



Tabac — Préparation et constitution d'échantillons identiques à partir d'un même lot (Code pratique pour la conduite d'essais comparatifs portant sur la qualité des méthodes d'essai)

0 Introduction

La répétabilité et la reproductibilité d'une méthode particulière de laboratoire sont définies par l'ISO 3534. Ces caractéristiques peuvent être déterminées au moyen d'essais interlaboratoires comme décrit dans l'ISO 5725.

Outre la description de l'appareillage et des méthodes d'essai à utiliser, souvent par référence à des normes existantes, l'organisation de tels essais comporte également la préparation des matériaux pour essai, c'est-à-dire des échantillons qui serviront de supports aux comparaisons à effectuer.

Il est à noter que, dans ce type d'expérience, on s'intéresse rarement pour elles-mêmes aux caractéristiques du matériau pour essai, pourvu qu'elles se situent dans la gamme de celles des matériaux habituellement soumis aux essais et que leur valeur ne soit ainsi déterminée qu'afin d'obtenir les éléments quantitatifs nécessaires à l'établissement du compte rendu statistique portant sur la méthode d'essai.

C'est ainsi qu'on s'efforce, dans la plupart des cas, d'obtenir des lots ou des échantillons aussi identiques que possible les uns aux autres, de façon à réduire la variance résiduelle des mesures et augmenter du même fait la précision des conclusions que l'on peut tirer de l'analyse globale des résultats.

Étant donné que les échantillons individuels pour essai ne représentent pas nécessairement la population dont ils sont tirés, mais doivent seulement être identiques les uns aux autres, leur méthode de préparation peut être tout à fait différente de celle utilisée quand le but de l'étude est d'obtenir une connaissance de la population d'origine.

Dans le cas de certaines industries, chimiques par exemple, il est relativement aisé de constituer des échantillons pratiquement identiques les uns aux autres, la structure du matériau autorisant une division conservant l'homogénéité microscopique ou macroscopique du produit, par exemple : solutions, poudres, etc.

Il en va tout à fait autrement dans le cas du tabac, la matière première et même les produits finis étant affectés d'une hétérogénéité intrinsèque de nature à créer des dispersions importantes entre les échantillons si des précautions spéciales ne sont pas prises.

Le tabac, en tant que support d'essai, peut se présenter sous les formes suivantes :

- poudre;
- tabac haché (scaferlati);
- cigarettes;
- feuilles ou strips.

Le mode opératoire pour la préparation des échantillons de supports d'essai dépend, dans la plupart des cas, du type d'essai à effectuer. Néanmoins, il paraît possible de fixer quelques lignes directrices générales applicables, selon la forme sous laquelle se présente le matériau, à un grand nombre d'essais comparatifs.

CDU 663.97 : 620.11

Réf. n° : ISO/TR 7821-1982 (F)

Descripteurs : tabac, échantillonnage, essai comparatif.

© Organisation internationale de normalisation, 1982 ●

Imprimé en Suisse

Prix basé sur 5 pages

1 Objet et domaine d'application

Le présent Rapport technique se propose de donner un cadre pratique pour les opérations de division d'un lot (pas nécessairement homogène) de tabac ou de produits du tabac en plusieurs échantillons homologues destinés à des essais comparatifs de laboratoire ou interlaboratoires.

2 Références

ISO 3534, *Statistique — Vocabulaire et symboles*.

ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires*.

3 Préparation des échantillons

3.1 Généralités

La division d'un lot en échantillons aussi identiques que possible les uns aux autres est aisée si le lot est (ou peut être rendu, selon son état physique) homogène mais peut être plus difficile s'il ne l'est pas. Dans ce cas, il est nécessaire de recourir à une méthode d'échantillonnage appropriée afin que l'influence de l'hétérogénéité soit aussi faible que possible.

Il n'est évidemment pas possible de décrire en détail tous les cas qui peuvent se présenter.

Le but des exemples suivants est donc d'illustrer les principes à appliquer et de donner une ligne directrice pour les opérations à effectuer qui, d'ailleurs, apparaissent comme simples à concevoir lorsqu'on a bien en tête

- d'une part, l'objectif fixé, qui est de constituer des échantillons aussi identiques que possible;
- d'autre part, de tenir compte du fait que, probablement, deux unités ont des caractéristiques d'autant plus voisines qu'elles sont échantillonnées à partir de points physiquement plus proches l'un de l'autre.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a65b72e-cbe6-4800-a7bc-72987b918c73/iso-tr-7821-1982>

3.2 Poudre

Le lot initial comporte N g.

Il s'agit de le diviser en n échantillons de $\frac{N}{n}$ g.

3.2.1 Principe

Chaque échantillon est constitué d'un certain nombre de prélèvements élémentaires.

Chaque prélèvement élémentaire est tiré séparément du lot et théoriquement doit être attribué au hasard à l'un des n échantillons. Dans la pratique on se contente d'attribuer les prélèvements élémentaires à chacun des n échantillons par permutation circulaire pourvu que le nombre de cycles (c'est-à-dire le nombre de prélèvements élémentaires affectés à chaque échantillon) soit grand.

3.2.2 Précautions à prendre

Lors de la préparation des échantillons, il est nécessaire de prendre les précautions suivantes :

- Travailler dans une atmosphère dont le degré hygrométrique est aussi voisin que possible de celui correspondant à l'humidité d'équilibre du matériau traité.
- Travailler aussi vite que possible de façon à limiter les échanges hygroscopiques entre atmosphère et matériau au cas où la condition a) ne peut être réalisée de façon absolue.

3.2.3 Exemple

On dispose de 1 kg de poudre à diviser en 10 échantillons de 100 g. La condition à réaliser en vue d'essais comparatifs n'est pas d'obtenir 10 échantillons de 100 g exactement, mais que chaque échantillon d'environ 100 g soit, du point de vue physique et chimique, l'homologue de chacun des autres.

3.2.3.1 Mode opératoire manuel

Après l'avoir mélangé aussi intimement que possible, placer le tas sur un plateau ou dans un récipient dans lequel on peut puiser aisément. Se servir d'une cuillère, louche ou mesure dont la charge est comprise entre 5 et 10 g par exemple. Disposer 10 récipients susceptibles de contenir au moins 100 g chacun.

Par prélèvements successifs, à l'aide de la cuillère, louche ou mesure, alimenter alternativement la boîte 1, la boîte 2, ..., la boîte 10.

Chaque échantillon est ainsi constitué d'au moins 10 (de 10 à 20) prélèvements.

Lorsque le tas initial arrive à un niveau proche de l'épuisement, c'est-à-dire qu'il ne reste plus qu'une tournée de 10 prélèvements, il est recommandé de terminer la distribution avec une mesure de contenance plus faible.

Ce mode opératoire garantit que les 10 échantillons constitués sont aussi parfaitement comparables que possible. Tout brassage provoque entre le haut et le bas du tas une modification de la dimension et de la densité des grains et ceci doit être pris en considération lors de la prise de prélèvements.

3.2.3.2 Mode opératoire automatique

Se servir d'un carrousel tel qu'à chaque passage la dose apportée à un échantillon soit inférieure ou égale à 1/10 de la masse totale de l'échantillon final.

3.3 Tabac haché (scaferlati)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.3.1 Généralités

On applique exactement le même principe que celui pour la poudre. Techniquement, la manipulation est plus difficile car le tabac peut constituer certains enchevêtrements, surtout s'il est à brins longs.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a65b72e-cbe6-4800-a7bc-2870918c7556-iso-tr-7821-1982>

Il ne faut pas céder à la tentation de constituer des prélèvements à partir de pelotes ou de mottes mais il faut au contraire briser celles-ci de façon à les répartir entre tous les échantillons.

En règle générale, chaque échantillon doit être constitué par au moins 10 prélèvements (et plus si possible). En outre, les prélèvements doivent toujours être distribués de façon cyclique, à chaque échantillon.

Selon l'importance du lot de départ, le prélèvement peut être de l'ordre de la grosse poignée, de la poignée ou de la pincée.

3.3.2 Précautions spéciales

Le tabac haché (ou scaferlati) a toujours tendance à se décanter, c'est-à-dire que les manipulations provoquent une certaine séparation des brins courts qui se rassemblent au fond du récipient.

Pour éviter de créer une hétérogénéité artificielle entre échantillons, une fois que le chevelu a été épuisé, il est nécessaire de répartir également les brins courts entre les échantillons en utilisant un instrument tel que pelle, cuillère, etc., qui évite de perdre ces brins au moment de la distribution.

3.4 Cigarettes

3.4.1 Cigarettes à échantillonner au niveau de la machine de production

On sait qu'il existe des autocorrélations entre les caractéristiques des cigarettes, c'est-à-dire qu'en moyenne, la probabilité que des cigarettes soient identiques est d'autant plus grande qu'elles sont plus voisines les unes des autres à la sortie de la confectionneuse.

Par exemple si 10 échantillons de 100 cigarettes doivent être constitués, procéder comme suit :

- prendre une série de 10 cigarettes consécutives et les répartir entre les 10 échantillons à constituer;
- répéter l'opération 100 fois.

NOTES

1 Il n'y a aucun inconvénient à ce que les prélèvements successifs (ou échantillons primaires de 10 cigarettes) soient disjoints, c'est-à-dire ne se rapportent pas à des cigarettes consécutives.

2 On peut, pour gagner du temps, constituer des échantillons primaires non pas de 10 cigarettes consécutives, mais d'un multiple de ce nombre, par exemple, 20, 50, voire 100. Dans ce cas, il y a intérêt à conserver l'échantillon non pas en vrac mais sous la forme d'échantillons primaires étiquetés selon l'ordre de fabrication et à les répartir selon cet ordre entre les 10 échantillons à constituer par un mouvement de permutation circulaire. On peut utiliser à cet effet des dispositifs d'échantillonnage automatique.

L'expérience montre que du point de vue de la comparabilité des échantillons, cette façon de les constituer donne des résultats aussi bons, voire meilleurs, que la sélection par la masse ou la résistance au tirage.

3.4.2 Échantillons constitués à partir de cigarettes stockées en vrac avant paquetage

Pour les mêmes raisons que celles évoquées en 3.4.1, il faut éviter de constituer des échantillons en prélevant chacun d'eux de manière groupée dans le casier.

Il est recommandé d'employer l'un ou l'autre des procédés suivants afin de constituer par exemple 10 échantillons de 100 cigarettes :

- a) tirer au hasard les cigarettes successives destinées à chaque échantillon, par exemple à l'aide d'une table de nombres au hasard auxquels on fait correspondre, par exemple, les coordonnées (approximatives) d'un point où l'on extrait chaque cigarette, ou
- b) considérer chaque rangée horizontale du bac de stockage, ou casier, comme un échantillon primaire et en extraire un prélèvement pour chacun des échantillons à constituer. Il n'est pas nécessaire, dans ce cas, que tout le contenu de la rangée soit attribué. L'essentiel est que chaque échantillon contienne des cigarettes de chacune des rangées choisies comme échantillon primaire.

Le procédé a) est théoriquement le plus satisfaisant, mais il peut être lourd à appliquer dès que le nombre d'échantillons à constituer est important (supérieur à 3 ou 4) et comprend un nombre élevé de cigarettes.

Dans la pratique courante, le procédé b), plus rapide, est largement suffisant par la stratification partielle qu'il entraîne, compensant ainsi le fait que les extractions ne sont pas globalement aléatoires.

3.4.3 Cigarettes paquetées

Les cigarettes paquetées formant le lot initial peuvent, selon le cas, se présenter sous forme :

- de paquets en vrac;
- de cartouches ou groupements (c'est-à-dire des unités d'emballage de 200 cigarettes);
- de cartons.

La conduite à tenir pour échantillonner le lot avec les objectifs fixés dans le présent Rapport technique repose sur les principes suivants :

- a) Tenir compte du fait que, probablement, deux cigarettes sont d'autant plus voisines du point de vue de leurs caractéristiques, qu'elles sont issues de la même unité d'emballage.
- b) Adapter le mode d'échantillonnage au volume des échantillons à constituer.

Ainsi, dans certains cas, on pourra considérer le paquet lui-même comme unité de prélèvement élémentaire alors que, dans d'autres cas, il faudra l'ouvrir.

3.4.3.1 Exemple 1

Le lot initial est constitué de deux cartons contenant 25 groupements de 10 paquets de 20 cigarettes (cartons de $20 \times 10 \times 25 = 5\,000$ unités de cigarettes, c'est-à-dire 250 paquets, soit au total 10 000 cigarettes, 500 paquets, 50 cartouches).

Si, à partir du lot initial de 500 paquets, on désire constituer par exemple 5 échantillons de 20 paquets aussi identiques que possible les uns aux autres, on évitera bien évidemment de constituer ces échantillons en prélevant systématiquement 2 groupements de 10 paquets pour constituer chaque échantillon. On obtiendrait ainsi des échantillons intrinsèquement homogènes, mais il y aurait de plus grandes différences entre eux qu'à l'intérieur de chacun d'eux. La meilleure méthode serait la suivante :

De chaque carton tirer, au hasard, 1 cartouche sur 5. On obtiendra ainsi 10 cartouches (2×5) de 10 paquets.

Chaque cartouche peut être partagée en 5 prélèvements élémentaires de 2 paquets chacun et chaque échantillon pourra recevoir un prélèvement provenant de chaque cartouche.

Dans ce cas, les 5 échantillons de 2×10 paquets seront bien la réplique les uns des autres.

3.4.3.2 Exemple 2

À partir du lot initial décrit en 3.4.3.1, on veut constituer 10 échantillons de 50 cigarettes chacun.

Pour des raisons évidentes, il n'est pas recommandé en ce cas de conserver le paquet comme unité d'échantillonnage.

Par ailleurs, on rappelle encore une fois que le but recherché n'est pas de constituer des échantillons représentatifs du lot initial mais des échantillons aussi identiques entre eux que possible.

Partant de ces principes, et avec, pour la totalité des échantillons, un nombre de cigarettes nécessaire de 500, soit 25 paquets, la méthode à utiliser est la suivante :

- a) Prélever dans un même carton 3 cartouches. Conserver deux cartouches entières mais éliminer la moitié de la 3^e cartouche, ce qui donne au total 25 paquets.
- b) Ouvrir chaque paquet et répartir ses cigarettes entre les 10 échantillons (2 cigarettes par échantillon).
- c) On constitue ainsi 10 échantillons de 50 cigarettes aussi identiques les uns aux autres que le permet l'échantillonnage.

3.5 Feuilles ou strips

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Ce cas n'est évoqué qu'en dernier lieu parce qu'il pose des problèmes concrets difficiles et qu'il est rare que les feuilles ou les strips eux-mêmes constituent le matériau sur lequel on fera en l'état des essais comparatifs.

ISO/TR 7821:1982

Des échantillons comparables de feuilles ou de strips sont couramment utilisés mais seulement pour examiner des modifications des procédés industriels. Ces essais nécessitent l'utilisation des machines industrielles de production (par exemple, boxes de mélange) et il est estimé que ce mode d'échantillonnage se situe en dehors de l'objet du présent Rapport technique.

Toutefois si le lot considéré est constitué de feuilles ou de strips, l'analyse des besoins réels montre qu'il est possible, sans inconvénient pour la méthode d'essai, de modifier l'aspect physique du produit et de relever alors de l'un des cas cités plus haut.

Un exemple illustrera ce propos, lequel correspond exactement à un cas concret qui s'est posé il y a quelques années.

Soit à essayer différents procédés de mesure du taux d'humidité du tabac et ce, sur des variétés de feuilles différentes.¹⁾ Chaque lot de départ à échantillonner est constitué de feuilles. L'analyse correcte du problème à traiter a montré qu'il ne fallait pas effectuer l'échantillonnage au niveau des feuilles, mais après traitement de celles-ci et réduction à l'état de tabac haché.

Les essais comparatifs ont été effectués dans de bonnes conditions avec des lots correctement échantillonnés en tabac haché.

1) CCE, *Méthode pour la détermination du taux d'humidité du tabac*, 91, 1972.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TR 7821:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a65b72e-eb66-4800-a7bc-72987b918c73/iso-tr-7821-1982>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 7821:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a65b72e-ebe6-4800-a7bc-72987b918c73/iso-tr-7821-1982)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a65b72e-ebe6-4800-a7bc-72987b918c73/iso-tr-7821-1982>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 7821:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a65b72e-ebe6-4800-a7bc-72987b918c73/iso-tr-7821-1982)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a65b72e-ebe6-4800-a7bc-72987b918c73/iso-tr-7821-1982>