

## VI.5. Détermination des facteurs influençant la réponse

Après l'évaluation d'effet de chaque facteur on va sélectionner ceux qui ont un effet significatif sur la réponse, en se basant sur le graphe des effets et le diagramme de Pareto.

### Le graphe des effets

c'est un graphe qui nous permet de visualiser l'effet des facteurs sous la forme de diagramme en bâtons. La surface de chaque bâtons est proportionnelle à la valeur de l'effet de ce facteur sur la réponse, cela veut dire plus que plus la surface de bâtons est grande plus que le facteur à un effet important sur la réponse. Le graphe nous présente soit des bâtons à droite, soit à gauche ou bien les deux à la fois, si les bâtons sont à droite cela signifie que les facteurs ont un effet positif, si ils sont à gauche cela signifie que les facteurs ont un effet négatif.

### Le diagramme de Pareto

Le diagramme de Pareto est un graphique représentant l'importance de différentes causes sur un phénomène. Ce diagramme permet de mettre en évidence les causes les plus importantes sur le nombre total d'effet et ainsi de prendre des mesures ciblées pour améliorer une situation.

ce diagramme est encore connue sous le nom de loi des 80/20 qui est basé sur le principe de 20 % des causes produisent 80 % des effets [8].

#### ❖ Taux d'azote

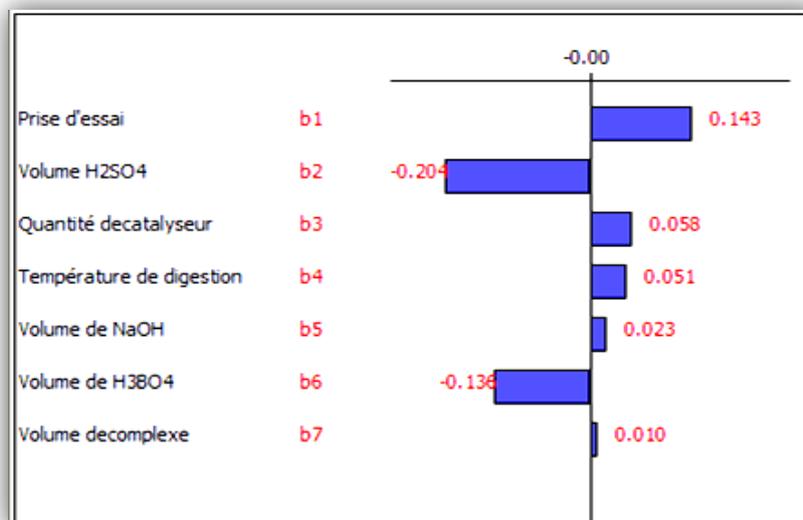


Figure 9: Graphe des effets pour le taux d'azote.

### L'interprétation de graphe

D'après le graphe des effets (Figure 9) on remarque que le volume de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> présente un effet négatif maximal, avec un effet positif maximal de la prise d'essai par contre les autres facteurs ont une influence très faible sur la réponse.

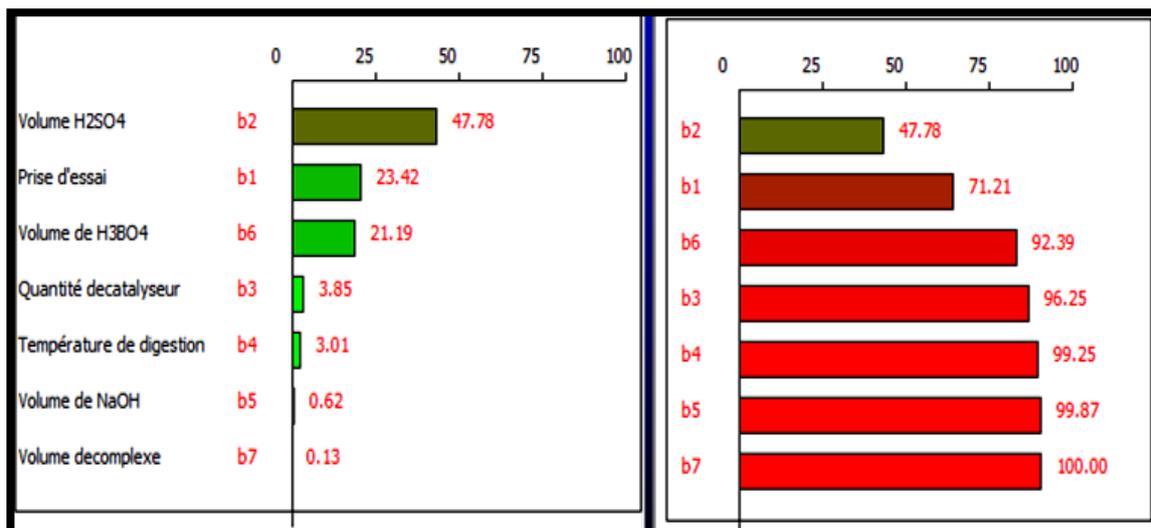


Figure 10: Diagramme de Pareto individuel et cumulatif pour le taux d'azote.

### L'interprétation de graphe

L'analyse de diagramme de Pareto (Figure 10) montre que le volume de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et H<sub>3</sub>BO<sub>4</sub> avec la prise d'essai présente un effet de pourcentage supérieur à 80% ce qui renforce les résultats obtenus par le graphe des effets.

A partir des deux graphes on conclut que la variation de taux d'azote est dû au trois facteurs: volume d'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), volume d'acide borique (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) et la prise d'essai.

### ❖ Taux du phosphore

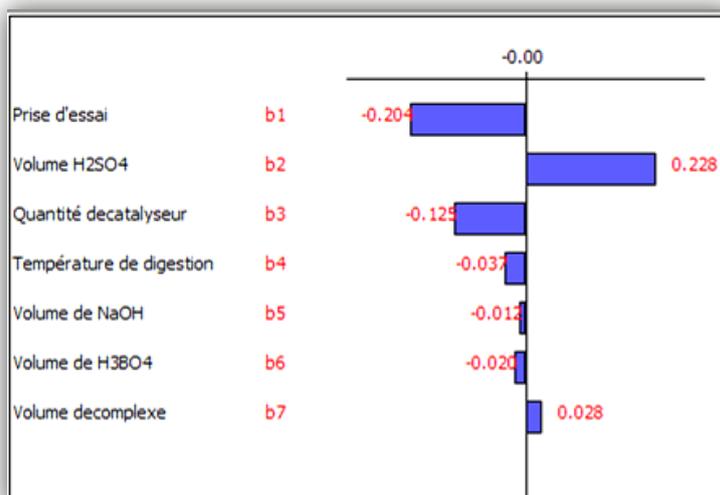


Figure 11: Graphe des effets pour le taux du phosphore.

### L'interprétation de graphe

D'après le graphe des effets (Figure 11) on remarque que la quantité du catalyseur et la prise d'essai présente un effet négatif maximal, avec un effet positif maximal de volume de  $H_2SO_4$  par contre les autres facteurs ont une influence très faible sur la réponse.



Figure 12: Diagramme de Pareto individuel et cumulé pour le taux du phosphore.

### L'interprétation de graphe

L'analyse de diagramme de Pareto (Figure 12) montre que le volume de  $H_2SO_4$  et la prise d'essai avec la quantité de catalyseur présentes un effet de pourcentage supérieur à 80% ce qui renforce les résultats obtenus par le graphe des effets.

A partir des deux graphes on conclut que la variation de taux du phosphore est dû au trois facteurs volume d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ), la quantité de catalyseur et la prise d'essai.

### VI.6. Conclusion :

Dans cette partie nous avons évalué l'effet des facteurs influençant la variation du taux d'azote et du phosphore grâce à l'utilisation de plan de criblage.

L'étude nous montre que quatre facteurs sont responsables de cette variation :

- ✓ **Volume de  $H_2SO_4$ .**
- ✓ **Volume de  $H_3BO_3$ .**
- ✓ **Prise d'essai.**
- ✓ **Quantité de catalyseur.**

Notre objectif est de trouver un réglage de telle façon à respecter les recommandations fixées par l'entreprise dont:

- Taux en Azote = 7.358 % <  $N_2$  < 7.558%
- Taux en phosphore = 2.38 % < P < 2.45 %

Donc on va passer à la deuxième partie de notre étude par l'utilisation d'un plan de surface de réponse qui nous permet de trouver des points optimaux qui répondent au besoin de l'entreprise.

## **VII. Optimisation de taux d'azote et du phosphore par le plan du surface de réponse .**

Le plan utilisé dans la première partie n'avait que deux niveaux d'étude par facteur et le modèle mathématique utilisé est du premier degré sans interaction, il nous permet de sélectionner les facteurs qui influencent notre réponse.

Dans la deuxième partie nous avons fait appel aux plans du surface de réponse. Ces plans utilisent des modèles polynomiaux du second degré avec plus que deux niveaux d'étude par facteur . Il existe plusieurs types du plans de second degré dont les principaux sont: les plans composites centrés(PCC), les plans de Box-Behnken et les plans de Doehlert et nous avons choisi le PCC comme plan de notre étude.

### **VII.1. le plan composite centré**

Un plan composite est constitué de trois parties :

1. Nombre d'essai d'un plan factoriel complet
2. Au moins un point expérimental situé au centre du domaine d'étude.
3. Un nombre d'essai en étoile sur les axes à une distance  $\alpha$  du centre du domaine

le nombre des essais pour un nombre des facteurs inférieur à 5 est calculé par la relation suivante:

$$N=2^k +2K+N_0$$

avec:

N: le nombre totale des essais.

K: le nombre de facteur.

$N_0$ : le nombre de répétition au centre du domaine.

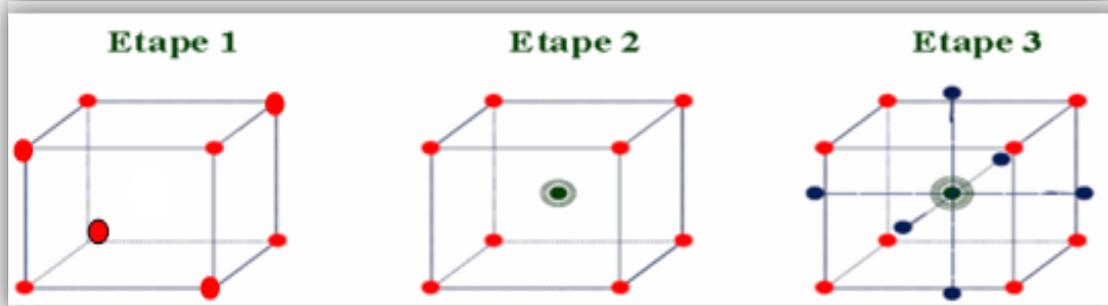


Figure 13: la construction d'un plan composite centré

## VII.2. Domaine expérimental des facteurs

À partir du plan de criblage nous avons sélectionnés quatre facteurs qui présentent une influence sur le taux d'azote et du phosphore:

- ✓ **Volume de  $H_2SO_4$ .**
- ✓ **Volume de  $H_3BO_3$ .**
- ✓ **Prise d'essai.**
- ✓ **Quantité de catalyseur.**

Dans cette partie on va varier que trois facteurs qui sont le volume de  $H_2SO_4$ , prise d'essai, et la quantité du catalyseur et on va fixer le volume  $H_3BO_3$  dans son niveau bas à cause d'un problème dans le réglage de l'appareil.

Ces facteurs sont présentés sous forme de tableau avec leurs domaine expérimental.

Facteurs	Unité	Niveau (-)	Niveau (+)
prise d'essai	g	0.175	0.225
Volume de $H_2SO_3$	ml	4	7
Quantité de catalyseur	g	1.1	2.1

Tableau 7 : Les facteurs et leur domaine expérimental

## VII.3. Le Plan d'expérimentation

Après la détermination des facteurs qu'on va varier est qui sont fixé en trois facteurs, nous avons choisi un plan composite centré avec une matrice de 20 expériences ,dont 6 répétitions au centre pour vérifier le modèle et minimiser l'erreur .

N°EXP	Prise d'essai	Volume de H2SO4	Quantité de catalyseur
1	-1	-1	-1
2	1	-1	-1
3	-1	1	-1
4	1	1	-1
5	-1	-1	1
6	1	-1	1
7	-1	1	1
8	1	1	1
9	-1	0	0
10	1	0	0
11	0	-1	0
12	0	1	0
13	0	0	-1
14	0	0	1
15	0	0	0
16	0	0	0
17	0	0	0
18	0	0	0
19	0	0	0
20	0	0	0

Tableau 8 : Matrice d'expérience de PCC

La variation des Facteurs est présenter dans le plan d'expérience suivant:

N°EXP	Prise d'essai	Volume de H2SO4	Quantité de catalyseur
1	0,175	4	1,1
2	0,225	4	1,1
3	0,175	7	1,1
4	0,225	7	1,1
5	0,175	4	2,1
6	0,225	4	2,1
7	0,175	7	2,1
8	0,225	7	2,1
9	0,175	5,5	1,6
10	0,225	5,5	1,6
11	0,200	4	1,6
12	0,200	7	1,6
13	0,200	5,5	1,1
14	0,200	5,5	2,1
15	0,200	5,5	1,6
16	0,200	5,5	1,6

N°EXP	Prise d'essai	Volume de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Quantité de catalyseur
17	0,200	5,5	1,6
18	0,200	5,5	1,6
19	0,200	5,5	1,6
20	0,200	5,5	1,6

Tableau 9 : Le plan d'expérimentation

#### **VII.4. Résultats des essais**

L'application du plan d'expérimentation sur l'échantillon inter-laboratoire de la levure sèche nous donne les résultats suivants:

N°EXP	Taux d'azote	Taux du phosphore
1	7,420	1,635
2	7,503	1,474
3	6,930	2,799
4	7,131	2,660
5	7,714	2,120
6	7,770	1,601
7	7,076	2,550
8	7,203	2,530
9	7,412	2,626
10	7,464	2,568
11	7,757	2,314
12	7,330	2,723
13	7,471	2,613
14	7,650	2,577
15	7,559	2,619
16	7,448	2,632
17	7,419	2,616
18	7,426	2,598
19	7,434	2,603
20	7,448	2,581

Tableau 10 : Les résultats des essais

#### **VI.4. Traitement des données**

Nous avons utilisé un PCC et un modèle polynomial du second degré avec interaction, donc le modèle est le suivant :

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 + b_{33}X_3^2$$

Pour calculer le coefficient de chaque facteur nous avons utilisé Nemrodw comme logiciel.

❖ **Taux d'azote**

Coefficients	valeurs
b0	7,4975
b1	0,0519
b2	-0,2494
b3	0,0958
b1-1	-0,1221
b2-2	-0,0166
b3-3	0,0004
b1-2	0,0236
b1-3	-0,0126
b2-3	-0,0429

Tableau 11 : calcul de l'effet des facteurs du modèle pour le taux d'azote

Donc le modèle mathématique est le suivant:

$$Y = 7.4975 + 0.0519X_1 - 0.2494X_2 + 0.0958X_3 + 0.0236X_1X_2 - 0.0126X_1X_3 - 0.0429X_2X_3 - 0.1221X_1^2 - 0.0166X_2^2 + 0.0004X_3^2$$

❖ **Taux du phosphore**

Coefficients	valeurs
b0	2,6552
b1	-0,0897
b2	0,4118
b3	0,0197
b1-1	-0,1286
b2-2	-0,2071
b3-3	-0,1306
b1-2	0,0651
b1-3	-0,0299
b2-3	-0,1239

Tableau 12 : calcul de l'effet des facteurs du modèle Pour le taux du phosphore

Donc le modèle mathématique est le suivant:

$$Y = 2.6552 - 0.0897X_1 + 0.4118X_2 + 0.0197X_3 + 0.0651 X_1X_2 - 0.0299 X_1X_3 - 0.1239X_2X_3 - 0.1286X_1^2 - 0.2071X_2^2 + 0.1306X_3^2$$

## VII.5. Validation du modèle mathématique

Pour la validation d'un modèle mathématique il faut suivre les étapes suivantes:

- 1-Vérifier la table d'analyse de variance (ANOVA)
- 2-Vérifier le coefficient de détermination  $R^2$  et  $R^2$  ajuster
- 3-Vérifier la signification de chaque coefficient du modèle.
- 4-Etude des résidus

### VII.5.1. Table d'analyse de variance

L'analyse de variance peut être utilisée pour tester la validité du modèle linéaire. Deux tests de Fisher sont réalisés afin d'assurer que :

- 1- L'existence d'un effet significatif de l'ensemble des facteurs sur la réponse.
- 2- L'erreur du modèle est considérée comme négligeable.

#### 1-vérification de l'existence d'un effet significatif de l'ensemble des facteurs sur la réponse.

L'analyse par régression linéaire est utilisée pour étudier la relation entre la réponse et les variables. Cette relation est exprimée par un modèle mathématique qui peut également être utilisé pour la prédiction des réponses.

Pour montrer que notre modèle est descriptif, on utilise la procédure des tests d'hypothèses:

$H_0$ : il existe un effet significatif de l'ensemble des facteurs sur la réponse ( $\alpha=5\%$ )

$H_1$ : il n'existe pas un effet significatif de l'ensemble des facteurs sur la réponse.

$$F_1 = \frac{\text{Variance du modèle}}{\text{variance résiduel}} = \frac{S1^2}{Sr^2} > à F_{critique}$$

#### 2-Vérifier que l'erreur du modèle est considérée comme négligeable.

Ce test consiste à vérifier la validité de la droite de régression c-à-d est ce que notre modèle est prédictif ou pas, il permet de mesurer la différence qui existe entre le modèle postulé qui a été choisi par l'expérimentateur et le modèle réel qui représente le phénomène étudié.

Pour montrer que notre modèle est Prédictif, on utilise la procédure de tests d'hypothèses:

$H_0$ : Erreur du modèle est négligeable ( $\alpha=5\%$ )

$H_1$ : Erreur du modèle n'est pas négligeable.

$$F_2 = \frac{\text{Variance due à l'erreur du modèle}}{\text{variance expérimentale}} = \frac{S1^2}{Sr^2} < à F_{critique}$$

### ❖ Tableau d'ANOVA pour le taux d'azote

Les résultats d'analyse de variance pour le taux d'azote est représenté par le tableau suivant:

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signification (5%)
Régression	0.8490	9	0.0943	17.2210	< 0.01 ***
Résidus	0.0548	10	0.0055		
Validité	0.0413	5	0.0083	3.0610	12.2
Erreur	0.0135	5	0.0027		
Total	0.9038	19			

Tableau 13: L'analyse de la variance pour le taux d'azote

A partir du tableau d'ANOVA on peut dire que:

- le modèle est descriptif ( $0.01 < 5\%$ ), il existe un effet significatif de l'ensemble des facteurs sur la réponse.
- le modèle est prédictif ( $12.2 > 5\%$ ), l'erreur due au modèle est négligeable

### ❖ Tableau d'ANOVA pour le taux du phosphore

Les résultats d'analyse de variance pour le taux d'azote est représenter par le tableau suivant:

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signification
Régression	2.7496	9	0.3055	15.60	< 0.01 ***
Résidus	0.1958	10	0.0196		
Validité	0.1942	5	0.0388	120.25	< 0.01 ***
Erreur	0.0016	5	0.0003		
Total	2.9454	19			

Tableau 14: L'analyse de la variance pour le taux du phosphore

À partir du tableau d'ANOVA on peut dire que:

- le modèle est descriptif ( $0.01 < 5\%$ ), il existe un effet significatif de l'ensemble des facteurs sur la réponse.
- le modèle n'est pas prédictif ( $P < 5\%$ ), il ya un erreur expérimentale.

### VII.5.2. le coefficient de détermination $R^2$ et $R^2$ ajusté

\*Le coefficient de détermination  $R^2$  est la proportion de variabilité expliquée par le modèle de la régression, il permet de juger la qualité d'une régression linéaire par une valeur comprise entre 0 et 1 on peut le calculer par la formule suivante:

$$R^2 = \frac{\text{Variabilité expliquée par le modèle}}{\text{variabilité totale}} = \frac{SCEm}{SCEt}$$

\* Le coefficient de détermination  $R^2$  ajusté, il est utilisé pour comparer des modèles comportants un nombre différent de variables, ce coefficient augmente de manière systématique avec le nombre de variables explicatives et aussi il tient compte du nombre p de paramètres d'un modèle, il est calculé par la formule suivante:

$$R^2_{\text{ajusté}} = 1 - \frac{\text{Carré moyen résiduel}}{\text{Carré moyen totale}} = 1 - \frac{CMr}{CMt}$$

❖ **le coefficient de détermination  $R^2$  et  $R^2_{\text{ajusté}}$  pour le taux d'azote**

$R^2$	<b>0.939</b>
$R^2_{\text{ajusté}}$	<b>0.885</b>

$R^2=0,94 > 0.8$  nous permet de conclure que le modèle postulé explique 94% du phénomène étudié. alors que Le 6% qui reste est dû aux résidus.

$R^2_{\text{ajusté}}=0.88 > 0.7$  nous donne une idée sur la qualité d'ajustement et le choix du modèle.

donc à partir de  $R^2$  et  $R^2_{\text{ajusté}}$  la qualité de notre module est bonne.

❖ **le coefficient de détermination  $R^2$  et  $R^2_{\text{ajusté}}$  pour le taux du phosphore**

$R^2$	<b>0.934</b>
$R^2_{\text{ajusté}}$	<b>0.874</b>

$R^2=0,93 > 0.8$  nous permet de conclure que le modèle postulé explique 93% du phénomène étudié. alors que le 7% qui reste est dû aux résidus.

$R^2_{\text{ajusté}}=0.87 > 0.7$  nous donne une idée sur la qualité d'ajustement et le choix du modèle.

donc à partir de  $R^2$  et  $R^2_{\text{ajusté}}$  la qualité de notre module est bonne.

**VII.5.3. signification des coefficients du modèle**

Pour évaluer la signification de chaque coefficient du modèle il faut appliquer un test de student avec la procédure de tests d'hypothèses.

$H_0$ :  $b_i=0$  l'effet du coefficient est nul ( $\alpha=5\%$ ).

$H_1$ :  $b_i \neq 0$  il existe un effet significatif de coefficient.

$$t_{\text{cal}} = \frac{|b_i|}{S_i}$$

$b_i$ =la valeur du coefficient.

$S_i$ = écart-type du coefficient.

❖ **Les coefficients de taux d'azote**

Nom	Coefficient	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	7.4975	0.025443978	294.67	< 0.01 ***
b1	0.0519	0.023405055	2.22	5.1
b2	-0.2494	0.023405055	-10.66	< 0.01 ***
b3	0.0958	0.023405055	4.09	0.217 **
b1-1	-0.1221	0.044631689	-2.74	2.10 *
b2-2	-0.0166	0.044631689	-0.37	71.7
b3-3	0.0004	0.044631689	0.01	99.4
b1-2	0.0236	0.026167647	0.90	38.8
b1-3	-0.0126	0.026167647	-0.48	64.0
b2-3	-0.0429	0.026167647	-1.64	13.2

Tableau 15: signification des coefficients pour le taux d'azote

D'après le tableau 15:

La prise d'essai (b1) est presque n'a pas d'effet significatif , par contre le volume de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (b2) et la quantité de catalyseur (b3) influencent de façon significatif sur le pourcentage d'azote.

Pour les interactions entre les trois facteurs, on remarque qu'il n'y a pas d'effet et la même chose pour Les effets quadratiques sauf l'effet du premier facteur.

❖ **Les coefficients de taux du phosphore**

Nom	Coefficient	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	2.6552	0.0061780893	429.77	< 0.01 ***
b1	-0.0897	0.0056830156	-15.78	< 0.01 ***
b2	0.4118	0.0056830156	72.46	< 0.01 ***
b3	0.0197	0.0056830156	3.47	1.79 *
b1-1	-0.1286	0.010837086	-11.87	< 0.01 ***
b2-2	-0.2071	0.010837086	-19.11	< 0.01 ***
b3-3	-0.1306	0.010837086	-12.05	< 0.01 ***
b1-2	0.0651	0.0063538046	10.25	0.0152 ***
b1-3	-0.0299	0.0063538046	-4.70	0.533 **
b2-3	-0.1239	0.0063538046	-19.50	< 0.01 ***

Tableau 16: signification des coefficients pour le taux du phosphore

D'après le tableau 16:

Les facteurs: prise d'essai, volume de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et la quantité de catalyseur influencent de façon significatif sur le pourcentage du phosphore.

On remarque aussi qu'il ya un effet pour toutes les interactions et les effets quadratiques.

### VII.5.4. Etude des résidus

L'inférence statistique relative à la régression linéaire repose principalement sur l'étude des résidus  $\epsilon$  qui résume les informations manquantes du modèle mathématique. Il est possible que le modèle ne soit pas correct et qu'il existe un facteur de variabilité inconnu qui ne soit pas intégré dans le modèle. Donc il faut analyser la normalité de la distribution des résidus, et aussi la distribution des résidus qu'ils doivent être aléatoire autour de la droite [9].

#### ❖ Les résidus de taux d'azote

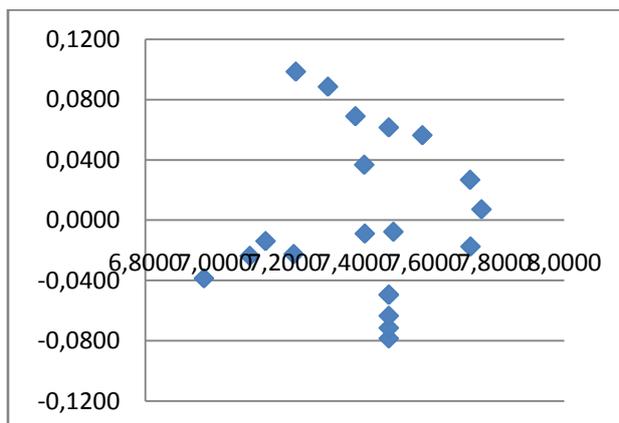


Figure 14: Graphe de distribution des résidus.

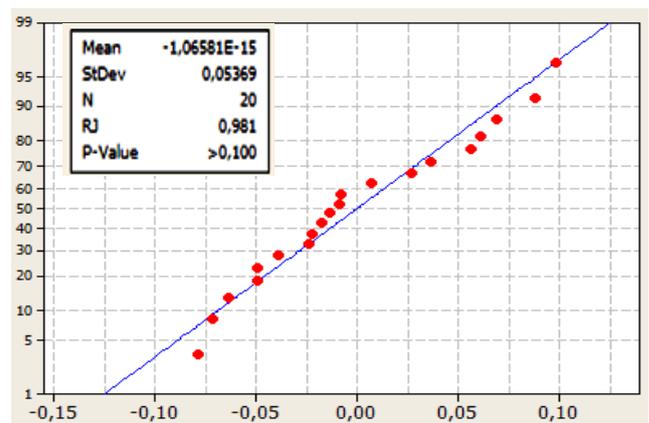


Figure 15: Graphe de la loi normale

A partir des deux graphes on remarque que les résidus suivent une loi normale avec une distribution aléatoire autour de la droite  $\hat{y}$ .

#### ❖ Les résidus de taux du phosphore

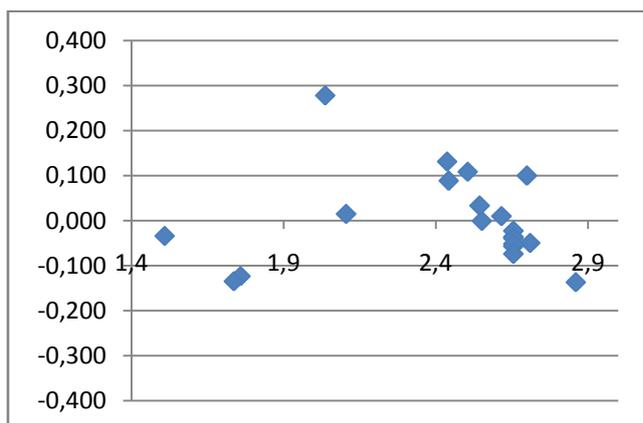


Figure 16: Graphe de distribution des résidus.

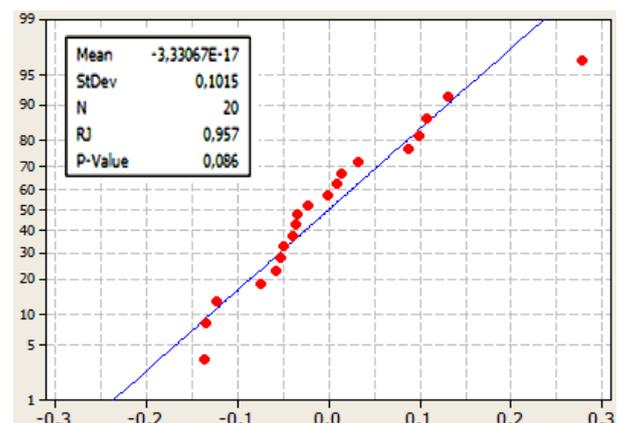


Figure 17: Graphe de la loi normale

La même chose pour ces deux graphes on remarque que les résidus suivent une loi normale avec une distribution aléatoire autour de la droite  $\hat{y}$ .

## VIII. Optimisation du taux d'azote et du phosphore

### La surface de réponse:

la surface de réponse est une représentation graphique des deux facteurs tout en fixant un à un niveau constant, elle permet de trouver toutes les combinaisons entre les deux facteurs pour livrer une infinité des réponses.

#### ❖ La surface de réponse pour le taux d'azote

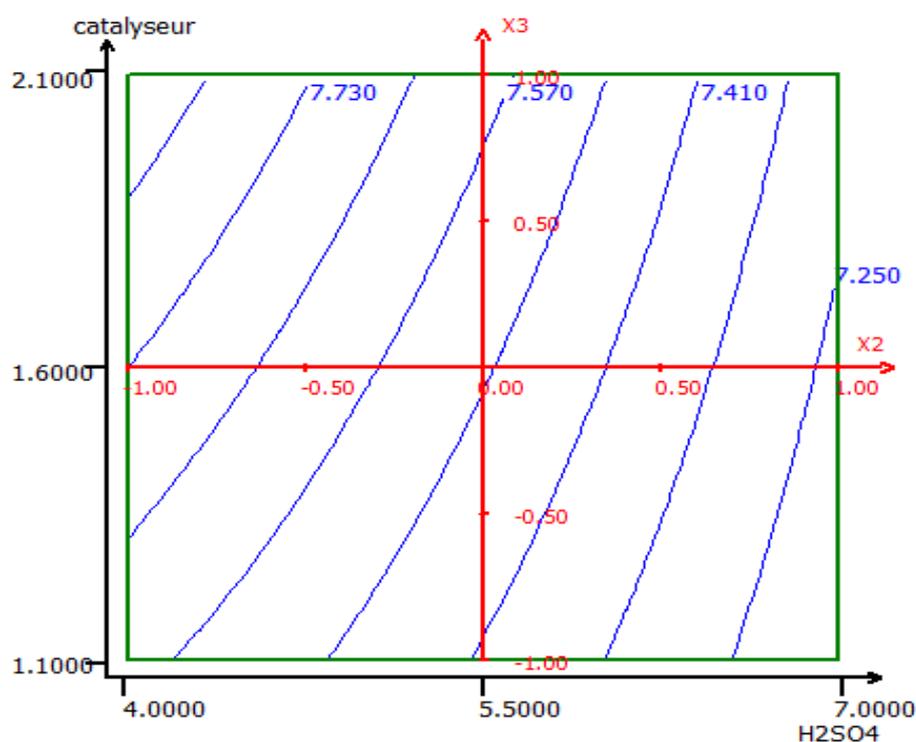


Figure 18: Courbes d'iso-réponses de taux d'azote en fonction de la  $H_2SO_4$  et quantité de catalyseur.

### Interprétation du courbe:

Pour le taux d'azote, on remarque clairement que:

-Plus on augmente la quantité de catalyseur plus le taux d'azote augmente, ce qui montre l'effet positif du catalyseur sur la réponse.

-Par contre plus on augmente le volume de  $H_2SO_4$  le taux d'azote diminue ce qui confirme l'effet négatif d'acide sur la réponse.

-Quand on augmente ou bien on diminue les deux facteurs à la fois ( catalyseur et acide ) on se trouve dans des valeurs intermédiaires de taux d'azote.

### ❖ La surface de réponse pour le taux du phosphore

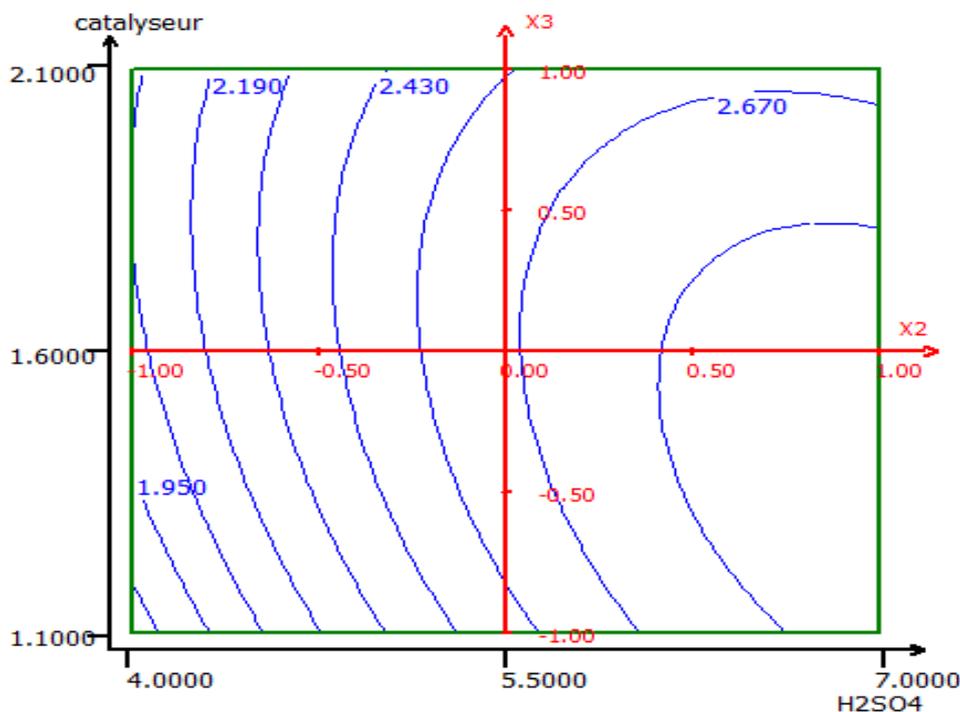


Figure 19: Courbes d'iso-reponses de taux du phosphore en fonction de la  $H_2SO_4$  et quantité de catalyseur.

#### Interprétation du courbe:

Pour le taux du phosphore, on remarque clairement que:

-Plus on augmente la quantité de catalyseur plus le taux du phosphore augmente , ce qui montre l'effet positif du catalyseur sur la réponse.

-De même plus on augmente le volume de  $H_2SO_4$  plus le taux du phosphore augmente ce qui confirme l'effet positif d'acide sur la réponse.

- Lorsqu'on augmente les deux facteurs à la fois ( catalyseur et acide ) on se trouve dans des grandes valeurs de taux du phosphore et le contraire lorsqu'on diminue les facteurs.

#### Récapitulation

À partir de la figure 18 et 19, on remarque que le catalyseur à un effet positif sur les deux réponses (taux d'azote et phosphore), par contre l'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) présente un effet négatif sur le taux d'azote et positif sur le taux du phosphore.

Pour répondre donc aux exigences de l'entreprise qui sont fixées dans  $7.358 \% < N_2 < 7.558\%$  pour le taux d'azote et  $2.38 \% < P < 2.45 \%$  pour le taux du phosphore nous avons utilisé la fonction de désirabilité.

### ✓ Fonction de désirabilité

La désirabilité représente le degré d'accord entre les objectifs fixés dans un problème et le niveau des réponses modélisées. Elle donne l'équivalent d'un pourcentage de satisfaction en fonction de la réponse calculée par le modèle, elle est très utile quand il faut trouver le meilleur compromis entre plusieurs réponses.

La fonction désirabilité est basée sur la transformation de toutes les réponses obtenues à partir de différentes échelles de mesure en une échelle identique de désirabilité et sans dimension. Les valeurs des fonctions de désirabilité (D) sont comprises entre 0 et 1. La valeur de 0 est attribuée lorsque les facteurs conduisent à une réponse inacceptable (non désirable) et celle de 1 lorsque la réponse correspond à une satisfaction maximale donné par les facteurs considérés [10].

Après l'entrainement des données dans la fonction de désirabilité nous avons obtenu les résultats suivants :

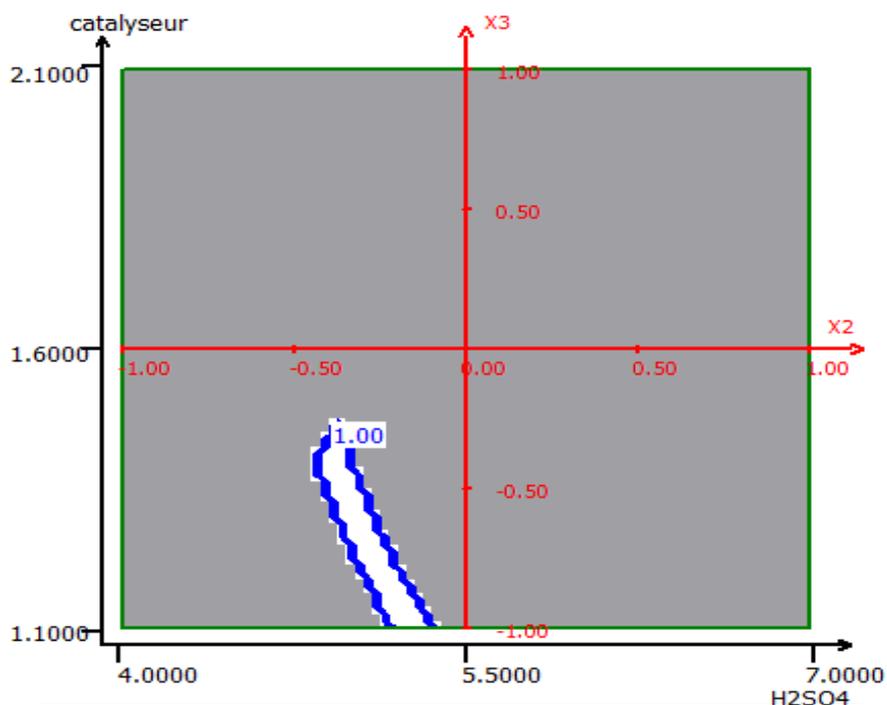


Figure 20: surface de réponse de taux d'azote et du phosphore en fonction de la H2SO4 et quantité du catalyseur.

### Interprétation

-La partie grise de la surface de réponse correspond à une désirabilité égal à 0 qui conduit à une réponse inacceptable.

-Par contre si on se déplaçant dans la partie blanche on va livrer la réponse désirée par l'entreprise car elle correspond à une désirabilité égal à 1.

### La Réponse désiré

Le réglage optimale des facteurs obtenus pour atteindre un taux d'azote entre 7.358 % < N<sub>2</sub> < 7.558% et un taux du phosphore entre 2.38 % < P < 2.45 % sont déterminés à partir de la zone de désirabilité et présentées dans les tableau suivant:

Variables	Facteurs	Réglages	Taux d'azote	Taux du phosphore
X1	Prise d'essai	0.200 g	7.55 ±0.07	2.41±0.02
X2	Volume de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	4.9 ml		
X3	Quantité de catalyseur	1.4122 g		

Tableau 17: la réponse désiré pour le taux d'azote et phosphore

### VIII.1.vérification de réglage des facteurs par des essais

Cette étape consiste à vérifier le modèle mathématique est ce qu'il est vraiment prédictif ou pas par une série des essais, en utilisant le réglage des facteurs obtenus (Tableau 17) à partir de la fonction de désirabilité.

Prise d'essai	Volume de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Quantité de catalyseur	Volume de H <sub>3</sub> BO <sub>4</sub>	Volume de NaOH	Température de digestion	Volume de complexe
0.200 g	4.9 ml	1.4122	20 ml	20ml	1 heure	6 ml

Tableau 18: les valeurs fixe des facteurs pour la vérification du modèle

Nous avons effectué 5 essais pendant 5 jours et chaque essai est répété 6 fois dans les mêmes conditions et le même réglage des facteurs, l'ordre de la réalisation des essais est indiqué dans la figure 21



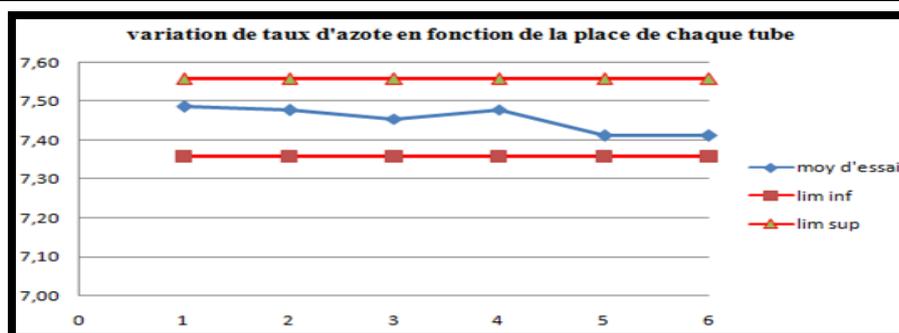
Figure 21: organisation des essais de test

Après la réalisation des essais nous avons obtenu les résultats suivants:

### ❖ Taux d'azote

Résultat d'azote(%)						
	Tube 1	Tube 2	Tube 3	Tube 4	Tube 5	Tube 6
Essai 1 jour 1	7,49	7,48	7,46	7,48	7,41	7,41
Essai 2 jour 2	7,48	7,48	7,46	7,47	7,42	7,42
Essai 3 jour 3	7,49	7,47	7,45	7,49	7,41	7,41
Essai 4 jour 4	7,49	7,48	7,45	7,47	7,40	7,40
Essai 5 jour 5	7,49	7,48	7,46	7,48	7,42	7,42
Moyenne	7,49	7,48	7,46	7,48	7,41	7,41

Tableau 19: Résultats de vérification du modèle pour le taux d'azote.



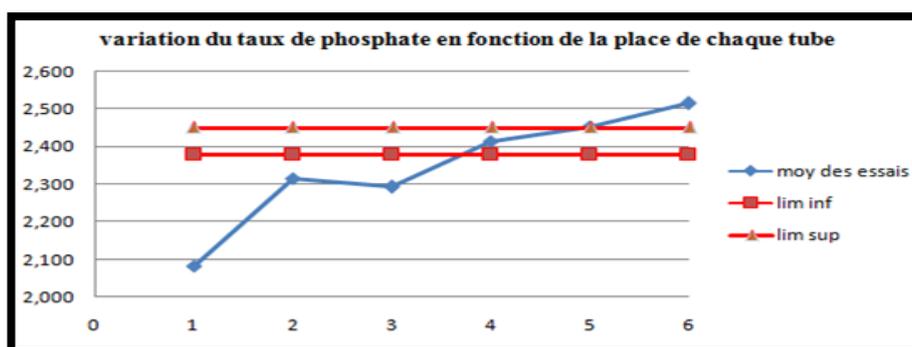
### Interprétation

D'après le graphe, on remarque qu'il ya une variation de taux d'azote dès le changement de la place des tubes, puisque le pourcentage d'azote varie de 7.49% dans le tube 1 jusqu'a 7.41% dans le tube 6, alors que la valeur prédite par le modèle est de  $7.55 \pm 0.07$ . Le modèle est alors prédictif juste dans la place 1,2 et 3. Mais malgré cette variation, on reste toujours dans l'intervalle donné par l'entreprise ( $7.358 \% < N_2 < 7.558\%$  ).

### ❖ Taux du Phosphore

Résultat du phosphore (%)						
	Tube 1	Tube 2	Tube 3	Tube 4	Tube 5	Tube 6
Essai 1 jour 1	1,997	2,333	2,243	2,405	2,460	2,519
Essai 2 jour 2	2,089	2,320	2,317	2,434	2,446	2,521
Essai 3 jour 3	2,156	2,331	2,324	2,432	2,447	2,516
Essai 4 jour 4	2,042	2,234	2,308	2,372	2,440	2,506
Essai 5 jour 5	2,132	2,354	2,268	2,431	2,468	2,515
Moyenne	2,083	2,314	2,292	2,415	2,452	2,515

Tableau 20: Résultats de vérification du modèle pour le taux du phosphore.



### Interprétation

D'après le graphe on remarque qu'il ya une grande variation de taux du phosphore dès le changement de la place des tubes, puisque le pourcentage du phosphore augmente de 2.083% dans le tube 1 jusqu'a 2.52% dans le tube 6, alors que la valeur prédite par le modèle est de  $2.41 \pm 0.02$ ; donc le modèle n'est pas prédictif sauf dans la place 4 qui se trouve dans L'intervalle donné par l'entreprise ( $2.38 \% < P < 2.45\%$ ).

### Récapitulation

Pour vérifier est ce qu'il ya vraiment un effet de changement de place des tubes dans le digesteur sur la réponse, il faut faire une analyse de la variance et puisque les essais sont effectués pendant des jours différents, il est obligatoire d'intégrer l'effet de jour sur les résultats.

### VIII.1.1. Analyse de la variance à deux facteurs

L'analyse de la variance est un test statistique, son objectif principal est de tester l'hypothèse selon laquelle les moyennes de plusieurs groupes indépendants de distributions normales sont égales, en se basant sur un test de Fisher.

On va effectuer ce test sur les résultats des essais du tableau 19 et 20.

#### Tests d'hypothèses:

- ✓  $H_0 : \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_n$  les moyennes sont de même ordre de grandeur ( $\alpha=0.05$ )
- ✓  $H_1 : \mu_1 \neq \mu_2 \neq \dots \neq \mu_n$  il existe au moins une moyenne différente des autres

$$F = \frac{\text{Variance de facteur}}{\text{variance résiduelle}} = \frac{Sf^2}{Sr^2} > à F_{\text{critique}}$$

#### ❖ Tableau d'ANOVA pour le taux d'azote

SV	SCE	ddl	CM	F	Probabilité	F critique
Jour	0,0003159	4	7,898E-05	1,5490458	0,226435	2,8660814
Tube	0,0294199	5	0,005884	115,404	4,82E-14	2,7108898
Erreur	0,0010197	20	5,099E-05			
Total	0,0307555	29				

Tableau 21: Tableau d'ANOVA pour le taux d'azote.

D'après le tableau d'ANOVA:

- ❖  $F_1 < F_{\text{critique 1}}$  ( $1,55 < 2,87$ ):  $H_0$  est acceptée les moyennes sont de même ordre de grandeur, donc il n'y a pas un effet de jour
- ❖  $F_2 > F_{\text{critique 2}}$  ( $115,4 > 2,71$ ):  $H_0$  est rejetée les moyennes ne sont pas de même ordre de grandeur, donc il ya un effet de changement de place des tubes dans le digesteur.

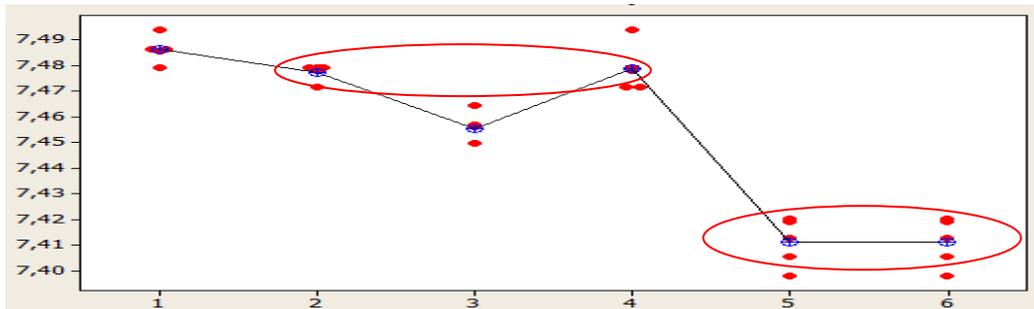


Figure 22: Comparaison des moyennes en fonction des places des tubes dans le digesteur

D'après la figure on remarque les moyennes du Tube 5 , 6 et 2, 4 sont de même ordre de grandeur par contre la moyenne de 1 et 3 sont différents.

❖ **Tableau d'ANOVA pour le taux du phosphore**

SV	SCE	ddl	CM	F	Probabilité	F critique
jour	0,0120357	4	0,0030089	2,7490763	0,0568833	2,8660814
Tube	0,5881017	5	0,1176203	107,46239	9,562E-14	2,7108898
Erreur	0,0218905	20	0,0010945			
Total	0,6220279	29				

Tableau 22: Tableau d'ANOVA pour le taux du phosphore.

- ❖  $F_1 < F_{\text{critique } 1}$  ( $2,75 < 2,87$ ) :  $H_0$  est accepter les moyenne sont de même ordre de grandeur ,donc il n'ya pas un effet de jour
- ❖  $F_2 > F_{\text{critique } 2}$  ( $107,46 > 2,71$ ):  $H_0$  est rejeter les moyenne ne sont pas de même ordre de grandeur ,donc il ya un effet de changement palace des tubes dans le digesteur.

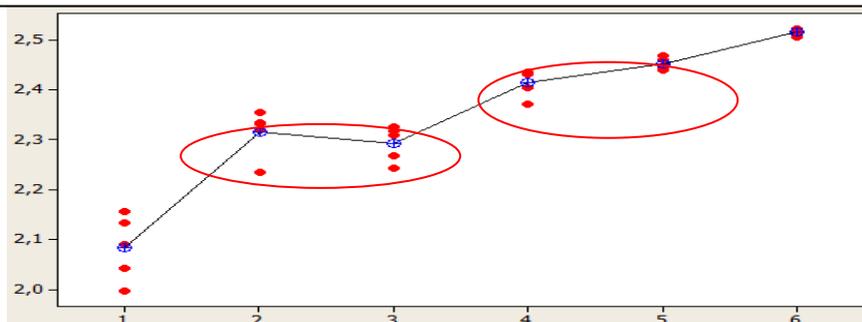


Figure 23: Comparaison des moyennes en fonction des places des tubes dans le digesteur

D'après la figure on remarque les moyennes du Tube 2 , 3 et aussi 4,5 sont de même ordre de grandeur par la moyenne du tube 1 et 6 sont différents .

**Conclusion**

À partir des deux tables d'ANOVA on peut conclure qu'il ya vraiment un effet de changement de place des tubes dans le digesteur sur la réponse, ce problème est dû à la non homogénéité de la température à l'intérieur de digesteur qui est le responsable de la minéralisation de la matière organique, donc pour résoudre ce problème il faut changer le digesteur et refaire un autre plan d'expérience.