

---

---

**Minerais alumineux — Détermination  
expérimentale de l'hétérogénéité de  
distribution d'un lot**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)  
*Aluminium ores — Experimental determination of the heterogeneity of  
distribution of a lot*

ISO 6139:1993

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71e673a1-ddb4-4cb8-8807-  
d5107cd697c9/iso-6139-1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71e673a1-ddb4-4cb8-8807-d5107cd697c9/iso-6139-1993)



## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6139 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 129, *Minerais alumineux*, sous-comité SC 1, *Échantillonnage*.

[ISO 6139:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71e673a1-ddb4-4cb8-8807-d5107cd697c9/iso-6139-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71e673a1-ddb4-4cb8-8807-d5107cd697c9/iso-6139-1993>

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

# Minerais alumineux — Détermination expérimentale de l'hétérogénéité de distribution d'un lot

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes expérimentales pour l'évaluation de l'hétérogénéité de distribution des minerais alumineux permettant de déterminer le nombre minimal de prélèvements et, par voie de conséquence, le plan d'échantillonnage.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 8685:1992, *Minerais alumineux — Procédés d'échantillonnage*.

ISO 10277:—<sup>1)</sup>, *Minerais alumineux — Méthodes expérimentales de contrôle de la fidélité d'échantillonnage*.

## 3 Généralités

### 3.1 Origine de l'hétérogénéité de distribution

L'hétérogénéité de distribution est une mesure de la variabilité de distribution du minerai alumineux et donc

de la manière dont les particules sont réparties dans un lot.

Elle dépend de la variabilité naturelle du minerai exploité, de la qualité de son mélange et de sa manutention ultérieure. Elle peut être réduite par homogénéisation mais jamais totalement éliminée. À la différence de l'hétérogénéité de constitution, l'hétérogénéité de distribution n'est pas fonction de la masse de l'échantillon. On ne peut réduire son influence sur la variance d'échantillonnage qu'en augmentant le nombre de prélèvements.

### 3.2 Méthode d'estimation de l'hétérogénéité de distribution

L'hétérogénéité de distribution qui se caractérise par la variance de distribution est déterminée par voie expérimentale en mesurant la variance d'échantillonnage. La variance de composition ( $V_C$ ) et la variance de distribution ( $V_D$ ) ayant toutes deux une influence sur la variance d'échantillonnage mesurée, il est nécessaire de séparer ces deux composantes. On mesure pour ce faire la variance d'échantillonnage de deux masses de prélèvements différentes.

Deux méthodes d'analyse de données sont permises. La première (voir 5.1) est dérivée de la théorie de l'échantillonnage de Visman qui utilise la statistique classique. Cette méthode donne une estimation prudente de la variance d'échantillonnage et par suite de la variance de distribution. La seconde méthode (voir 5.2) est fondée sur le variogramme qui tient compte de la corrélation en série de prélèvements adjacents et de l'écart entre prélèvements. Elle donne une meilleure estimation de la variance d'échantillonnage et devrait servir à optimiser le plan d'échantillonnage.

Dans les deux cas, la variance de préparation et d'analyse de l'échantillon doit être déterminée séparément conformément à l'ISO 10277 et soustraite des variances mesurées.

1) À publier.

### 3.3 Caractéristiques mesurées

Les caractéristiques de qualité choisies pour mesurer l'hétérogénéité de distribution doivent être celles qui sont les plus appropriées à l'opération d'échantillonnage. Pour les minerais d'aluminium, ce peut-être

- la teneur en aluminium, exprimée en pourcentage en masse de  $Al_2O_3$ ;
- la teneur en silicium, exprimée en pourcentage en masse de  $SiO_2$ ;
- la teneur en humidité.

### 4 Rassemblement des données

Quelle que soit la méthode d'analyse des données utilisée, les mêmes données sont nécessaires.

La procédure à suivre pour les rassembler est la suivante:

- a) Calculer la masse minimale de prélèvement requis pour donner un échantillon non biaisé conformément à l'ISO 8685:1992, paragraphe 7.1.
- b) Effectuer un minimum de 30 prélèvements dans le lot, de préférence près de l'intervalle d'échantillonnage proposé.
- c) Préparer et analyser chaque prélèvement séparément.
- d) Augmenter considérablement la masse des prélèvements (par exemple 10 fois) et répéter les opérations b) et c).

### 5 Calcul de la variance de distribution

#### 5.1 Méthode de la variance des prélèvements

La variance d'échantillonnage  $\sigma_S^2$  est donnée par

$$\sigma_S^2 = \sigma_{QE_1}^2 + \sigma_{QE_2}^2 \quad \dots (1)$$

où

- $\sigma_{QE_1}^2$  est la variance de l'erreur d'intégration des fluctuations de teneur à court terme;
- $\sigma_{QE_2}^2$  est la variance de l'erreur d'intégration des fluctuations de teneur à long terme.

Exprimée en termes de composition et de distribution, l'équation (1) devient

$$\sigma_S^2 = \frac{V_C}{nm_1} + \frac{V_D}{n} \quad \dots (2)$$

où

- $V_C$  est la variance de composition pour un échantillon de 1 kg;
- $V_D$  est la variance de distribution;
- $n$  est le nombre de prélèvements;
- $m_1$  est la masse des prélèvements, en kilogrammes.

Le premier terme ( $V_C/nm_1$ ) n'a d'effet que sur  $\sigma_{QE_1}^2$ , alors que le second ( $V_D/n$ ) a de l'effet à la fois sur  $\sigma_{QE_1}^2$  et sur  $\sigma_{QE_2}^2$ .

La variance des différentes analyses ( $V_e$ ) est donnée par

$$V_e = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1} \quad \dots (3)$$

où

- $x_i$  est la valeur d'analyse pour le prélèvement  $i$ ;
- $\bar{x}$  est la valeur moyenne de tous les prélèvements;
- $n$  est le nombre de prélèvements.

Pour obtenir la variance des prélèvements due uniquement à l'échantillonnage  $V_1$ , il faut soustraire la variance de préparation et d'analyse de l'échantillon  $V_{PM}$  comme suit:

$$V_1 = V_e - V_{PM} \quad \dots (4)$$

La variance estimée d'échantillonnage est alors donnée par

$$\sigma_S^2 = \frac{V_1}{n} \quad \dots (5)$$

L'équation (5) peut aussi être transposée pour obtenir une formule de calcul du nombre de prélèvements requis pour obtenir une variance d'échantillonnage donnée  $\sigma_S^2$ :

$$n = \frac{V_1}{\sigma_S^2} \quad \dots (6)$$

Si la masse de prélèvements change, la variance des prélèvements doit soit être redéterminée par voie expérimentale, soit être recalculée à partir des données recueillies pour deux masses de prélèvements différentes.

La combinaison des équations (2) et (5) donne

$$V_1 = \frac{V_C}{m_1} + V_D \quad \dots (7)$$

Si l'on réécrit l'équation (7) pour les deux masses de prélèvements différentes  $m_1$  et  $m_2$  utilisées pour recueillir les données, on obtient

$$V_{1_1} = \frac{V_c}{m_1} + V_D \quad \dots (8)$$

$$V_{1_2} = \frac{V_c}{m_2} + V_D \quad \dots (9)$$

La solution de ces deux équations est

$$V_c = \frac{m_1 m_2 (V_{1_1} - V_{1_2})}{m_2 - m_1} \quad \dots (10)$$

$$V_D = \frac{m_2 V_{1_2} - m_1 V_{1_1}}{m_2 - m_1} \quad \dots (11)$$

Quand on connaît  $V_c$  et  $V_D$ , on peut recalculer  $V_1$  pour n'importe quelle masse de prélèvement en utilisant l'équation (7).

## 5.2 Variante du variogramme

Calculer les valeurs du variogramme expérimental  $V_e(t)$  dans le décalage  $t$  (calculé en unités de masse ou de temps) à l'aide de l'équation

$$V_e(t) = \frac{\sum_{i=1}^n (x_{i+t} - x_i)^2}{2N_t} \quad \dots (12)$$

où

$x_i$  est la valeur d'analyse pour le prélèvement  $i$ ;

$x_{i+t}$  est la valeur d'analyse pour le prélèvement  $i+t$ ;

$N_t$  est le nombre de paires de prélèvement comprises dans le décalage  $t$ .

Il est recommandé de calculer  $v_e(t)$  pour des valeurs de  $t$  comprises entre 1 et 20.

Pour obtenir le variogramme corrigé  $V(t)$  correspondant uniquement à l'échantillonnage, il faut soustraire la variance de préparation et d'analyse de l'échantillon  $V_{PM}$  comme suit:

$$V(t) = V_e(t) - V_{PM} \quad \dots (13)$$

Un variogramme expérimental type est représenté à la figure 2.

L'expérience pratique montre que le variogramme couramment obtenu correspond à peu près à une ligne droite sur la plage comprise entre les très petites valeurs de  $t$  et au moins deux fois l'écart entre prélèvements, c'est-à-dire:

$$V(t) = A + Bt \quad \dots (14)$$

où

$A$  est la composante aléatoire de la variante (intersection de la droite avec l'axe vertical) du variogramme corrigé;

$B$  est le gradient (la pente) du variogramme.

Les valeurs de  $A$  et  $B$  sont évaluées en faisant passer une droite d'ajustement entre les deux premiers points du variogramme corrigé, comme suit:

a) Si  $V(1) > V(2)$ , on prend

$$A = V(1) \quad \dots (15)$$

$$B = 0 \quad \dots (16)$$

où

$V(1)$  est la valeur du variogramme au décalage 1;

$V(2)$  est la valeur du variogramme au décalage 2.

b) Si  $V(1) < V(2)$ ,  $A$  et  $B$  sont donnés par

$$A = 2V(1) - V(2) \quad \dots (17)$$

$$B = \frac{V(2) - V(1)}{\Delta t} \quad \dots (18)$$

où  $\Delta t$  est l'intervalle de temps entre prélèvements.

c) Si l'estimation de la valeur  $A$  donnée par l'équation (17) est négative, on prend

$$A = 0 \quad \dots (19)$$

$$B = \frac{V(1)}{\Delta t} \quad \dots (20)$$

Une fois  $A$  et  $B$  déterminés, on peut calculer la variance d'échantillonnage à l'aide de l'équation suivante valable pour l'échantillonnage systématique:

$$\sigma_S^2 = \frac{A}{n} + \frac{BQ}{6n^2} \quad \dots (21)$$

où

$Q$  est la masse du lot;

$A$  est l'intersection du variogramme corrigé avec l'axe vertical;

$n$  est le nombre de prélèvements.

Le premier terme ( $A/n$ ) correspond à  $\sigma_{QE_1}^2$  de l'équation (1) et le second terme ( $BQ/6n^2$ ) correspond à  $\sigma_{QE_2}^2$ .

Le nombre de prélèvements requis pour obtenir une variance d'échantillonnage de  $\sigma_S^2$  peut se calculer par transposition de l'équation (21) et résolution pour  $n$ , ce qui donne

$$n = \frac{A + \sqrt{A^2 + \frac{2}{3} BQ\sigma_S^2}}{2\sigma_S^2} \dots (22)$$

Si la masse de prélèvement change, l'intersection A du variogramme corrigé doit soit être redéterminée par voie expérimentale, soit être recalculée à partir des données recueillies pour deux masses de prélèvements différentes.

L'intersection A peut être exprimée en fonction des éléments de la variance de constitution et de la variance de distribution comme suit:

$$A = \frac{V_c}{m_i} + V_r \dots (23)$$

où

$V_c$  est la variance de composition pour 1 kg d'échantillon;

$V_r$  est la variance de distribution à court terme.

L'équation (21) devient alors

$$\sigma_S^2 = \frac{V_c}{nm_i} + \frac{V_r}{n} + \frac{BQ}{6n^2} \dots (24)$$

Les deux derniers termes de l'équation (24) résultent de la variance de distribution, soit:

$$V_D = V_r + \frac{BQ}{6n} \dots (25)$$

Si l'on réécrit l'équation (23) pour les deux masses de prélèvements différentes  $m_1$  et  $m_2$  utilisées pour recueillir les données, on obtient

$$A_1 = \frac{V_c}{m_1} + V_r \dots (26)$$

$$A_2 = \frac{V_c}{m_2} + V_r \dots (27)$$

La solution de ces deux équations est

$$V_c = \frac{m_1 m_2 (A_1 - A_2)}{m_2 - m_1} \dots (28)$$

$$V_r = \frac{m_1 A_2 - m_2 A_1}{m_2 - m_1} \dots (29)$$

Quand on connaît  $V_c$  et  $V_r$ , on peut recalculer A pour n'importe quelle masse de prélèvement en utilisant l'équation (23).

## 6 Exemple numérique

Les données relatives à la teneur en  $Al_2O_3$  d'un minerai alumineux que donnent le tableau 1 et la figure 2 ont été obtenues par prélèvements à intervalles de 100 tonnes et analyse de chaque prélè-

vement séparément. L'erreur de préparation et d'analyse de l'échantillon a été estimée dans une expérience séparée. Elle correspond à 0,2 % de  $Al_2O_3$ .

### 6.1 Calcul de la variance des prélèvements

L'introduction des données du tableau 1 dans l'équation (3) donne

$$V_e = 0,388$$

En outre

$$V_{PM} = (0,2)^2 = 0,04$$

Si l'on introduit ces valeurs dans l'équation (4), on obtient

$$\begin{aligned} V_1 &= V_e - V_{PM} \\ &= 0,388 - 0,04 \\ &= 0,348 \end{aligned}$$

La variance d'échantillonnage ( $\sigma_S^2$ ) obtenue en faisant la moyenne des 60 analyses du tableau 1 est alors donnée par l'équation (5):

$$\sigma_S^2 = \frac{V_1}{n} = \frac{0,348}{60} = 0,0058$$

Par conséquent

$$\sigma_S = 0,076 \% \text{ de } Al_2O_3$$

Si, par ailleurs, l'erreur d'échantillonnage  $\sigma_S$  de 0,1 % de  $Al_2O_3$  est requise, l'équation (6) donne le nombre de prélèvements requis, à savoir:

$$\begin{aligned} n &= \frac{V_1}{\sigma_S^2} \\ &= \frac{0,348}{(0,1)^2} \\ &= 35 \end{aligned}$$

### 6.2 Calcul du variogramme

L'introduction des données du tableau 1 dans l'équation (12) donne le variogramme représenté à la figure 1. Les valeurs numériques sont données dans le tableau 2.

Les équations (13), (17) et (18) donne l'intersection A et la pente B du variogramme corrigé somme suit:

$$\begin{aligned} A &= 2V(1) - V(2) - V_{PM} \\ &= 2 \times 0,264 - 0,266 - 0,04 \\ &= 0,222 \end{aligned}$$

$$B = \frac{V(2) - V(1)}{\Delta t}$$

$$= \frac{0,266 - 0,264}{100}$$

$$= 2 \times 10^{-5}$$

La variance d'échantillonnage estimée  $\sigma_S^2$  pour la moyenne des 60 analyses du tableau 1 est alors donnée par l'équation (21) pour l'échantillonnage systématique, soit:

$$\sigma_S^2 = \frac{A}{n} + \frac{BQ}{6n^2}$$

$$= \frac{0,222}{60} + \frac{2 \times 10^{-5} \times 6\,000}{6 \times 60^2}$$

$$= 0,003\,7$$

donc

$$\sigma_S = 0,061\% \text{ de Al}_2\text{O}_3$$

Si, par ailleurs, l'erreur d'échantillonnage  $\sigma_S$  de 0,1 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  est requise pour un lot de 10 000 tonnes, l'équation (22) donne le nombre de prélèvements requis, à savoir:

$$n = \frac{A + \sqrt{A^2 + \frac{2}{3} BQ\sigma_S^2}}{2\sigma_S^2}$$

$$= \frac{0,222}{2 \times (0,1)^2} + \sqrt{\frac{(0,222)^2 + \frac{2}{3} \times 2 \times 10^{-5} \times 10\,000 \times (0,1)^2}{2 \times (0,1)^2}}$$

$$= \frac{0,222 + \sqrt{0,049\,3 + 0,001\,3}}{0,02}$$

$$= 22$$

Ce résultat est significativement inférieur au nombre de prélèvements calculé en utilisant la méthode de la variance.

Tableau 1 — Teneur en  $\text{Al}_2\text{O}_3$  des différents prélèvements effectués dans un lot de minerai alumineux à intervalles de 100 tonnes

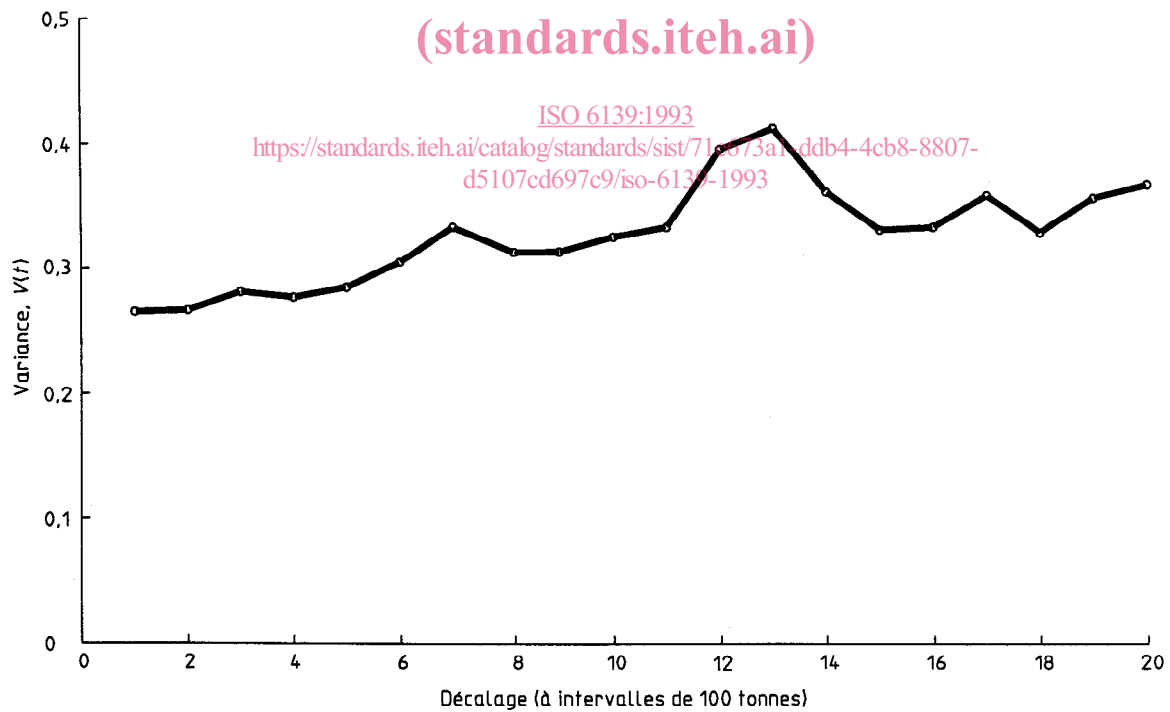
iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.itech.ai)

| Nombre de prélèvements | Teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3$ % | Nombre de prélèvements | Teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3$ % |
|------------------------|-------------------------------------|------------------------|-------------------------------------|
| 1                      | 56,4                                | 31                     | 56,3                                |
| 2                      | 56,1                                | 32                     | 56,0                                |
| 3                      | 55,8                                | 33                     | 56,3                                |
| 4                      | 56,7                                | 34                     | 56,4                                |
| 5                      | 56,4                                | 35                     | 56,3                                |
| 6                      | 56,5                                | 36                     | 56,1                                |
| 7                      | 56,4                                | 37                     | 57,5                                |
| 8                      | 57,3                                | 38                     | 56,6                                |
| 9                      | 57,4                                | 39                     | 56,5                                |
| 10                     | 56,4                                | 40                     | 56,4                                |
| 11                     | 56,8                                | 41                     | 56,6                                |
| 12                     | 56,3                                | 42                     | 56,5                                |
| 13                     | 56,8                                | 43                     | 56,2                                |
| 14                     | 57,9                                | 44                     | 57,2                                |
| 15                     | 56,5                                | 45                     | 56,7                                |
| 16                     | 57,1                                | 46                     | 56,6                                |
| 17                     | 55,5                                | 47                     | 56,4                                |
| 18                     | 56,0                                | 48                     | 56,6                                |
| 19                     | 56,9                                | 49                     | 55,7                                |
| 20                     | 56,2                                | 50                     | 55,4                                |
| 21                     | 55,8                                | 51                     | 57,0                                |
| 22                     | 56,1                                | 52                     | 56,0                                |
| 23                     | 55,9                                | 53                     | 57,1                                |
| 24                     | 56,5                                | 54                     | 55,5                                |
| 25                     | 56,8                                | 55                     | 55,6                                |
| 26                     | 56,4                                | 56                     | 55,4                                |
| 27                     | 56,3                                | 57                     | 55,8                                |
| 28                     | 56,2                                | 58                     | 53,9                                |
| 29                     | 56,5                                | 59                     | 55,4                                |
| 30                     | 56,5                                | 60                     | 55,7                                |

**Tableau 2 — Points du variogramme expérimental correspondant aux données du tableau 1**

| Décalage | Variance |
|----------|----------|
| 1        | 0,264    |
| 2        | 0,266    |
| 3        | 0,280    |
| 4        | 0,275    |
| 5        | 0,284    |
| 6        | 0,303    |
| 7        | 0,332    |
| 8        | 0,311    |
| 9        | 0,312    |
| 10       | 0,323    |
| 11       | 0,331    |
| 12       | 0,394    |
| 13       | 0,411    |
| 14       | 0,361    |
| 15       | 0,328    |
| 16       | 0,331    |
| 17       | 0,357    |
| 18       | 0,327    |
| 19       | 0,355    |
| 20       | 0,366    |

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)



**Figure 1 — Variogramme expérimental pour la teneur en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**



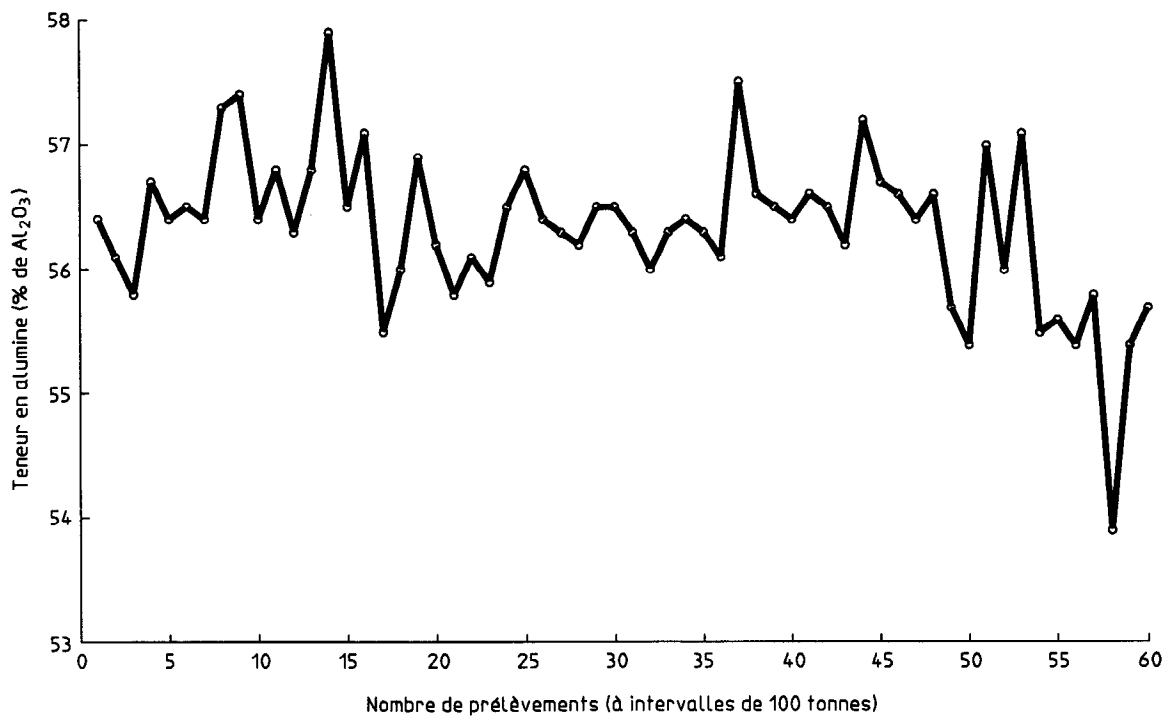


Figure 2 — Teneur en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> des différents prélèvements effectués dans un lot de minerai alumineux à intervalles de 100 tonnes

(standards.iteh.ai)

ISO 6139:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71e673a1-ddb4-4cb8-8807-d5107cd697c9/iso-6139-1993>