaisantes, ce qui élargie la marge de satisfaction de l'expérimentateur.

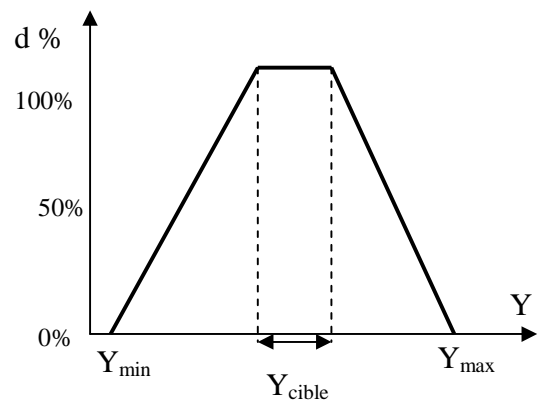


Figure 4.5: Forme bilatérale avec tolérance

Les fonctions de désirabilités peuvent ne pas être linéaires, au lieu des droites inclinées, des formes concaves ou convexes peuvent être choisies pour des désirabilités dites partielles. Pour les courbes concaves par exemple, l'indice de satisfaction diminue peu si la réponse obtenue est légèrement inférieures à la valeur minimale cible.

- *La fonction de désirabilité globale :*

Une fois les fonctions de désirabilités élémentaires définies pour chaque réponse, on s'intéressera à les exprimer en une fonction unique appelée *désirabilité globale* et notée **(D)**. D'une manière générale, pour (n) réponses, elle est définie par la relation (4.10) ci-dessous:

$$D = \sqrt[n]{d_1 \times d_2 \times d_3 \times \dots \times d_n} \quad (4.10)$$

### **3.5. Composition de la pâte optimale: Application au cas étudié**

Comme a été vu en synthèse bibliographique (Cf Chapitre I, § 2.5), les propriétés autoplaçantes d'un béton proviennent de celles de la pâte qui le constitue. Ainsi, pour pouvoir élaborer un béton autoplaçant, il faut d'abord définir les proportions des paramètres qui constitueront la pâte autoplaçante et enfin lui injecter des granulats à rapport G/S choisi. Pour cela, nous entamons la procédure de détermination de la composition d'une pâte optimale en utilisant le même logiciel, par le choix des fonctions de désirabilité élémentaires relatives à chaque réponse.

- *Pour la réponse "Étalement" ( $Y_1$ ) :*

D'après l'analyse paramétrique effectuée, on considère que la réponse étalement prend des valeurs convenables entre 14 et 16 cm, pour lesquelles le seuil de cisaillement est faible. Plus la réponse approche de la valeur cible 16 cm, plus sa fonction de désirabilité converge vers le maximum de 100%. La figure (4.6) illustre la forme et les valeurs minimales et cible de la fonction prise en considération dans nos calculs.

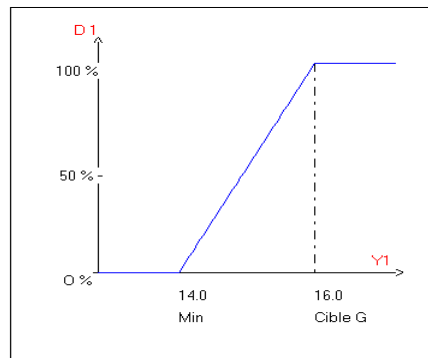


Figure 4.6 : Fonction de désirabilité de la réponse "Étalement"

- Pour la réponse "Écoulement" ( $Y_2$ ) :

Pour cette réponse, puisque plusieurs variantes nous été offertes pour lesquelles la viscosité apparente serait maximale, nous avons choisi donc une forme bilatérale avec tolérance, dans laquelle les valeurs minimale et maximale sont respectivement 15 et 20 s avec une tolérance entre 17 et 18 s, la fonction de désirabilité de cette réponse convergerait vers 100% lorsque le temps d'écoulement au cône de Marsh sera proche de ces deux valeurs. La figure (4.7) montre la forme choisie de cette fonction.

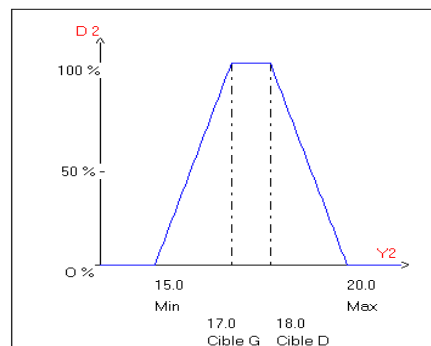


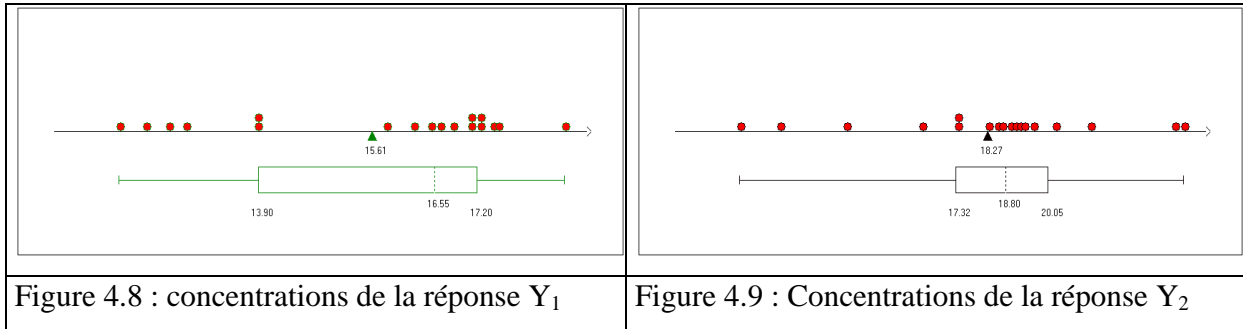
Figure 4.7 : Fonction de désirabilité de la réponse "Écoulement"

Les réponses obtenues en tenant compte des conditions postulées sont représentées dans le tableau 4. 5.

Tableau 4.5 : Statistiques des réponses obtenues

Réponse	Moyenne	Ecart-Type	Minimum	Maximum	Centre
Étalement	15.61	2.14	11.80	18.50	15.15
Écoulement	18.27	3.37	11.00	24.00	17.50

Les figures (4.8) et (4.9) représentent les concentrations des deux réponses étudiées. Plusieurs valeurs expérimentales (étalement et temps d'écoulement) sont réparties autour des valeurs cibles choisies.



Par itération, plusieurs solutions sont obtenues, mais de désirabilités différentes les une des autres, à titre d'exemple, Les tableaux suivants donnent les coordonnées et les caractéristiques des solutions initiales, intermédiaires puis finales.

Tableau 4.6-a : Coordonnées du maximum (initiales)

Variable	Valeur	Composant	Valeur
X1	0.479	Ciment	0.479
X2	0.103	Filler	0.103
X3	0.024	Sp	0.024
X4	0.394	Eau	0.394

Ces proportions volumiques étant obtenues, on ne peut conclure quant à leur acceptation qu'après avoir calculé les désirabilités élémentaires puis globales. Celles-ci sont présentées ci-dessous.

Tableau 4.6-b : Caractéristiques du maximum (initiales)

Réponse	Nom de la réponse	Valeur	di %	Poids	di min %	di max %
Y1	Étalement (cm)	15.0	50.95	1	0.00	100.00
Y2	Écoulement (s)	19.0	50.88	1	0.00	100.00
	DESIRABILITE		50.92		0.00	100.00

Comme l'on peut constater, les valeurs des désirabilités de chaque réponse et aussi celle de la désirabilité globale avoisinent les 50%. On continue alors les itérations pour essayer de trouver des valeurs meilleures.

Les tableaux suivants donnent les solutions intermédiaires obtenues par itération algorithmiques du logiciel jusqu'à l'obtention d'une réponse satisfaisante du point de vue désirabilité élémentaire (di).

Tableau 4.6-c : Coordonnées du maximum (intermédiaires)

Variable	Valeur	Composant	Valeur
X1	0.504	Ciment	0.504
X2	0.062	Filler	0.062
X3	0.024	Sp	0.024
X4	0.410	Eau	0.410

Tableau 4.6-d : Caractéristiques du maximum (intermédiaires)

Réponse	Nom de la réponse	Valeur	di %	Poids	di min %	di max %
Y1	Étalement (cm)	15.64	82.08	1	0.00	100.00
Y2	Écoulement (s)	17.92	100.00	1	0.00	100.00
	DESIRABILITE		90.60		0.00	100.00

Tableau 4.6-e : Coordonnées du maximum

Variable	Valeur	Composant	Valeur
X1	0.493	Ciment	0.493
X2	0.093	Filler	0.093
X3	0.024	Sp	0.024
X4	0.390	Eau	0.390

Tableau 4.6-f : Caractéristiques du maximum

Réponse	Nom de la réponse	Valeur	di %	Poids	di min %	di max %
Y1	Étalement (cm)	15.31	65.31	1	0.00	100.00
Y2	Écoulement (s)	17.28	100.00	1	0.00	100.00
	DESIRABILITE		80.82		0.00	100.00

Les tableaux (4.7-a) et (4.7-b) illustrent des solutions plus convergentes vers les valeurs ciblées.

Tableau 4.7-a : Coordonnées du maximum

Variable	Valeur	Composant	Valeur
X1	0.435	Ciment	0.435
X2	0.106	Filler	0.106
X3	0.016	Sp	0.016
X4	0.443	Eau	0.443

Une fois les coordonnées du maximum fixés, nous déterminons les caractéristiques expérimentales mesurées de ce point (tableau 4. 7-b).

Tableau 4.7-b : Caractéristiques du maximum

Réponse	Nom de la réponse	Valeur	di %	Poids	di min %	di max %
Y1	Étalement (cm)	17.14	100.00	1	0.00	100.00
Y2	Écoulement (s)	17.66	100.00	1	0.00	100.00
	DESIRABILITE		100.00		0.00	100.00

Une désirabilité globale qui a atteint 100% est une solution très satisfaisante. La fonction de désirabilité de la réponse écoulement a atteint son maximum de 100%, le temps d'écoulement de 17.66 s correspondrait à une valeur maximale de la viscosité apparente, ce qui est synonyme de bonne fluidité de la pâte de ciment à confectionner avec ces proportions.

La pâte optimale ayant des propriétés autoplaçantes sera donc composée des proportions données par le tableau récapitulatif (4.8); ces valeurs correspondent à la préparation de 1 m<sup>3</sup> de pâte.

Tableau 4.8 : Composition de la pâte optimale

Composant	Proportion volumique (m <sup>3</sup> )	Densité	Proportion massique (Kg)
Ciment	0.435	3.15	1370.25
Filler	0.106	2.8	296.80
Sp	0.016	1.085	17.36
Eau	0.443	1	443.00

Une vérification expérimentale comparative a été effectuée, ce qui a permis d'obtenir le tableau ci-dessous.

Tableau 4.9: Validation expérimentale du modèle

Valeur	Étalement (cm)	Écoulement (s)
Cible	14 – 16, préférence ≥ 16	15 – 20, préférence 17 – 18
Modèle	17.14	17.66
Expérimentale	16.8	18.1

Nous estimons que ces valeurs sont convenables, puisque d'une part, les valeurs trouvées se situent à l'intérieur des intervalles préalablement posés, et d'autre part, les différences entre les valeurs des réponses générées par le modèle et celles mesurées expérimentalement restent relativement faibles (les différences sont de 3 mm pour l'étalement et 0.44 s pour le temps

d'écoulement). On tiendra compte donc de cette composition de la pâte pour la confection du béton autoplaçant.

### 3.6. Analyse des diagrammes ternaires

Le plan d'expérience élaboré est formé de quatre sommets, représentés par les quatre paramètres (C, F, Sp et E) de composition des pâtes. L'analyse des diagrammes ternaires passe une première étape qui consiste à les élaborer, pour cela, on fixe un paramètre qu'on définit comme étant "hors plan" et on fait varier simultanément les trois autres. Le logiciel NemrodW utilisé donne des coupes dans les plans ou dans l'espace ces variations.

Dans le cas d'un plan de mélange soumis à des contraintes, le diagramme ternaire est représenté par un triangle équilatéral, dont les sommets sont occupés par les paramètres de composition; chaque sommet prend une valeur maximale lorsque les autres constituants prennent des valeurs minimales implicites déduites de la relation  $C + F + Sp + E = 1$ . Les diagrammes ternaires montrent le sens de l'évolution d'une réponse dans le plan de coupe choisie.

La figure 4.10 montre la représentation d'un diagramme ternaire type, le sens de l'évolution de chaque paramètre  $X_i$  et son emplacement par rapport aux deux autres.

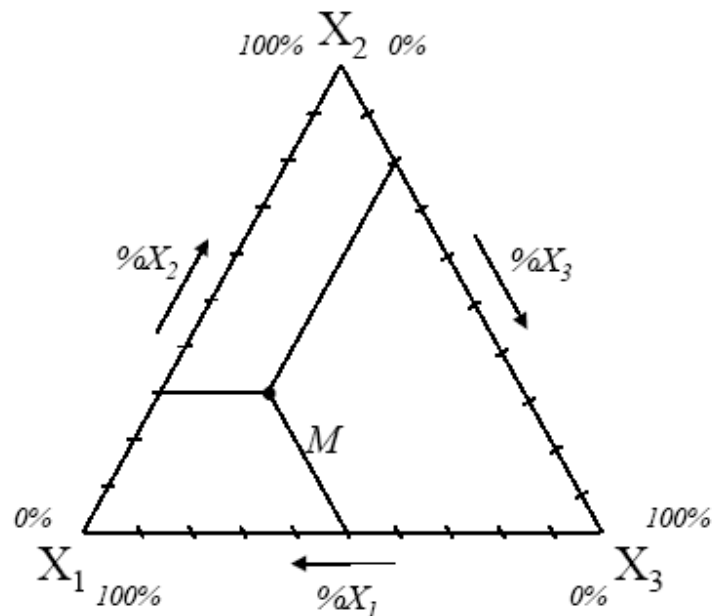
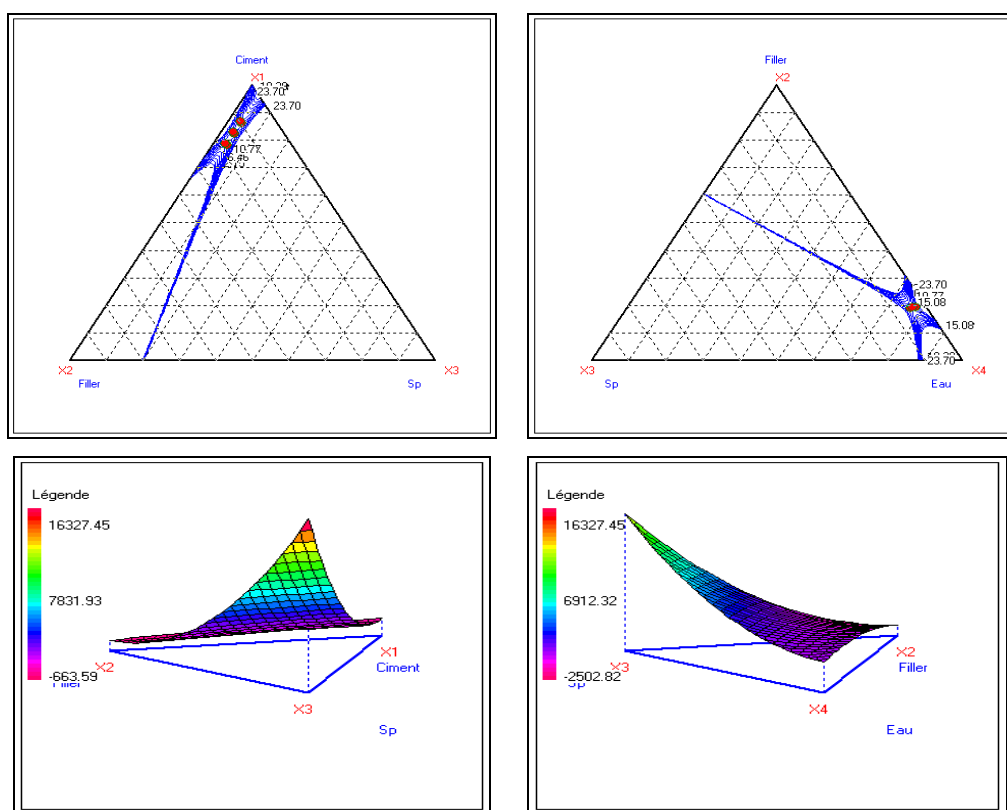


Figure 4. 10: Représentation du digramme ternaire

Les figures 4. 11 montrent quelques exemples la variation de la réponse *étalement* dans le plan des constituants (C, F et Sp) pour un dosage en eau fixé (exemple  $E = 0.39372$ ) puis dans celui des paramètres (F, Sp et E) pour une valeur du dosage volumique du ciment fixée (exemple  $C = 0.45849$ ) et ainsi de suite.

Dans le cas de la figure 4. 11-a, le constituant prépondérant sur la réponse étalement est le ciment (constituant C), et ce seulement dans la coupe illustrée, mais la réponse n'est pas complète quant à son influence, si elle est globalement prépondérante ou non sur l'ensemble du domaine expérimental. Pour cela, il faut fixer le même constituant déjà hors plan (paramètre E de la figure 4. 11-a et paramètre C dans le cas de la figure 4. 11-b), sur une valeur différente et vérifier son évolution.

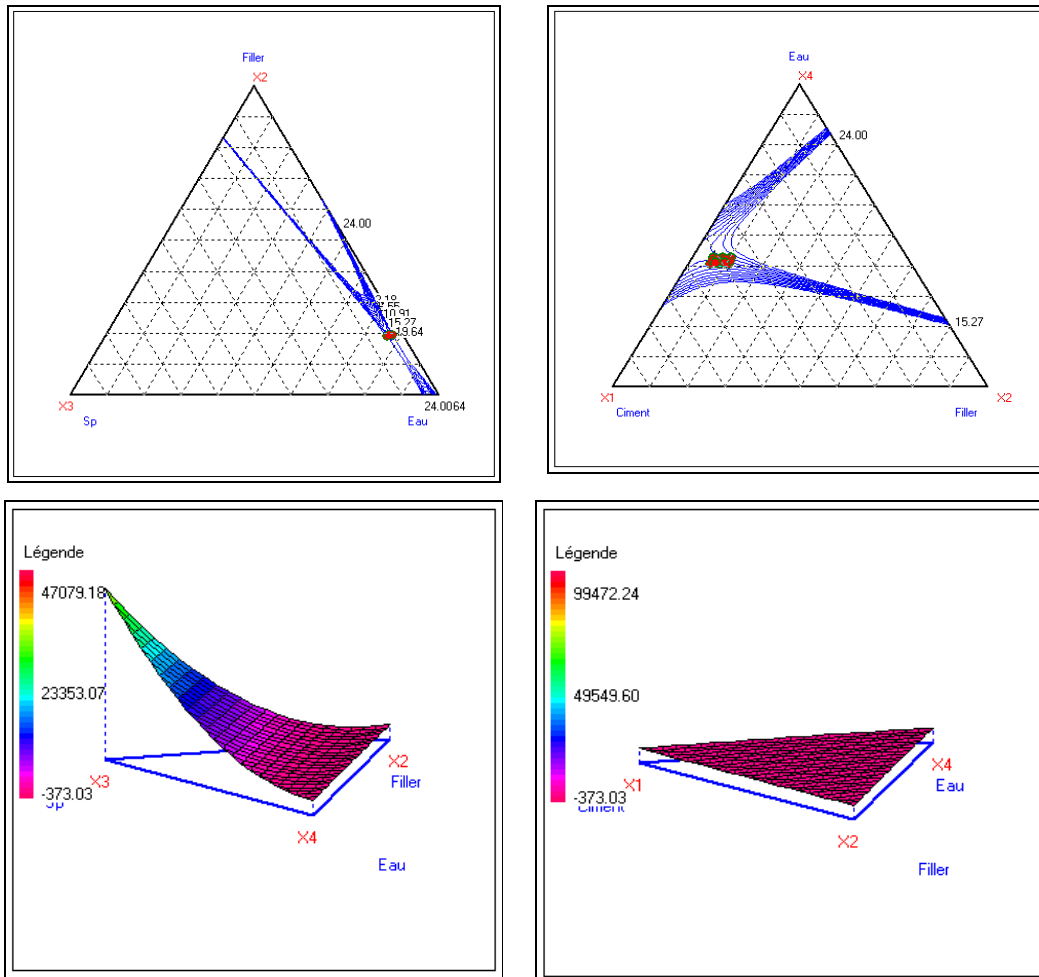


a- Variation de la réponse "Etalement" dans le plan : Ciment, Filler, Sp.  
Composant fixé : Eau = 0.39372

b- Variation de la réponse "Etalement" dans le plan : Filler, Sp, Eau.  
Composant fixé : Ciment = 0.45849

Figure4. 11: Exemples de variation de la réponse étalement en 2D et 3D.

La figure 4. 12 ci-dessous illustre un autre exemple, dans lequel sont présentées les variations de la réponse *écoulement* dans le plan (F, Sp et E) pour un dosage en ciment fixé ( $C = 0.45849$ ) puis celles des composants (E, C et F) pour un dosage volumique en superplastifiant fixé ( $Sp = 0.01788$ ).



a- Variation de la réponse "Ecoulement" dans le plan : Filler, Sp, Eau.  
Composant fixé: Ciment = 0.45849

b- Variation de la réponse "Ecoulement" dans le plan : Eau, Ciment, Filler  
Composant fixé: Sp = 0.01788

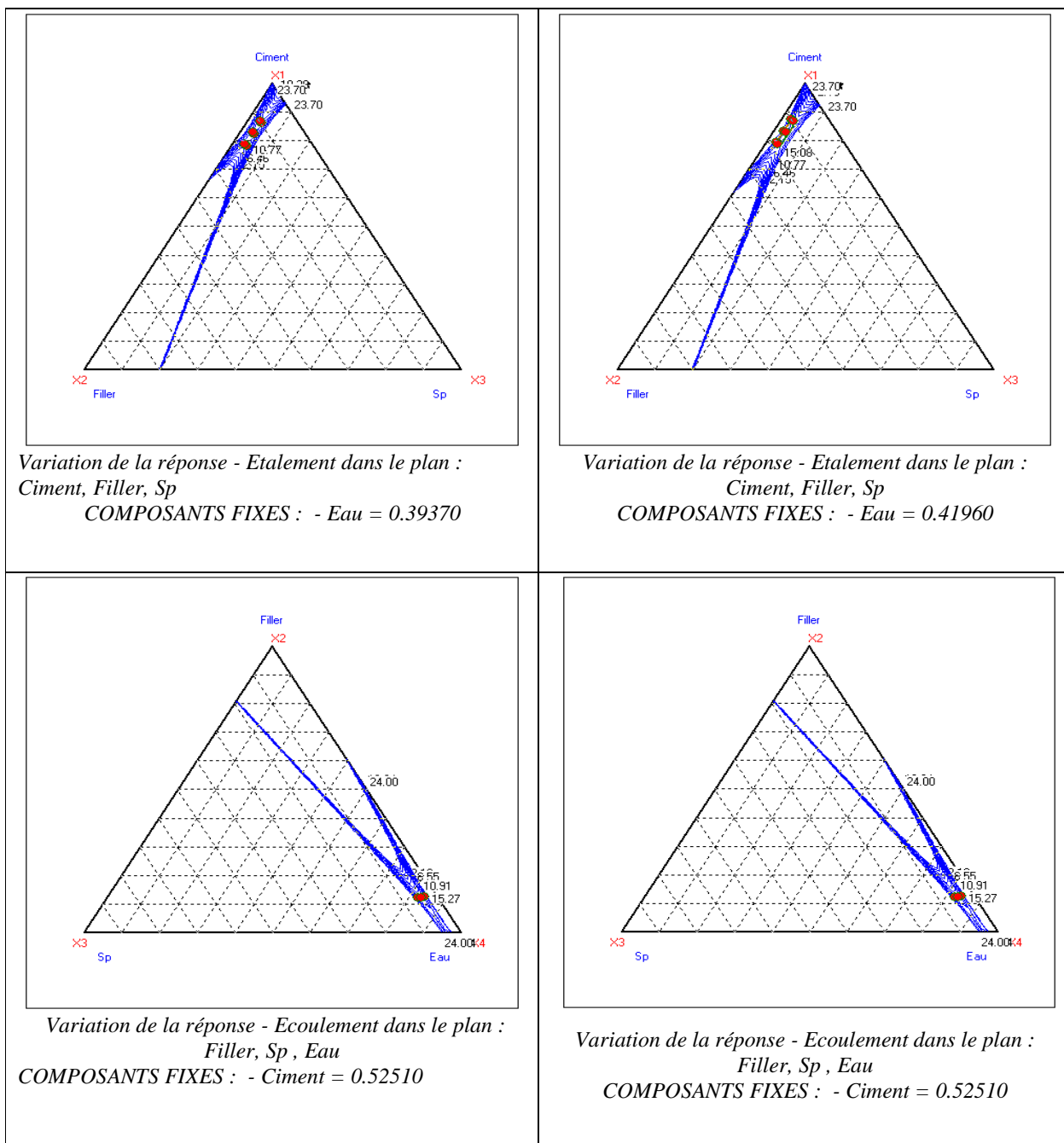
Figure 4. 12: Exemples de variation de la réponse écoulement en 2D et 3D.

Ainsi, on procède par fixer la valeur du paramètre hors plan à trois niveaux différents:

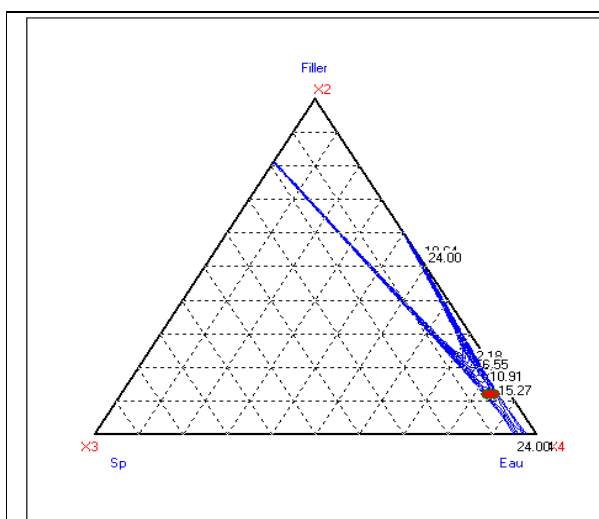
- Valeur fixée = dosage minimal dans le domaine expérimental (Inférieur implicite)
- Valeur fixée = dosage maximal (Supérieur implicite)
- Valeur fixée = dosage moyen

## Chapitre IV : Analyse par plans de mélanges

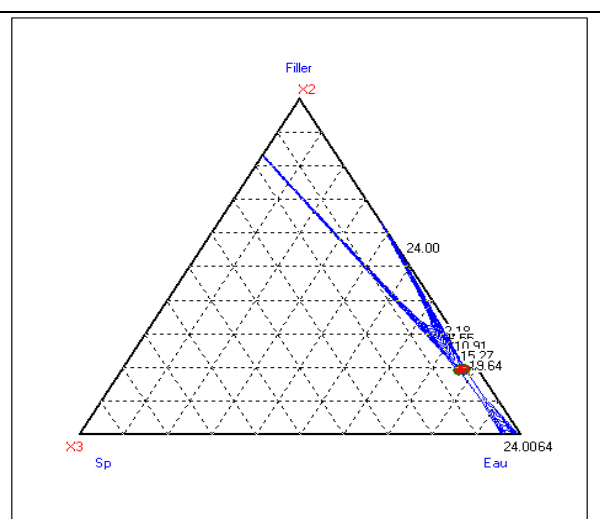
Partant de ce principe, les diagrammes de la figure 4. 13 ont été obtenus où sont présentées des illustrations de coupes dans le plan de différents diagrammes ternaires montrant à titre d'exemple, l'étude de l'évolution de la réponse étalement puis celle de la réponse écoulement, lorsque leurs paramètres hors plan respectifs prennent les valeurs en dosages minimale (Inférieure implicite), maximale (Supérieure implicite) puis moyen.



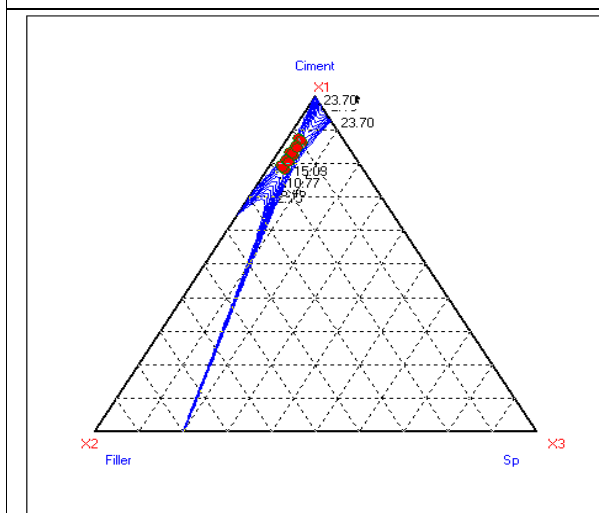
**Chapitre IV : Analyse par plans de mélanges**



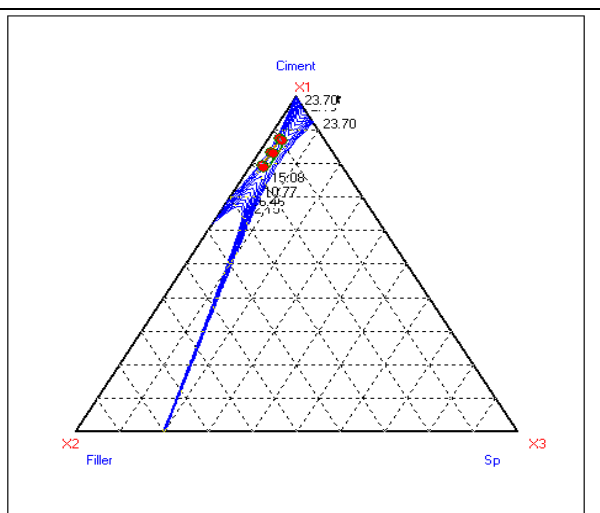
Variation de la réponse - Ecoulement dans le plan :  
 Filler, Sp, Eau  
 COMPOSANTS FIXES : - Ciment = 0.51590



Variation de la réponse - Ecoulement dans le plan :  
 Filler, Sp, Eau  
 COMPOSANTS FIXES : - Ciment = 0.45850



Variation de la réponse - Etalement dans le plan :  
 Ciment, Filler, Sp  
 COMPOSANTS FIXES : - Eau = 0.40330



Variation de la réponse - Etalement dans le plan :  
 Ciment, Filler, Sp  
 COMPOSANTS FIXES : - Eau = 0.41980

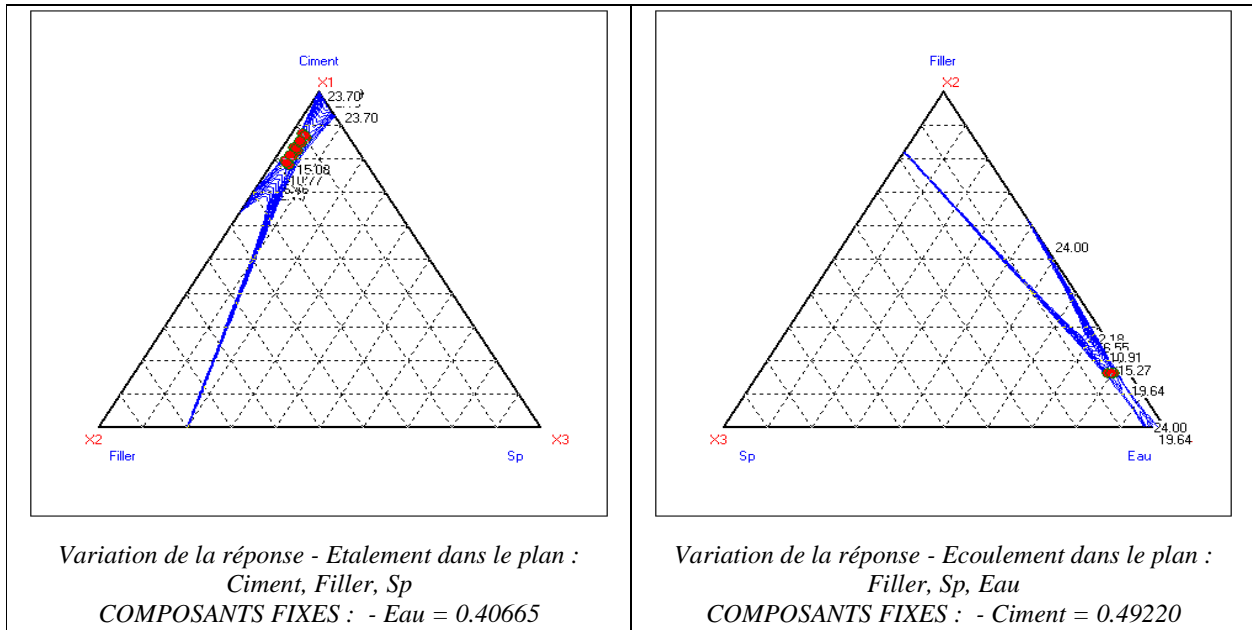


Figure 4. 13 : Diagrammes ternaires des variations des réponses dans le plan

En étudiant les variations des deux réponses en fonction des variations des dosages des différents constituants, nous pouvons constater d'éventuelles interactions entre ces paramètres pour chaque réponse. On définit alors les trois types d'interactivités possibles:

- ❖ *Interactivité faible* : lorsqu'on n'observe ni changement de niveau ni de sens dans les courbes iso-réponses.
- ❖ *Interactivité synergique* : lorsque le niveau seul change et les courbes conservent le même sens.
- ❖ *Interactivité antagoniste* : lorsque le niveau diffère et le sens des courbes s'inverse.

De ce fait, le superplastifiant agit de la même façon avec les autres constituants et pour les deux réponses, cela veut dire qu'il aurait une interactivité antagoniste.

Contrairement à celui, une faible interactivité a été observée pour le constituant filler, ce qui est logique compte tenu de sa nature inerte.

Les dosages compris entre les valeurs minimales et moyennes sont considérés comme dosages faibles, alors que les dosages compris entre les valeurs moyennes et maximales sont considérés comme dosages élevés des constituants hors plan [El-Barrak 2005].

### **3.7. Bilan**

L'analyse des influences des différents paramètres de composition sur l'écoulement des pâtes de ciment a été réalisée.

En étudiant l'influence des particules fines issues du ciment, du filler calcaire et du superplastifiant, un nouveau paramètre a été défini, il s'agit de la concentration volumique en solides ( $\Gamma$ ). L'étude des réponses rhéologiques (diamètre d'étalement au mini-cône et temps d'écoulement au cône de Marsh) a permis de définir les viscosités apparentes et les contraintes de cisaillement par l'intermédiaire des courbes dites iso-réponses. Celles-ci ont servi de définir les zones de viscosité maximale et de contrainte au cisaillement minimale, dans le cadre d'une analyse paramétrique.

La rhéologie de la pâte est étudiée en fonction des dosages en ciment, en filler calcaire, en superplastifiant et en eau. L'ouvrabilité et la fluidité des pâtes ainsi formées sont déduites des essais de l'étalement au mini cône (inspiré du cône d'Abrams) et du temps d'écoulement au cône de Marsh respectivement. A partir de ces essais considérés comme préliminaires, un domaine expérimental est déduit, à l'intérieur duquel les mesures sont possibles, les résultats des pâtes présentant des ségrégations (après étalement ou à l'aspect visuel) ou ne pouvant pas s'écouler ont été rejetés. Par utilisation de la méthode des plans de mélanges, le nombre d'expériences a été considérablement réduit, le problème sera mis en équations (sous forme de contraintes implicites) puis résolu numériquement en traitant les données par un logiciel spécialisé (NemrodW). En passant par des courbes des diagrammes ternaires, reliant les réponses étalements et temps d'écoulement des pâtes en fonction des dosages en constituants et en étudiant les fonctions de désirabilité sur chaque réponse: une composition de pâte autoplaçante est déduite.