

PLANS D'EXPERIENCE ET ANALYSE DE LA VARIANCE ⁽¹⁾

par P. DAGNELIE

Faculté des Sciences Agronomiques de l'Etat - Gembloux, Belgique

1. INTRODUCTION.

La plupart des études statistiques peuvent être divisées en *trois phases*, qui sont successivement :

- la collecte des données ;
- la réduction et la présentation de ces données sous forme de distributions de fréquences, de graphiques ou de paramètres (statistique descriptive) ;
- l'extension des résultats obtenus de cette façon à l'ensemble des individus auxquels on s'intéresse, mais qui n'ont pas pu être observés de manière détaillée, par le réalisation d'estimations et de tests d'hypothèses (inférence ou induction statistique) ⁽²⁾.

L'*analyse de la variance*, dont l'objectif essentiel est la comparaison de deux ou plusieurs moyennes, se situe au troisième niveau (inférence statistique), l'*expérimentation*, par contre, se situe au premier niveau (collecte des données). Les deux sujets sont cependant étroitement liés et sont souvent traités simultanément.

Pour des raisons didactiques, nous nous efforcerons de scinder ces deux thèmes, en considérant successivement les principes généraux de l'analyse de la variance (paragraphe 2), quelques exemples d'application de l'analyse de la variance (paragraphe 3) et les principes généraux d'expérimentation (paragraphe 4). Nous traiterons d'ailleurs ces questions brièvement, en renvoyant les lecteurs à d'autres travaux pour plus de détails.

(1) Résumé d'une série de conférences données dans le cadre d'un « cycle de perfectionnement en génie chimique », organisé à Bruxelles par la Branche belge de la Société de Chimie industrielle et consacré à « l'application de la statistique au génie chimique ».

(2) Cette dernière étape est évidemment exclue lorsque, par recensement complet, l'observation s'étend à *tous* les individus auxquels on s'intéresse.

2. PRINCIPES GENERAUX DE L'ANALYSE DE LA VARIANCE.

2.1. L'ANALYSE DE LA VARIANCE A UN CRITERE DE CLASSIFICATION.

Le test t de STUDENT, qui figure en bonne place parmi les méthodes classiques de l'inférence statistique, a pour but la comparaison des moyennes de deux populations normales de même variance, à partir d'échantillons aléatoires, simples et indépendants extraits de ces populations. Son principe est d'accepter l'hypothèse d'égalité des moyennes « théoriques » ou « vraies » lorsque la différence existant entre les moyennes observées correspondantes ne dépasse pas une valeur donnée. Cella-ci est fonction de la variabilité des observations réalisées, des nombres d'observations (effectifs des échantillons) et du niveau de probabilité choisi.

Plus concrètement, l'acceptation de l'hypothèse d'égalité des moyennes intervient lorsque :

$$|\bar{x}_1 - \bar{x}_2| < t(\alpha) \sqrt{\frac{n_1 s_1^2 + n_2 s_2^2}{n_1 + n_2 - 2}} \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}},$$

ou

$$|\bar{x}_1 - \bar{x}_2| < t(\alpha) \sqrt{\frac{SCE_1 + SCE_2}{n_1 + n_2 - 2}} \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}.$$

\bar{x}_1 et \bar{x}_2 désignant les moyennes observées, s_1^2 et s_2^2 les variances observées, SCE_1 et SCE_2 les sommes des carrés des écarts correspondantes, n_1 et n_2 les effectifs des échantillons, et $t(\alpha)$ la valeur de la distribution de STUDENT relative au niveau de probabilité α et à $n_1 + n_2 - 2$ degrés de liberté.

La même conclusion peut être obtenue en affirmant que l'hypothèse d'égalité des moyennes doit être acceptée lorsque la valeur observée :

$$t_{\text{obs}} = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{\sqrt{\frac{SCE_1 + SCE_2}{n_1 + n_2 - 2}} \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}},$$

ne dépasse pas la valeur théorique correspondante $t(\alpha)$ ou t_{th} . Cette dernière formulation montre clairement que l'on compare en réalité la variabilité entre échantillons ($\bar{x}_1 - \bar{x}_2$) à la variabilité totale existant dans les échantillons ($SCE_1 + SCE_2$), en ne rejetant pas l'hypothèse d'égalité des moyennes tant que la première source de variation est suffisamment réduite par rapport à la seconde.

Le principe de base de l'analyse de la variance est identique, mais il s'applique au cas d'un nombre quelconque de moyennes. Pour p populations normales, de moyennes quelconques mais de même variance, et pour p échantillons aléatoires, simples et indépendants, extraits de ces populations, l'objectif est en effet

de chiffrer et de comparer la variabilité existant entre les moyennes des échantillons et la variabilité propre des échantillons.

Dans ce but, on définit tout d'abord, d'une part, une somme des carrés des écarts factorielle, qui ne dépend que des nombres d'observations n_i et des moyennes des échantillons \bar{x}_i :

$$SCE_f = \sum_{i=1}^p n_i (\bar{x}_i - \bar{x})^2.$$

\bar{x} étant la moyenne générale de toutes les observations, et d'autre part, une somme des carrés des écarts résiduelle, qui n'est autre que la somme des sommes des carrés d'écarts des p échantillons:

$$SCE_r = \sum_{i=1}^p SCE_i.$$

Chacune de ces deux sommes de carrés d'écarts étant divisée par son nombre de degrés de liberté, on obtient les variances ou carrés moyens correspondants:

$$CM_f = \frac{SCE_f}{p-1} \quad \text{et} \quad CM_r = \frac{SCE_r}{n_1 + \dots + n_p - p}.$$

Enfin, en vertu des propriétés des distributions χ^2 de PEARSON, on peut démontrer que le rapport des deux carrés moyens:

$$F_{\text{obs}} = \frac{CM_f}{CM_r},$$

est une valeur observée d'une variable F de SNEDECOR, lorsque les moyennes des p populations sont égales. Il en résulte que l'hypothèse d'égalité des moyennes ne doit pas être rejetée tant que la quantité F_{obs} reste inférieure à la valeur théorique correspondante F_{th} . Cette dernière valeur peut être trouvée dans des tables particulières, en fonction du niveau de probabilité choisi α et des deux nombres de degrés de liberté $p-1$ et $n_1 + \dots + n_p - p$.

On notera que, dans le cas de deux populations, l'analyse de la variance est strictement équivalente au test t de STUDENT. On peut en effet démontrer facilement que, dans ces conditions:

$$F_{\text{obs}} = t_{\text{obs}}^2 \quad \text{et} \quad F_{\text{th}} = t_{\text{th}}^2.$$

2.2. LES DIFFERENTS MODELES DE L'ANALYSE DE LA VARIANCE.

L'analyse de la variance permet en fait de réaliser la comparaison de moyennes dans un grand nombre de situations différentes, que nous ne décrirons pas de

façon détaillée. Nous nous contenterons de citer ici les *principales subdivisions*, en suggérant aux lecteurs de consulter soit les trois chapitres (environ 130 pages) que nous y avons consacrés dans un texte beaucoup plus vaste [DAGNELIE, 1969-1970], soit d'autres ouvrages de statistique, tels ceux de BROWNEE [1965], HALD [1952] et STEEL et TORRIE [1960].

L'analyse de la variance permet tout d'abord de comparer des moyennes en tenant compte de l'existence non seulement d'un seul facteur susceptible de provoquer des différences, mais aussi de deux ou plusieurs facteurs. Aussi parlera-t-on à ce propos d'*analyse de la variance à un, deux ou trois facteurs ou critères de classification*.

En outre, dans certains cas, ces facteurs sont considérés a priori sur pied d'égalité et, dans d'autres cas, ils sont subordonnés ou partiellement subordonnés les uns aux autres. Cette nuance est à l'origine de la distinction entre *modèles croisés*, *modèles hiérarchisés* et *modèles partiellement hiérarchisés*.

Enfin, les différents facteurs peuvent être fixes, lorsque toutes les variantes auxquelles on s'intéresse sont observées, ou aléatoires, lorsque seules un certain nombre de ces variantes, choisies au hasard, sont étudiées. On parlera de *modèles fixes* d'analyse de la variance lorsque tous les facteurs considérés, à l'exclusion de la variabilité résiduelle, sont fixes, de *modèles aléatoires* lorsque tous les facteurs sont aléatoires et de *modèles mixtes* dans les cas intermédiaires.

Ces différentes subdivisions de l'analyse de la variance, en fonction du nombre de facteurs, de leur hiérarchisation éventuelle et de leur caractère fixe ou aléatoire, peuvent être combinées à volonté. Il ne faut cependant jamais oublier qu'à chaque cas particulier, correspondent des conditions d'application spécifiques (normalité des populations, égalité des variances, etc.), un modèle théorique propre et, aussi, des méthodes de calcul particulières (décomposition de la somme des carrés des écarts générale et réalisation des tests d'hypothèses et des estimations). Il importe donc d'être toujours particulièrement attentif à ces différents points.

3. QUELQUES EXEMPLES D'APPLICATION DE L'ANALYSE DE LA VARIANCE.

3.1. REMARQUES PRELIMINAIRES.

Tous les exemples présentés ci-dessous sont extraits d'un travail inédit de mise au point d'une méthode d'analyse polarographique. Les données nous en ont aimablement été communiquées par Monsieur A. COPIN, Assistant à la Chaire de chimie analytique de la Faculté des Sciences agronomiques de Gembloux, que nous tenons à remercier.

La plupart de ces exemples étant fragmentaires et ne reprenant en fait qu'une partie des données disponibles, aucune conclusion définitive ne peut valablement en être déduite dans le cadre du présent exposé.

Sauf indication contraire, le niveau de signification considéré dans les différents tests est toujours égal à 0,05.

3.2. COMPARAISON DES RENDEMENTS D'UNE REACTION CHIMIQUE A DEUX CONCENTRATIONS DIFFERENTES : TEST t DE STUDENT ET ANALYSE DE LA VARIANCE A UN CRITERE DE CLASSIFICATION (MODELE FIXE).

L'influence de la concentration en acide acétique sur le rendement d'une réaction de nitrosation a été étudiée en effectuant, pour deux concentrations données, quatre observations, considérées comme extraites « au hasard » de deux populations normales. L'intensité de la réaction étant supposée proportionnelle à l'intensité électrique, ces observations sont, exprimées en micro-ampères :

Conc. 1	Conc. 2
3,20	3,10
3,12	3,10
3,16	3,12
3,08	3,14

De ces valeurs, on déduit facilement les résultats suivants :

$$\bar{x}_1 = 3,140, \quad \bar{x}_2 = 3,115, \quad SCE_1 = 0,0080, \quad SCE_2 = 0,0011,$$

et

$$t_{\text{obs}} = \frac{3,140 - 3,115}{\sqrt{\frac{0,0080 + 0,0011}{6}} \sqrt{\frac{2}{4}}} = 0,91.$$

Par comparaison avec la valeur théorique de la distribution de STUDENT à 6 degrés de liberté, égale à 2,45, on ne doit pas rejeter l'hypothèse d'égalité des rendements moyens relatifs aux deux concentrations.

La même conclusion peut être déduite de l'analyse de la variance à un critère de classification (modèle fixe). On obtient en effet les valeurs :

$$SCE_r = 0,00125, \quad SCE_r = 0,00910,$$

$$CM_r = 0,00125, \quad CM_r = 0,00910/6 = 0,00152$$

et

$$F_{\text{obs}} = 0,00125/0,00152;0,82,$$

la limite théorique correspondante étant égale à 5,99.

Ces derniers résultats peuvent être présentés également sous la forme d'un *tableau d'analyse de la variance* (tableau 1).

TABLEAU 1. - *Comparaison des rendements d'une réaction chimique à deux concentrations différentes: analyse de la variance à un critère de classification (modèle fixe).*

Sources de variation	Degrés de liberté	Sommes des carrés des écarts	Carrés moyens	F
Concentrations	1	0,00125	0,00125	0,82
Répétitions	6	0,00910	0,00152	
Totaux	7	0,01035		

3.3. COMPARAISON DES RENDEMENTS D'UNE REACTION CHIMIQUE A TROIS CONCENTRATIONS DIFFERENTES: ANALYSE DE LA VARIANCE A UN CRITERE DE CLASSIFICATION (MODELE FIXE).

Un raisonnement identique peut être tenu, en ce qui concerne l'analyse de la variance, pour comparer les rendements obtenus à trois ou plus de trois concentrations différentes. Le tableau 2 résume par exemple les résultats relatifs aux observations suivantes :

Conc. 1	Conc. 2	Conc. 3
3,20	3,10	3,08
3,12	3,10	3,10
3,16	3,12	3,04
3,08	3,14	3,12

Ici aussi, aucune différence ne doit être considérée comme significative, puisque la valeur limite de la distribution de SNEDECOR à 2 et 9 degrés de liberté est 4,26 toujours pour un niveau de probabilité de 0,05.

TABLEAU 2. - *Comparaison des rendements d'une réaction chimique à trois concentrations différentes: analyse de la variance à un critère de classification (modèle fixe).*

Sources de variation	Degrés de liberté	Sommes des carrés des écarts	Carrés moyens	F
Concentrations	2	0,0061	0,00305	2,2
Répétitions	9	0,0126	0,00140	
Totaux	11	0,0187		

3.4. COMPARAISON DES RENDEMENTS D'UNE REACTION CHIMIQUE AU COURS DE QUATRE JOURNEES DIFFERENTES: ANALYSE DE LA VARIANCE A UN CRITERE DE CLASSIFICATION (MODELE ALEATOIRE).

Le principe de l'analyse de la variance est légèrement différent si l'on considère, au lieu de trois ou quatre concentrations différentes *données*, quelques journées de travail, dans le but de mettre en évidence l'hétérogénéité éventuelle des résultats obtenus d'un jour à l'autre, sans s'intéresser cependant spécifiquement à ces quelques journées particulières. Le modèle d'analyse de la variance est alors un modèle aléatoire, dans la mesure où l'on peut admettre que les journées de travail considérées ont été choisies « au hasard » parmi toutes celles auxquelles on aurait pu s'intéresser.

La réalisation des calculs et la présentation des résultats de l'analyse de la variance à un critère de classification restent cependant identiques. Ainsi, le tableau 3 donne les résultats d'une analyse relative à quatre journées de travail et quatre observations par jour. Ici également, aucune différence significative n'apparaît, bien que le carré moyen factoriel soit sensiblement supérieur au carré moyen résiduel ($F_{\text{obs}} = 2,5$ et $F_{\text{th}} = 3,49$).

TABLEAU 3. - *Comparaison des rendements d'une réaction chimique au cours de quatre journées différentes: analyse de la variance à un critère de classification (modèle aléatoire).*

Sources de variation	Degrés de liberté	Sommes de scarrés des écarts	Carrés moyens	F
Journées	3	0,0144	0,00480	2,5
Répétitions	12	0,0228	0,00190	
Totaux	15	0,0372		

3.5. COMPARAISON DES RENDEMENTS D'UNE REACTION CHIMIQUE EN FONCTION DE DEUX REACTIFS DIFFERENTS : ANALYSE DE LA VARIANCE A DEUX CRITERES DE CLASSIFICATION (MODELE CROISE FIXE).

Le premier problème considéré ci-dessus (paragraphes 3.2 et 3.3) peut être étendu au cas de deux réactifs, dont on désirerait étudier simultanément l'influence. Le tableau 4 présente à titre d'exemple les résultats relatifs à deux concentrations données d'acide acétique et deux concentrations données de nitrite de sodium : il s'agit là d'un modèle croisé fixe d'analyse de la variance à deux critères de classification.

Les différences dues au premier facteur (acide acétique) sont significatives, non seulement au niveau de probabilité 0,05 ($F_{\text{obs}} = 11,7$ et $F_{\text{th}} = 4,75$), mais aussi au niveau 0,01 ($F_{\text{th}} = 9,33$). Par contre, le deuxième réactif (nitrite de sodium) ne semble provoquer aucune différence significative de rendement, du moins pour les deux concentrations étudiées ($F_{\text{obs}} = 0,5$ et $F_{\text{th}} = 4,75$).

En outre, le tableau 4 contient une ligne « interaction », qui permet de chiffrer l'importance des interférences qui pourraient exister entre les deux facteurs, pris en considération. Cette composante est non significative dans le cas présent, ce qui indique essentiellement que l'influence marquée de l'acide acétique est en fait indépendante de la concentration plus ou moins forte en nitrite de sodium.

TABLEAU 4. - *Comparaison des rendements d'une réaction chimique en fonction de deux réactifs différents: analyse de la variance à deux critères de classification (modèle croisé fixe).*

Sources de variation	Degrés de liberté	Sommes des carrés des écarts	Carrés moyens	F
CH ₃ COOH	1	0,0281	0,0281	11,7
NaNO ₂	1	0,0011	0,0011	0,5
Interaction	1	0,0004	0,0004	0,2
Répétitions	12	0,0289	0,00241	
Totaux	15	0,0585		

3.6. COMPARAISON DES RENDEMENTS D'UNE REACTION CHIMIQUE A DEUX CONCENTRATIONS DIFFERENTES ET AU COURS DE QUATRE JOURNEES DIFFERENTES : ANALYSE DE LA VARIANCE A DEUX CRITERES DE CLASSIFICATION (MODELE CROISE MIXTE).

La répétition de la toute première expérience (paragraphe 3.2) au cours de plusieurs journées de travail permet de tester dans de meilleures conditions l'influence du réactif considéré et, en même temps de mesurer l'importance des différences pouvant exister d'un jour à l'autre. Le modèle d'analyse de la

variance est alors du type croisé mixte à deux critères de classification, si on considère le premier facteur comme fixe et le second comme aléatoire.

Le tableau d'analyse de la variance correspondant (tableau 5) montre l'absence de différences significatives entre journées de travail et l'absence d'interaction significative ($F_{obs} = 0,8$ et $1,4$, et $F_{th} = 3,01$).

D'autre part, une attention particulière doit être accordée au facteur acide acétique. La théorie indique en effet que, dans le cas d'un modèle croisé mixte à deux critères de classification, la signification du facteur fixe doit être testée par rapport à l'interaction. Bien que la valeur observée de la variable de SNEDECOR soit fort élevée ($F_{obs} = 6,9$), la conclusion de ce test serait négative, essentiellement en raison du petit nombre de degrés de liberté de l'interaction ($F_{th} = 10,1$, avec 1 et 3 degrés de liberté). Heureusement, en l'absence totale de différences entre journées de travail et en l'absence d'interaction, les trois sources de variation subsidiaires peuvent être confondues, de manière à définir un carré moyen « résiduel » global :

$$\frac{0,0048 + 0,0081 + 0,0453}{3 + 3 + 24} = 0,00194,$$

avec 30 degrés de liberté. Cette façon de faire met en évidence, au contraire de la méthode initiale, la haute signification du facteur considéré ($F_{obs} = 0,0185/0,00194 = 9,5$ et $F_{th} = 4,17$ et $7,56$, respectivement aux niveaux de probabilité 0,05 et 0,01).

TABLEAU 5. - *Comparaison des rendements d'une réaction chimique à deux concentrations différentes et au cours de quatre journées différentes: analyse de la variance à deux critères de classification (modèle croisé mixte).*

Sources de variation	Degrés de liberté	Sommes des carrés des écarts	Carrés moyens	F
CH ₃ COOH	1	0,0185	0,0185	6,9
Journées	3	0,0048	0,0016	0,8
Interaction	3	0,0081	0,0027	1,4
Répétions	24	0,0453	0,00189	
Totaux	31	0,0767		

3.7. COMPARAISON DES RENDEMENTS D'UNE REACTION CHIMIQUE AU COURS DE PLUSIEURS PERIODES ET DE PLUSIEURS JOURNEES DIFFERENTES: ANALYSE DE LA VARIANCE A DEUX CRITERES DE CLASSIFICATION (MODELE HIERARCHISE ALEATOIRE).

L'étude de l'hétérogénéité des rendements observés au cours de plusieurs journées de travail (paragraphe 3.4) peut être étendue au cas de plusieurs périodes.

Si ces périodes sont choisies « au hasard » et si, au cours de chacune de ces périodes, plusieurs journées de travail sont également choisies « au hasard » et indépendamment, le modèle d'analyse de la variance à deux critères de classification doit être considéré comme hiérarchisé et complètement aléatoire. Le facteur journées de travail est en effet subordonné au facteur périodes, avec pour conséquence notamment qu'aucune interaction ne peut être mise en évidence entre ces deux facteurs, puisqu'il n'y a pas de correspondance entre les différentes journées des différentes périodes successives.

Le tableau 6 donne les résultats relatifs à trois périodes, quatre journées de travail par période et quatre répétitions par journée de travail. Aux deux niveaux de variation, les différences observées sont significatives ($F_{\text{obs}} = 6,8$ et $F_{\text{th}} = 4,26$ d'une part, $F_{\text{obs}} = 2,4$ et $F_{\text{th}} = 2,15$ d'autre part). On pourrait d'ailleurs compléter cette conclusion en chiffrant l'importance exacte des différentes sources de variation (calcul d'un écart-type entre répétitions, un écart-type entre journées de travail et un écart-type entre périodes successives).

TABLEAU 6. - *Comparaison des rendements d'une réaction chimique au cours de plusieurs périodes et de plusieurs journées différentes: analyse de la variance à deux critères de classification (modèle hiérarchisé aléatoire).*

Sources de variation	Degrés de liberté	Sommes des carrés des écarts	Carrés moyens	F
Périodes	2	0,0703	0,03515	6,8
Journées	9	0,0463	0,00514	2,4
Répétitions	36	0,0760	0,00211	
Totaux	47	0,1926		

3.8. COMPARAISON DES RENDEMENTS D'UNE REACTION CHIMIQUE EN FONCTION DE DEUX REACTIFS DIFFERENTS ET AU COURS DE PLUSIEURS JOURNEES DIFFERENTES: ANALYSE DE LA VARIANCE A TROIS CRITERES DE CLASSIFICATION (MODELE CROISE MIXTE).

Nous terminerons cette série d'exemples d'analyse de la variance en présentant un modèle croisé d'analyse à trois critères de classification. Un tel modèle s'applique notamment dans le cas où deux réactifs sont essayés chacun à deux ou plusieurs concentrations différentes, et cela au cours de plusieurs journées de travail. De plus, le modèle est mixte si l'on considère les deux premiers facteurs comme fixes et le troisième comme aléatoire.

Le tableau 7 est relatif à deux concentrations d'acide acétique, deux concentrations de nitrite de sodium, quatre journées de travail et deux répétitions pour chacune des combinaisons de ces trois facteurs. On notera que ce tableau com-

porte des mentions relatives à chacun des facteurs, à leurs interactions deux à deux et à leur interaction générale.

Par comparaison avec le carré moyen résiduel (répétitions), aucune des trois interactions subsidiaires (CH_3COOH -journées, NaNO_2 -journées et CH_3COOH - NaNO_2 -journées) n'est significative ($F_{\text{obs}} = 1,9, 0,0$ et $0,5$, et $F_{\text{th}} = 3,24$). Aussi peut-on regrouper ces différentes composantes, de façon à disposer d'une base de comparaison unique pour les facteurs principaux et pour l'interaction des deux réactifs :

$$\frac{0,0163 + 0,0004 + 0,0039 + 0,0451}{3 + 3 + 3 + 16} = 0,00263,$$

avec 25 degrés de liberté. Il apparaît ainsi que seul le facteur acide acétique est à l'origine de différences significatives ($F_{\text{obs}} = 6,5, 0,6$ et $0,0$ et $F_{\text{th}} = 4,24$ avec 1 et 25 degrés de liberté; $F_{\text{obs}} = 1,3$ et $F_{\text{th}} = 2,99$, avec 3 et 25 degrés de liberté) (1).

TABLEAU 7. - Comparaison des rendements d'une réaction chimique en fonction de deux réactifs différents et au cours de plusieurs journées différentes: analyse de la variance à trois critères de classification (modèle croisé mixte).

Sources de variation	Degrés de liberté	Sommes des carrés des écarts	Carrés moyens	F
CH_3COOH	1	0,0171	0,0171	6,5
NaNO_2	1	0,0015	0,0015	0,6
Journées	3	0,0102	0,0034	1,3
$\text{CH}_3\text{COOH} - \text{NaNO}_2$	1	0,0001	0,0001	0,0
$\text{CH}_3\text{COOH} - \text{Journées}$	3	0,0163	0,0054	1,9
$\text{NaNO}_2 - \text{journées}$	3	0,0004	0,0001	0,0
Interaction des trois facteurs	3	0,0039	0,0013	0,5
Répétions	16	0,0451	0,00282	
Totaux	31	0,0946		

4. PRINCIPES GENERAUX D'EXPERIMENTATION.

4.1. LES ELEMENTS DU PLAN D'EXPERIENCE.

On peut définir l'*expérimentation* comme étant la réalisation systématique d'expériences. De même, on peut considérer que la notion d'*expérience* recouvre

(1) Si la regroupement des trois interactions subsidiaires et de la variation résiduelle n'avait pas été possible, la réalisation de tests séparés aurait dû être envisagée pour les différents facteurs principaux et pour l'interaction $\text{CH}_3\text{COOH} - \text{NaNO}_2$.

l'ensemble des opérations qui permettent d'étudier un phénomène ou, très souvent, de vérifier une hypothèse relative à ce phénomène, en provoquant une observation ou une série d'observations spécifiques. L'idée de provoquer une ou plusieurs observations et l'idée de réaliser de telles observations de façon systématique impliquent évidemment une certaine planification des expériences.

On peut admettre, d'une façon générale, que le *plan d'expérience* est normalement constitué des éléments suivants :

- un objectif;
- la définition des traitements ou des « objets » à étudier ou à comparer;
- la définition des unités expérimentales;
- la définition des observations à réaliser, définition qui est très souvent liée à la durée de l'expérience;
- l'affectation des différents objets aux différentes unités expérimentales, affectation qui constitue le dispositif expérimental proprement dit ⁽¹⁾.

Nous exposerons ci-dessous quelques idées générales relatives à ces principaux éléments, en renvoyant le lecteur, pour plus d'informations, à des livres spécialisés, tels ceux de COCHRAN et COX [1968], COX [1958], DAVIES [1963], FEDERER [1955], etc.

4.2. LE CHOIX DES OBJETS.

En fonction du but poursuivi, qu'il n'est évidemment pas possible de définir ici de façon générale, la première obligation de l'expérimentateur est de choisir les objets qu'il désire étudier. Ces objets peuvent être fonction d'*un ou plusieurs facteurs* (température, pression, réactifs, etc.), chacun des facteurs pouvant être soit *qualitatif* (différents réactifs utilisés chacun à une concentration unique, différents appareils, etc.) soit *quantitatif* (différentes températures, différentes pressions, différentes concentrations d'un même réactif, etc.).

Les principaux problèmes qui se posent à ce sujet sont la détermination du *nombre de facteurs* (nombre de réactifs différents par exemple), la détermination du *nombre de niveaux* de chacun de ces facteurs (nombre de concentrations différentes de chacun des réactifs par exemple) et, éventuellement, la détermination de ces *niveaux* (choix des concentrations par exemple). Ces problèmes sont délicats, dans la mesure où ils exigent généralement de faire un juste équilibre entre les objectifs que l'on voudrait atteindre et les moyens dont on dispose.

Signalons en outre que l'on qualifie de *factorielle* toute expérience qui fait intervenir deux ou plusieurs facteurs de telle sorte que tous les niveaux de chacun

⁽¹⁾ L'expression « plan d'expérience » est souvent utilisée dans un sens plus restreint, pour désigner exclusivement cette dernière notion.

des facteurs soient associés à tous les niveaux de chacun des autres facteurs ⁽¹⁾. Les expériences factorielles permettent une décomposition complète des variations observées en effets principaux et en interactions, au sens de l'analyse de la variance, mais elles ne sont pas toujours les plus adéquates lorsque, par exemple, l'objectif est de déterminer les conditions optimales d'une réaction ou d'une production.

Enfin, au moment du choix des traitements ou des objets, se pose souvent le problème de l'inclusion parmi ceux-ci d'un ou plusieurs *témoins* ou *traitements de référence*.

4.3. LE CHOIX DES UNITES EXPERIMENTALES ET DES OBSERVATIONS.

Il est difficile également de donner, d'une façon générale, des indications précises relatives au choix des unités expérimentales et au choix des observations.

Dans le domaine chimique, les *unités expérimentales* sont souvent des quantités données de produits soumis à l'analyse et la choix de ces unités pose les problèmes de la détermination de la quantité de base (dimension de l'unité expérimentale) et du prélèvement de ces quantités (le plus fréquemment par échantillonnage) ⁽²⁾.

En ce qui concerne les *observations*, il faut souligner combien il est important de ne pas se limiter aux seuls comptages ou aux seules mesures à réaliser en fin d'expérience. Il est essentiel, au contraire, d'enregistrer toutes les constatations que l'on peut faire en cours de route. Ces observations intermédiaires permettent en effet souvent d'expliquer des anomalies que l'on ne détecte que beaucoup plus tard. D'autre part, l'attention doit se porter aussi sur la possibilité d'automatiser la collecte des données, notamment par l'emploi d'appareils enregistreurs automatiques. Une telle automatisation peut conduire à des gains de temps appréciables, au moment de l'analyse statistique des résultats par ordinateur ⁽³⁾.

4.4. L'AFFECTATION DES DIFFERENTS OBJETS AUX DIFFERENTES UNITES EXPERIMENTALES.

L'affectation des différents objets aux différentes unités expérimentales peut se faire de nombreuses façons différentes et ce sujet est de loin le plus développé dans la plupart des ouvrages d'expérimentation.

⁽¹⁾ Le qualificatif *factoriel* est parfois utilisé dans un sens plus large, pour désigner toute expérience à deux ou plusieurs facteurs, quelles que soient les combinaisons des facteurs présentes dans l'expérience.

⁽²⁾ Les principes généraux d'expérimentation ont été définis dans une large mesure dans le cadre de stations de recherche agronomique, en raison des difficultés particulières qui y sont rencontrées du fait de la grande variabilité du matériel biologique (on peut rappeler notamment le travail considérable effectué par R. A. FISHER et ses disciples à la *Rothamsted Experimental Station*, en Grande-Bretagne). Ceci explique le fait que la terminologie de nombreux ouvrages d'expérimentation soit étroitement liée à la notion d'expériences en champ. C'est ainsi que l'unité expérimentale est souvent appelée *parcelle*, le concept de dimension de l'unité expérimentale (dimension de la parcelle) ayant alors tout son sens.

⁽³⁾ D'une façon plus générale, l'ensemble du processus d'expérimentation peut d'ailleurs être automatisé dans certains cas [DAGNELIE, 1972; JANVIER *et al.*, 1972].

La procédure la plus simple sur le plan théorique est évidemment la *répartition complètement aléatoire*. Très souvent, cette façon de faire est cependant loin d'être la plus pratique et, aussi, loin d'être la plus efficace. Le seul problème théorique peut être alors la détermination du nombre de répétitions à réaliser (nombre d'unités expérimentales par objet).

Une deuxième procédure classique implique l'utilisation de *blocs aléatoires complets*. Un bloc peut être défini comme un ensemble d'unités expérimentales aussi semblables que possible, ensemble au sein duquel les différents objets peuvent être répartis « au hasard ». Une telle répartition ne peut évidemment se faire de façon équilibrée que si le nombre d'unités par bloc est égal au nombre d'objets ou en est un multiple. Dans le domaine chimique, chaque bloc peut être par exemple une journée de travail ou un ensemble de produits résultant d'une même préparation. La vraie répétition est alors le bloc lui-même, et non telle ou telle lecture faite à l'un ou l'autre appareil ⁽¹⁾.

D'autres dispositifs expérimentaux peuvent également être utilisés, tels le *carré latin*, les *blocs incomplets avec « confounding »*, les *blocs incomplets équilibrés ou non équilibrés*, les *réseaux* ou « *lattices* », les *dispositifs avec parcelles divisées* ou en « *split-plot* », etc. Chacun possède ses limitations, ses avantages et ses inconvénients.

Mais, si l'on peut généralement discuter longuement des mérites respectifs de deux ou plusieurs dispositifs expérimentaux comparables, il y a un point sur lequel il y a lieu de se montrer intransigeant : c'est la nécessité, une fois le dispositif choisi, d'en respecter scrupuleusement les implications. En particulier, à chaque dispositif expérimental correspond en général un modèle propre d'analyse de la variance, dont on ne peut s'écarter sans risquer de commettre des erreurs qu'il est impossible de mesurer en probabilité. Et c'est ici que nous retrouvons le lien que nous avons annoncé dans l'introduction, entre l'analyse de la variance et les principes d'expérimentation.

Il faut cependant signaler, qu'en plus de ces dispositifs classiques, entièrement définis a priori, existent des *plans d'expérience séquentiels*, dont l'intérêt peut être considérable dans le domaine du génie chimique. Appartiennent notamment à cette catégorie les méthodes EVOP (« EVolutionary OPERATION ») de Box. Une revue bibliographique relativement complète est donnée à ce sujet par HUNTER et KITTRELL [1966].

⁽¹⁾ Dans le domaine agronomique, un bloc est très souvent, au sens originel du terme, un ensemble de parcelles voisines.

BIBLIOGRAPHIE

- BROWNLEE K. A., *Statistical theory and methodology in science and engineering*, Wiley, New York, 1965, p. 590.
- COCHRAN W. G. - COX G. M., *Experimental designs*, Wiley, New York, 1968, p. 617.
- COX D. R., *Planning of experiments*, Wiley, New York, 1958, p. 308.
- DAGNELIE P., *Théorie et méthodes statistiques* (2 vol.), Presses Agron., Gembloux, 1969-1970, p. 378 + p 451.
- DAGNELIE P., *L'organisation intégrée des essais en champ: principes généraux*, Ann. Gembloux, **78** (1972), sous presse.
- DAVIES O. L., *The design and analysis of industrial experiments*, Oliver and Boyd, London, 1963, p. 636.
- FEDERER W. T., *Experimental design*, Macmillan, New York, 1955, pp. 544+47.
- HALD A., *Statistical theory with engineering applications*, Wiley, New York, 1952, p. 783.
- HUNTER W. G. - KITRELL J. R., *Evolutionary operation: a review*, Technometrics, **8**, 389-397 (1966).
- JANVIER A. - MAUDOUX C. - ROUSSEAU G., *L'organisation intégrée des essais en champ: exemple de réalisation*, Ann. Gembloux, **78** (1972), sous presse.
- STEEL R. G. D. - TORRIE J. H., *Principles and procedures of statistics*, Mc Graw Hill, New York., 1960, p. 481.