



# Engrais — Échantillonnage — Masse minimale du prélèvement en cas de traitement de la totalité de l'unité d'échantillonnage à prélever

*Fertilizers — Sampling — Minimum mass of increment to be taken to be representative of the total sampling unit*

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 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.

La tâche principale des comités techniques de l'ISO est d'élaborer les Normes internationales. Exceptionnellement, un comité technique peut proposer la publication d'un rapport technique de l'un des types suivants:

- type 1: lorsque, en dépit de maints efforts au sein d'un comité technique, l'accord requis ne peut être réalisé en faveur de la publication d'une Norme internationale;
- type 2: lorsque le sujet en question est encore en cours de développement technique et requiert une plus grande expérience;
- type 3: lorsqu'un comité technique a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales (ceci pouvant comprendre des informations sur l'état de la technique, par exemple).

La publication des rapports techniques dépend directement de l'acceptation du Conseil de l'ISO. Les rapports techniques des types 1 et 2 font l'objet d'un nouvel examen trois ans au plus tard après leur publication afin de décider éventuellement de leur transformation en Normes internationales. Les rapports techniques du type 3 ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données fournies ne soient plus jugées valables ou utiles.

L'ISO/TR 7553 a été préparé par le comité technique ISO/TC 134, *Fertilisants*.

Les raisons justifiant la décision de publier le présent document sous forme de rapport technique du type 3 sont exposées dans l'Introduction.

## 0 Introduction

Dans le cadre de ses travaux sur l'échantillonnage, le comité technique ISO/TC 134, *Fertilisants*, a été amené à étudier par l'intermédiaire de son sous-comité 2, la masse minimale que doit avoir un prélèvement pour rester représentatif de l'engrais échantillonné.

Ces travaux complètent les autres Normes internationales actuellement en cours d'élaboration, relatives aux fertilisants, en particulier, celles décrivant les plans d'échantillonnage pour différents effectifs de lots, et celles se rapportant à la réduction des échantillons.

La présente étude, de nature différente de celles qui sont habituellement publiées comme Normes internationales, est destinée à servir de complément à celles-ci, en tant que rapport technique (type 3), pour l'échantillonnage des engrais.

**CDU 631.8 : 620.113**

**Réf. n° ISO/TR 7553 : 1987 (F)**

**Descripteurs :** engrais, échantillonnage.

© **Organisation internationale de normalisation, 1987** ●

Imprimé en Suisse

Prix basé sur 7 pages

## 1 Objet et domaine d'application

Lors de l'échantillonnage d'un lot d'engrais, on est amené à effectuer un prélèvement élémentaire sur  $N$  unités d'échantillonnage. Chacun de ces prélèvements peut être effectué soit à l'aide de dispositifs de prélèvements partiels, si l'on est assuré de leur validité (absence de biais en particulier), soit par traitements de l'ensemble de l'unité d'échantillonnage par un dispositif de réduction approprié (absence de biais).

Le présent Rapport technique précise pour ce dernier cas la masse limite de réduction au-delà de laquelle l'erreur sur la représentativité du prélèvement ne peut plus être négligée. Il s'applique également pour définir la masse minimale de tout prélèvement intermédiaire au cours du traitement des échantillons jusqu'à l'analyse. Dans le cas de l'emploi de dispositifs de prélèvements partiels, la masse limite peut être beaucoup plus importante.

## 2 Théorie de base

Compte tenu de la nature granulaire des engrais non liquides, la masse prélevée ne peut être indéfiniment réduite sans perdre toute représentativité.

Il est, par contre, possible de relier la masse de l'échantillon à une erreur minimale de représentativité en fonction de la dispersion de constitution du produit échantillonné et de sa granulométrie.

Il convient cependant d'insister sur la nature de valeur limite minimale de cette erreur à laquelle dans la pratique peuvent s'ajouter des erreurs importantes, dues à la non-équiprobabilité des prélèvements souvent liée à des dispositifs imparfaits (sondes en particulier).

Il est à noter aussi que cette erreur se reproduit lors de chaque opération de réduction d'échantillon après sa constitution. L'attention est particulièrement attirée sur le fait que, lors des opérations qui s'effectuent au laboratoire entre l'échantillon pour laboratoire et la prise d'essai, la représentativité peut être facilement perdue si les masses prélevées à un moment donné sont insuffisantes vis-à-vis de la granulométrie et de la dispersion de constitution ou ne respectent pas la règle de l'équiprobabilité de choix.

Cette notion est, en fait, empiriquement admise puisque, dans le cas des déterminations compatibles avec un broyage, on effectue généralement une telle opération avant le prélèvement de la prise d'essai.

Les études statistiques permettent maintenant de chiffrer avec rigueur une relation entre ces grandeurs. Elles permettent aussi de donner, dans le cas où le broyage n'est pas possible (détermination de granulométrie par exemple), une relation entre masse de la prise d'essai et erreur de représentativité.

Deux types d'engrais peuvent être rencontrés :

- a) Engrais où tous les grains sont sensiblement de même nature

Connaissant la dispersion de titre grain à grain, il est possible de calculer statistiquement, sur la base de la loi de Gauss, le nombre de grains et donc la masse minimale nécessaire pour ne pas dépasser une incertitude donnée.

- b) Engrais où les grains sont de nature différente (mélanges en vrac)

Connaissant le pourcentage du constituant le moins abondant à contrôler, il est possible de calculer statistiquement, sur la base de la loi binomiale, le nombre de grains et donc la masse minimale nécessaire pour ne pas dépasser une incertitude donnée.

## 3 Engrais constitués de grains de même nature

Les titres varient de façon continue de grain à grain suivant une loi gaussienne ou approximativement gaussienne avec un coefficient de variation compris généralement entre 10 % et 40 % (40 % dans les cas extrêmes qui correspondent à des engrais obtenus par un stade pâteux presque sec).

Le calcul, à partir de la théorie de la loi de distribution normale, indique que, si l'on appelle  $\sigma'$  l'écart-type correspondant aux fluctuations de titre du grain et  $2\sigma_\tau$  la précision désirée au niveau de 95 % de probabilité bilatérale, la masse de ce prélèvement doit être sensiblement égale à

$$C \times \frac{\pi}{6} \phi_m^3 \left( \frac{\sigma'}{\sigma_\tau} \right)^2 \rho \times 10^{-3}$$

où

$\phi_m$  est le diamètre moyen des grains défini dans l'annexe;

$\rho$  est la masse volumique des grains;

$2\sigma_\tau$  est exprimé comme  $\sigma'$ , par exemple en valeur absolue et correspond à l'erreur globale de jugement désirée;

$C$  est un coefficient permettant de rendre négligeable devant  $\sigma_\tau$ , l'erreur liée à la limitation de la masse du prélèvement. Il sera choisi égal au moins à 5, puisque les erreurs aléatoires s'ajoutent au carré. Par conséquent, en prenant approximativement  $\pi/6$  égal à 0,5 on a

$$m > \frac{C}{2} \phi_m^3 \rho \left( \frac{\sigma'}{\sigma_\tau} \right)^2 \times 10^{-3}$$

La valeur de  $C$  sera plus rigoureusement choisie en fonction du nombre d'opérations de division subies par le ou les prélèvements initiaux jusqu'au stade de la prise d'essai (voir tableau 1).

Tableau 1 – Valeurs de  $C$  en fonction du nombre d'opérations de division

Nombre d'opérations de division	0	1	2	3	4
$C$	5	10	15	20	25

Le tableau 2 donne des valeurs limites de  $m$  pour des valeurs types de  $\rho$ ,  $C$ ,  $\frac{\sigma'}{\sigma_\tau}$  et  $\phi_m$ .

Tableau 2 – Exemples de valeurs limites de  $m$   
 $\rho = 2 \text{ g/ml}$ ,  $C = 5$

$\sigma'/\sigma_\tau$ \ $\phi_m$	1 mm	2,5 mm	4 mm	10 mm
5	0,12 g	2 g	8 g	125 g
10	0,5 g	8 g	32 g	500 g
20	2 g	32 g	130 g	2 000 g
40	8 g	125 g	510 g	8 000 g

#### 4 Engrais constitués de grains de nature différente

Le deuxième groupe d'engrais comprend les mélanges à sec (mélanges en vrac ou autres) sans agglomération notable des constituants.

Dans ces produits, la variation de titre des constituants est faible devant l'hétérogénéité des constituants, et c'est finalement celle-ci qui impose la masse du prélèvement. Compte tenu du fait que la masse volumique des divers constituants est sensiblement la même à  $\pm 20 \%$  près, l'utilisation du calcul suivant la loi binomiale permet d'aboutir à la formule

$$m > \frac{C}{2} \times \frac{y(1-y)\phi_m^3}{\sigma_\tau^2} \rho \times 10^{-3}$$

si les granulométries des constituants sont voisines, et où

$\sigma_\tau$  est exprimé en fonction de l'unité et non en pourcentage, de la même façon que  $y$ ;

$y$  correspond à la teneur en constituant le moins abondant exprimée en fractions de l'unité.

Le tableau 3 donne les valeurs de cette masse minimale pour  $\phi_m = 1, 2$  et  $4 \text{ mm}$  et  $y = 0,05, 0,15$  et  $0,50$  en admettant  $\rho = 2 \text{ g/ml}$  et  $C = 5$ .

Tableau 3 – Valeurs de la masse minimale pour des granulométries voisines

$y$ \ $\phi_m$	1 mm			2 mm			4 mm			
	$\sigma_\tau/y$	0,01	0,02	0,05	0,01	0,02	0,05	0,01	0,02	0,05
0,05		950 g	240 g	40 g	7 600 g	1 900 g	300 g	60 800 g	15 200 g	2 450 g
0,15		285 g	70 g	12 g	2 260 g	570 g	90 g	18 100 g	4 530 g	720 g
0,50		50 g	12 g	2 g	400 g	100 g	16 g	3 200 g	800 g	130 g

Si les granulométries sont très différentes (les ségrégations dues au transport causent des difficultés telles que la fabrication de ce type d'engrais devrait être évitée) la formule devient

$$m > \frac{C}{2\sigma_\tau^2} \rho y (1 - y) [y \phi_2^3 + (1 - y) \phi_1^3] \times 10^{-3}$$

L'indice 1 est alloué au composant correspondant au titre  $y$ .

Le tableau 4 donne les valeurs de cette masse minimale pour  $\phi_1 = 1 \text{ mm}$ ,  $\phi_2 = 2 \text{ mm}$ ;  $\phi_1 = 2 \text{ mm}$ ,  $\phi_2 = 1 \text{ mm}$  et  $y = 0,05, 0,15$ , et  $0,50$  en admettant  $\rho = 2 \text{ g/ml}$  et  $C = 5$ .

**Tableau 4 – Valeurs de la masse minimale pour des granulométries très différentes**

	$\sigma_\tau/y$	$\phi_1 = 1 \text{ mm}$ $\phi_2 = 2 \text{ mm}$		$\phi_2 = 1 \text{ mm}$ $\phi_1 = 2 \text{ mm}$	
		0,01	0,05	0,01	0,05
$y$	0,05	1 285 g	52 g	7 250 g	290 g
	0,15	580 g	24 g	2 000 g	80 g
	0,50	225 g	9 g	225 g	9 g

Le cas où les masses volumiques des deux constituants sont très différentes est encore plus dangereux sur le plan de la précision de l'échantillonnage, les ségrégations étant encore plus à craindre.

Dans ce cas, la formule doit également être modifiée et devient

$$m > \frac{C}{2\sigma_\tau^2} y (1 - y) [y \rho_2 \phi_2^3 + (1 - y) \rho_1 \phi_1^3] \times 10^{-3}$$

Pour  $\rho_1 = 1,5 \text{ g/ml}$ ,  $\rho_2 = 2,5 \text{ g/ml}$  et  $C = 5$

on obtient dans le tableau 5 les valeurs suivantes de la masse minimale.

**Tableau 5 – Valeurs de la masse minimale pour deux constituants de masses volumiques très différentes**

	$\sigma_\tau/y$	$\phi_1 = 1 \text{ mm}$ $\phi_2 = 2 \text{ mm}$		$\phi_2 = 1 \text{ mm}$ $\phi_1 = 2 \text{ mm}$	
		0,01	0,05	0,01	0,05
$y$	0,05	1 150 g	46 g	5 450 g	218 g

On voit que l'on peut, sans grande erreur, prendre un  $\rho$  moyen lorsque le constituant mineur n'est pas celui ayant la plus forte granulométrie.

## 5 Remarque générale sur les réductions d'échantillons

On voit que suivant le type de produit à échantillonner, les précautions à prendre peuvent être très différentes.

Ces conditions de rapport masse/granulométrie doivent également être respectées à tous les niveaux de la préparation des échantillons réduits ou finals jusqu'à et y compris le stade de la prise d'essai pour analyse.

Il en résulte que toute diminution de taille d'échantillon doit s'accompagner en général d'un broyage. Lorsque l'on doit conserver l'engrais dans son état initial, il est alors nécessaire de conserver une taille d'échantillon importante ou l'on admettra une perte de précision de la représentativité.

Par exemple, dans le cas d'un engrais granulé de mélange avec  $y = 15\%$ , si le  $\phi_m$  de départ est de 4 mm, le prélèvement initial est de l'ordre de 4 500 g pour une précision de 2 %. Si l'on désire le ramener à 200 g en conservant la même représentativité, il faudra le broyer jusqu'à avoir un  $\phi_m$  voisin de 1,4 mm, et pour un niveau d'une prise d'essai pour analyse de 2 g, on devra avoir atteint un  $\phi_m$  voisin de 0,3 mm.

Si l'on ramène l'échantillon à 500 g sans broyage, on introduira une erreur de représentativité supplémentaire qui fera plus que quadrupler l'écart-type de l'incertitude globale qui passera de 2 % à 8 % relatif.

## **6 Choix de la masse de prélèvement élémentaire plus faible en cas de groupement de ceux-ci ( $k$ par $k$ avant analyse)**

Dans ce cas, les masses minimales définies ci-dessus doivent être respectées lors de toutes les opérations de division jusqu'à l'essai, mais il suffit au départ que chaque groupement de  $k$  prélèvements élémentaires atteigne cette masse minimale.

On pourrait donc alors choisir une masse de prélèvement initial  $k$  fois plus faible.

Il faudrait alors être conscient de la nécessité d'être particulièrement prudent quant à la validité de l'appareillage de prélèvement qui doit donner une absolue garantie d'équiprobabilité de prélèvement des grains.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO/TR 7553:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/962b0464-2bba-418f-9c7e-fd697a2f6510/iso-tr-7553-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/962b0464-2bba-418f-9c7e-fd697a2f6510/iso-tr-7553-1987>

## Annexe

Calcul de  $\phi_m$ 

Si la granulométrie de l'engrais est relativement étendue, le diamètre moyen  $\phi_m$  peut être calculé à partir d'une analyse granulométrique.

Par définition,  $\phi_m$  correspond au diamètre moyen d'une répartition granulométrique hypothétique à une seule classe de granulométrie qui permettrait, avec un prélèvement élémentaire de masse

$$M = \eta \frac{\pi}{6} \phi_m^3 \rho$$

d'avoir la même précision

$$\sigma_p^2 = \frac{(\sigma')^2}{\eta}$$

que celle obtenue avec la répartition réelle.

Le prélèvement élémentaire de masse de la répartition réelle correspond à

$$M = \sum (\eta_i \phi_i^3 \frac{\pi}{6} \rho) = \frac{\pi}{6} \rho \sum (\eta_i \phi_i^3)$$

ITEH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO/TR 7553:1987

et la précision est déduite comme suit: <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/962b0464-2bba-418f-9c7e-fd697a2f6510/iso-tr-7553-1987>

$$\sigma_p^2 = \sigma^2(x_m) = \sigma^2 \left( \sum \frac{m_i}{M} x_i \right) = \sum \left( \frac{m_i}{M} \right)^2 \sigma^2(x_i) = \sum \left[ \frac{(\sigma')^2 m_i^2}{\eta_i M^2} \right] = \frac{(\sigma')^2}{M^2} \sum \left( \frac{m_i^2}{\eta_i} \right)$$

En effet

$$M = \eta \frac{\pi}{6} \phi_m^3 \rho = \frac{\pi}{6} \rho \sum (\eta_i \phi_i^3) \quad \text{d'où} \quad \phi_m^3 = \frac{1}{\eta} \sum (\eta_i \phi_i^3) \quad \dots (1)$$

et

$$\sigma_p^2 = \frac{(\sigma')^2}{\eta} = \frac{(\sigma')^2}{M^2} \sum \left( \frac{m_i^2}{\eta_i} \right) \quad \text{d'où} \quad \frac{1}{\eta} = \frac{1}{M^2} \sum \left( \frac{m_i^2}{\eta_i} \right) \quad \dots (2)$$

En outre

$$m_i = \eta_i \frac{\pi}{6} \phi_i^3 \rho \quad \text{d'où} \quad \eta_i = \frac{6 m_i}{\pi \phi_i^3 \rho} \quad \dots (3)$$

et

$$\sum m_i = M \quad \dots (4)$$

En remplaçant  $1/\eta$  de l'équation (2), l'équation (1) devient

$$\phi_m^3 = \frac{1}{M^2} \sum \left( \frac{m_i^2}{\eta_i} \right) \sum (\eta_i \phi_i^3)$$

En remplaçant  $\eta_i$  de l'équation (3), on obtient

$$\phi_m^3 = \frac{1}{M^2} \sum \left( \frac{\pi \phi_i^3 \rho m_i}{6} \right) \sum \left( \frac{6 m_i}{\pi \rho} \right) = \frac{1}{M^2} \sum (\phi_i^3 m_i) \sum m_i$$

Par remplacement dans l'équation (4), on obtient

$$\phi_m^3 = \frac{1}{M} \sum (\phi_i^3 m_i)$$

On a donc

$$\phi_m = \sqrt[3]{\frac{1}{M} \sum (\phi_i^3 m_i)}$$

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

où

[ISO/TR 7553:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/962b0464-2bba-418f-9c7e-726572461e1a/iso-tr-7553-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/962b0464-2bba-418f-9c7e-726572461e1a/iso-tr-7553-1987>

- $\eta$  est le nombre de grains dans le prélèvement élémentaire;
- $\eta_i$  est le nombre de grains dans chaque classe granulométrique;
- $\rho$  est la masse volumique des grains;
- $\phi_i$  est le diamètre moyen de chaque classe granulométrique;
- $m_i$  est la masse de chaque classe;
- $x_i$  est le titre de chaque classe;
- $x_m$  est le titre moyen du prélèvement élémentaire;
- $\sigma'$  est l'écart-type du titre à l'échelle du grain;
- $\sigma(x_i)$  est l'écart-type du titre à l'échelle de la classe granulométrique;
- $\sigma_p$  est l'écart-type du titre à l'échelle du prélèvement élémentaire.

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO/TR 7553:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/962b0464-2bba-418f9c7e-fd697a2f6510/iso-tr-7553-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/962b0464-2bba-418f9c7e-fd697a2f6510/iso-tr-7553-1987>