

NORME INTERNATIONALE

ISO
7347

Première édition
1987-12-15



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

**Ferro-alliages — Méthodes expérimentales de contrôle
de l'erreur systématique de l'échantillonnage
et de la préparation des échantillons**

iTeh STANDARD PREVIEW

Ferrous alloys — Experimental methods for checking the bias of sampling and sample preparation
(standards.iteh.ai)

ISO 7347:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/87bb59b2-b848-498c-9c39-2e11182fecc/iso-7347-1987>

Numéro de référence
ISO 7347:1987 (F)

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 normalement 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7347 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 132, *Ferro-alliages*.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Sommaire

	Page
1 Objet et domaine d'application	1
2 Références	1
3 Règles générales	1
3.1 Méthodes d'échantillonnage, de préparation des échantillons et d'analyse chimique	1
3.2 Principe	1
3.3 Caractère de qualité	1
3.4 Nombre d'essais	1
3.5 Choix de la méthode d'analyse des données	1
4 Méthodes expérimentales	2
4.1 Exemples d'essai	2
4.2 Échantillonnage	2
4.3 Préparation des échantillons	2
4.4 Détermination et enregistrement des résultats	2
5 Analyse des données	3
5.1 Détermination de la signification de la différence	3
5.2 Données paires	3
5.3 Données impaires	4
6 Examen des résultats expérimentaux	4
Annexes	
A Méthode de calcul du test t de Student pour les données paires	5
B Méthode de calcul du test F pour les données impaires	6
C Méthode de calcul du test t de Student pour les données impaires	7
D Exemple de calcul des données paires et impaires	8

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/87bb59b2-b848-498c-9c39-2c11162ccc80-1947-1987>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7347:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/87bb59b2-b848-498c-9c39-2e1118f2fccc/iso-7347-1987>

Ferro-alliages — Méthodes expérimentales de contrôle de l'erreur systématique de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale établit les méthodes expérimentales utilisées pour contrôler l'erreur systématique de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons des ferro-alliages données dans les Normes internationales appropriées.

Elle doit être lue conjointement avec l'ISO 3713, l'ISO 7087 et l'ISO 7373.

2 Références

ISO 3713, *Ferro-alliages — Échantillonnage et préparation des échantillons — Règles générales.*

ISO 7087, *Ferro-alliages — Méthodes expérimentales d'évaluation de la variation de qualité et méthodes de contrôle de la fidélité de l'échantillonnage.*

ISO 7373, *Ferro-alliages — Méthodes expérimentales de contrôle de la fidélité de la division des échantillons.*

3 Règles générales

3.1 Méthodes d'échantillonnage, de préparation des échantillons et d'analyse chimique

L'échantillonnage, la préparation des échantillons et l'analyse chimique pour essai doivent être effectués conformément aux méthodes indiquées dans les Normes internationales appropriées.

3.2 Principe

Au cours de l'essai, les résultats obtenus par la méthode contrôlée (méthode B) sont comparés avec les résultats obtenus par une méthode de référence spécifiée (méthode A) qui est considérée, du point de vue technique et pratique, comme méthode donnant les résultats sans erreur systématique. Les comparaisons doivent être faites en appliquant une méthode statistique de vérification de l'importance de la différence au niveau de signification égal à 5 % (critère bilatéral).

3.3 Caractère de qualité

Le caractère de qualité d'après lequel est contrôlée l'erreur systématique de l'échantillonnage doit être celui donné dans la

Norme internationale relative aux méthodes d'échantillonnage des ferro-alliages.

N'importe quel autre élément peut être pris pour caractère de qualité suivant l'accord des parties intéressées.

3.4 Nombre d'essais

Un essai doit être répété au moins 10 fois (par exemple, sur 10 livraisons ou sur 10 parties de livraisons, ou bien sur 10 échantillons globaux ou sur 10 sous-échantillons).

3.5 Choix de la méthode d'analyse des données

Si les prélèvements élémentaires isolés pris par les méthodes A et B sont effectués correctement par paires, la méthode d'analyse pour données paires doit être appliquée. Dans le cas où les prélèvements isolés pris par les méthodes A et B ne sont pas pris par paires, la méthode d'analyse pour données impaires doit être utilisée.

Si le nombre d'essais est le même, la méthode d'analyse des données paires, du point de vue statistique, est plus sensible que la méthode d'analyse des données impaires pour déterminer la signification de la différence. Pour appliquer la méthode d'analyse des données paires, il faut préparer et opérer un essai de telle manière que la prise des paires de prélèvements élémentaires, dont l'une est effectuée par la méthode A, l'autre par la méthode B, soit réalisable du point de vue technique.

La méthode d'analyse des données impaires est basée sur la condition que le nombre de mesurages réalisés par les méthodes A et B est le même. Veiller à obtenir le nombre égal de prélèvements élémentaires pour les deux méthodes.

NOTE — Les méthodes d'analyse statistique des données expérimentales décrites ici peuvent être utilisées pour contrôler la différence entre les résultats obtenus sur différents échantillons d'une seule livraison, pris en des emplacements différents, par exemple, dans les points de chargement ou de déchargement (voir chapitre 6).

4 Méthodes expérimentales

4.1 Exemples d'essai

Les méthodes de contrôle (méthode A) sont différentes et changent en fonction du problème qui se pose, c'est pourquoi il est difficile de fixer des règles strictes. Des exemples de métho-

des de contrôle sont indiqués ci-dessous. À chaque méthode contrôlée (méthode B) correspond une méthode de contrôle (méthode A).

Exemple 1: Erreur systématique due à la masse d'un prélèvement élémentaire

Méthode A: Un échantillon de contrôle se compose de prélèvements élémentaires de masses plus grandes que la masse des échantillons spécifiée pour un échantillonnage habituel.

Méthode B: Un échantillon se compose de prélèvements élémentaires de masses égales ou plus petites que celle spécifiée pour un échantillonnage habituel, considérée comme n'introduisant pas d'erreur systématique dans l'échantillon.

NOTE — La ségrégation de la qualité des ferro-alliages est habituellement observée dans la direction verticale des lingots concassés. Ce fait doit être pris en considération lors de la prise des prélèvements élémentaires constituant un échantillon de contrôle.

Exemple 2: Échantillonnage des ferro-alliages livrés en vrac

Méthode A: Un échantillon de contrôle se compose de prélèvements élémentaires pris sur des surfaces nouvellement formées du ferro-alliage lors du chargement ou du déchargement d'une livraison.

Méthode B: Un échantillon se compose de prélèvements élémentaires pris dans des tas de matériau.

Exemple 3: Échantillonnage des ferro-alliages livrés sous emballage

Méthode A: Un échantillon de contrôle se compose de toute la quantité d'unités d'emballage du ferro-alliage qui sont prises comme des prélèvements élémentaires.

Méthode B: Un échantillon se compose de prélèvements élémentaires effectués arbitrairement dans plusieurs endroits à l'intérieur des unités d'emballage du ferro-alliage.

Exemple 4: Échantillon obtenu par forage

Méthode A: Un échantillon de contrôle se compose de prélèvements élémentaires obtenus par forage, à partir de la surface supérieure jusqu'à la surface inférieure des morceaux du ferro-alliage ayant les surfaces concassées verticales.

Méthode B: Un échantillon se compose de prélèvements élémentaires pris par forage dans plusieurs points arbitraires des morceaux dont les surfaces supérieure et inférieure ne sont pas dégagées.

Exemple 5: Prise des échantillons dans une poche

Méthode A: Un échantillon de contrôle se compose d'un nombre déterminé de prélèvements élémentaires de masse spécifiée, pris dans un lot constitué par la méthode des lots par coulée.

Méthode B: Un échantillon se compose d'échantillons prélevés dans une poche, pris dans un lot correspondant.

Exemple 6: Dispositif mécanique pour la division des échantillons

Méthode A: Un échantillon de contrôle est le reste d'un échantillon obtenu après la prise d'un échantillon divisé.

Méthode B: Un échantillon est un échantillon divisé obtenu par la méthode habituelle.

4.2 Échantillonnage

4.2.1 Sur livraison considérée ou sur une même partie de cette livraison, deux échantillons globaux doivent être prélevés: l'un par la méthode A, l'autre par la méthode B. L'échantillon global prélevé par la méthode A est appelé «échantillon global A», celui prélevé par la méthode B, «échantillon global B».

NOTE — Pour vérifier la différence entre les résultats obtenus sur les échantillons différents prélevés dans une même livraison (voir note 3, en 3.5), l'un des deux échantillons est considéré comme échantillon global A, l'autre comme échantillon global B.

4.2.2 Chaque paire de prélèvements élémentaires destinée à constituer les échantillons globaux A et B doit être prise en un même point d'une livraison du ferro-alliage.

4.2.3 Si la prise de prélèvements élémentaires par paires n'est pas prévue, l'échantillon global A doit être celui obtenu par la méthode A, et l'échantillon global B, celui obtenu par la méthode B.

4.3 Préparation des échantillons

4.3.1 Dans le cas des exemples 1 à 5 en 4.1, pour le contrôle de l'erreur systématique de l'échantillonnage, les deux échantillons globaux A et B doivent être préparés séparément par une même méthode pour obtenir les échantillons pour essai A et B, respectivement.

4.3.2 Dans le cas de l'exemple 6, pour le contrôle de l'erreur systématique de la préparation des échantillons, deux échantillons pour essai différents A et B sont préparés séparément à partir du même échantillon global ou du même sous-échantillon.

4.4 Détermination et enregistrement des résultats

Le caractère de qualité est déterminé sur les échantillons pour essai A et B par la même méthode. Les résultats de l'analyse chimique doivent être reportés sur une feuille d'enregistrement telle que celle donnée aux tableaux 1 et 2 illustrés à titre d'exemple. Le tableau 1 est utilisé dans le cas des prélèvements élémentaires pairs, le tableau 2, dans le cas des prélèvements élémentaires impairs.

Tableau 1 — Exemple d'un enregistrement des résultats pour le cas de l'essai des données paires par le test *t* de Student (pour l'explication des symboles voir annexe A)

Désignation de l'essai :
 Type et nuance du ferro-alliage : (par exemple, ferro-chrome A)
 Désignation de la livraison (ou de l'échantillon global) :
 Date de l'exécution de l'essai :

Prélèvement élémentaire n°	Caractère de qualité [par exemple, % (m/m) Cr]			
	x_{Bi}	x_{Ai}	$d_i = x_{Bi} - x_{Ai}$	d_i^2
1				
2				
·				
·				
·				
<i>k</i>				
Total				

Tableau 2 — Exemple d'un enregistrement des résultats pour le cas de l'essai des données impaires par le test *t* de Student (pour l'explication des symboles voir annexes B et C)

Désignation de l'essai :
 Type et nuance du ferro-alliage : (par exemple, ferro-chrome A)
 Désignation de la livraison (ou de l'échantillon global) :
 Date de l'exécution de l'essai :

Livraison n°	Nuance du ferro-alliage	Caractère de qualité [par exemple, % (m/m) Cr]					
		Échantillon global B			Échantillon global A		
		x_{Bi}	X_{Bi}	X_{Bi}^2	x_{Ai}	X_{Ai}	X_{Ai}^2
1							
2							
·							
·							
·							
<i>n</i>							
Total		$\sum x_{Bi}$	$\sum X_{Bi}$	$\sum X_{Bi}^2$	$\sum x_{Ai}$	$\sum X_{Ai}$	$\sum X_{Ai}^2$

Calcul pour le test *t* de Student sur une livraison :

\bar{d} = (plus ou moins)
 V_d =
 t_o =
 $t(\phi; 0,025) =$

Conclusions sur les résultats de l'essai réalisé par le test *t* :

NOTE — La conclusion sur l'essai est tirée d'après le résultat global obtenu après répétition des essais sur dix livraisons au minimum (ou sur des parties de livraisons) du ferro-alliage du même type.

STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)

Calcul pour le test *t* de Student sur dix livraisons :

\bar{x}_B =
 S_B =
 \bar{x}_A =
 S_A =
 t_o =
 $t(\phi; 0,025) =$

Conclusions sur les résultats de l'essai réalisé par le test *t* :

5 Analyse des données

5.1 Détermination de la signification de la différence

Pour déterminer la signification de la différence entre les deux résultats expérimentaux, c'est-à-dire, l'écart des résultats obtenus par la méthode B par rapport aux résultats obtenus par la méthode de contrôle A, un essai doit être effectué par une méthode statistique appelée test t de Student. Dans le cas de l'analyse des données impaires, avant d'effectuer un essai par le test t , les essais par le test F doivent être effectués pour déterminer l'égalité des deux variances des deux méthodes.

L'analyse des données, conformément à la note en 3.5, doit être effectuée selon la méthode donnée en 5.3.

5.2 Données paires

5.2.1 Calculer la valeur observée du test t , désignée par t_o . La méthode de calcul est donnée en annexe A.

5.2.2 Comparer la valeur absolue de t_o obtenue expérimentalement avec celle de $t(\phi; 0,025)$ relevée sur le tableau (voir annexe A) :

Si $|t_o| < t(\phi; 0,025)$, \bar{d} est une valeur non significative.

Si $|t_o| > t(\phi; 0,025)$, \bar{d} est une valeur significative.

NOTE — Voir chapitre 6 pour les conclusions qui peuvent être faites sur les résultats de ces essais.

5.3 Données impaires

5.3.1 L'égalité des variances des résultats obtenus par les méthodes A et B doit être déterminée par une méthode statistique appelée test F qui se rapporte à l'analyse dispersionnelle. La méthode de calcul est donnée en annexe B.

5.3.2 Comparer la valeur observée F_o obtenue expérimentalement avec la valeur de $F(\phi; 0,05)$ relevée sur le tableau 3) (voir annexe B).

Si $F_o < F(\phi; 0,05)$, l'essai est considéré comme satisfaisant.

Si $F_o > F(\phi; 0,05)$, l'essai est considéré comme non satisfaisant.

5.3.3 Si un essai réalisé par le test F est satisfaisant, effectuer le test t . Si l'essai réalisé par le test F n'est pas satisfaisant, rejeter les résultats expérimentaux et effectuer si nécessaire un autre essai.

5.3.4 La méthode de calcul du test t pour déterminer la signification de la différence est donnée dans l'annexe C.

5.3.5 Comparer la valeur absolue de t_o obtenue expérimentalement avec la valeur $t(\phi; 0,025)$ relevée sur le tableau 3 (voir annexe A).

Si $|t_o| < t(\phi; 0,025)$, \bar{d} est une valeur non significative.

Si $|t_o| > t(\phi; 0,025)$, \bar{d} est une valeur significative.

NOTE — Voir chapitre 6 pour les conclusions qui peuvent être faites sur les résultats de ces essais..

6 Examen des résultats expérimentaux

Dans le cas où la différence entre les résultats obtenus par la méthode A et par la méthode B s'avère non significative au cours de l'essai par le test t , la méthode B peut être adoptée comme méthode pratique à condition qu'un accord intervienne entre les parties intéressées, si celui-ci est nécessaire.

En outre, les conditions suivantes doivent être prises en considération :

a) L'absence de l'erreur systématique signifie que la valeur obtenue à partir des opérations habituelles ne diffère pas de la valeur vraie ou de la valeur de contrôle de cette méthode à une différence significative du point de vue statistique.

b) Même si la différence est significative du point de vue statistique, du point de vue pratique elle est considérée comme non significative, et la méthode B peut être adoptée comme méthode pratique, à condition qu'un accord intervienne entre les parties intéressées, si celui-ci est nécessaire.

c) Si la différence est non significative du point de vue statistique, mais est assez grande pour être considérée comme significative, du point de vue pratique, par les parties intéressées, un autre essai doit être effectué.

Annexe A

Méthode de calcul du test t de Student pour les données paires

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

A.1 Calculer la différence entre les résultats des mesurages pairs :

$$d_i = x_{B_i} - x_{A_i} \quad i = 1, 2, \dots, k \quad \dots (1)$$

où

d_i est la $i^{\text{ème}}$ différence ou l'écart de x_{B_i} par rapport à x_{A_i} ;

x_{B_i} est le $i^{\text{ème}}$ mesurage de l'échantillon B obtenu par la méthode de contrôle B;

x_{A_i} est le $i^{\text{ème}}$ mesurage de l'échantillon A obtenu par la méthode de contrôle A;

k est le nombre de paires de mesurages.

A.2 Calculer la valeur moyenne des différences avec une précision à une décimale plus grande que celle utilisée au cours des mesurages :

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k d_i$$

où

\bar{d} est la valeur moyenne de k différences.

A.3 Calculer l'estimation sans biais de la variance de la différence :

$$V_d = \frac{1}{\phi} \left\{ \sum_{i=1}^k d_i^2 - \left(\sum_{i=1}^k d_i \right)^2 / k \right\} \quad \dots (3)$$

où

V_d est l'estimation sans biais de la variance des différences;

ϕ est le nombre de degrés de liberté; pour la méthode donnée $\phi = k - 1$.

A.4 Calculer la valeur observée t , désignée par t_o , en l'arrondissant à la troisième décimale :

$$t_o = \frac{\bar{d}}{\sqrt{\frac{V_d}{k}}} \quad \dots (4)$$

A.5 Relever, sur le tableau 3, la valeur t , au niveau de signification 2,5 % et à ϕ degrés de liberté, désignée par $t(\phi; 0,025)$.

Tableau 3 — Valeur de $t(\phi; 0,025)$ (critère bilatéral)

ϕ	9	10	11	12	13	14
t	2,262	2,228	2,201	2,179	2,160	2,145
ϕ	15	16	17	18	19	20
t	2,131	2,120	2,110	2,101	2,093	2,086