

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
8049

Première édition  
1988-12-01



---

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

---

## Ferro-nickel en grenailles — Échantillonnage pour analyse

*Ferronickel shot — Sampling for analysis*

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

ISO 8049:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ef1c8fa-b729-4f35-8d7b-7adc41825cb4/iso-8049-1988>

Numéro de référence  
ISO 8049: 1988 (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 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 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 8049 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*.

ISO 8049:1988  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ef1c8fa-b729-4f35-8d7b-7adc41825cb4/iso-8049-1988>

Les annexes A, B et C de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

# Ferro-nickel en grenailles — Échantillonnage pour analyse

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode d'échantillonnage de lots de ferro-nickel en grenailles tels qu'ils sont décrits dans l'ISO 6501, dans les cas où les lots sont constitués, soit coulée par coulée, soit par reprise sur stock homogénéisé.

L'objectif est de déterminer des teneurs en différents éléments :

- soit sur pastilles massives par méthodes physiques d'analyse (fluorescence X ou analyse spectrale d'émission en particulier);
- soit sur copeaux, par voie sèche (carbone, soufre) ou par voie chimique (autres éléments).

## 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 de cette norme, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette 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 513 : 1975, *Application des carbures métalliques pour usinage par enlèvement de copeaux — Désignation des groupes principaux d'enlèvement de copeaux et des groupes d'application.*

ISO 3855 : 1977, *Fraises — Nomenclature.*

ISO 4957 : 1980, *Aciers à outils.*

ISO 6352 : 1985, *Ferro-nickel — Dosage du nickel — Méthode gravimétrique à la diméthylglyoxime.*

ISO 6501, *Ferro-nickel — Conditions techniques de livraison.*

## 3 Présentation et conditionnement du produit

Dimension des grains : comprise entre 2 et 50 mm

Tonnage des lots : supérieur ou égal à 5 t

Dans le cas des lots constitués par reprise sur stock homogénéisé, la fourchette  $k$  à  $(k + n)$  % concernant les teneurs en nickel des coulées mélangées peut être choisie avec

$$15 < k < 50$$

$$1 < n < 5$$

$$16 < k + n < 60$$

Le ferro-nickel en grenailles est généralement livré en vrac, conditionné, soit en camions, soit en conteneurs, soit en wagons dont les masses contenues sont généralement comprises entre 5 et 30 t (pour les wagons jusqu'à 60 t).

Ce matériau peut également être livré en fûts (par exemple, de masse contenue 250 kg).

## 4 Principe

Dans une coulée unique, l'homogénéité intergrain est, en pratique, assurée. Il est donc très facile d'obtenir à l'aide d'un petit nombre de «prélèvements primaires», un «échantillon primaire» représentatif.

Dans le cas d'un lot homogénéisé composé de plusieurs coulées, il faut réaliser un plus grand nombre,  $N_p$ , de prélèvements primaires; l'ensemble constitue toujours l'échantillon primaire.

Après homogénéisation et divisions en masse de l'échantillon primaire, on obtient un «échantillon intermédiaire» de masse raisonnable pour être envoyé au laboratoire. Le traitement de cet échantillon intermédiaire permet d'obtenir un «échantillon secondaire» qui sera fractionné en  $N_s$  «prélèvements secondaires» ne dépassant pas, pour chacun d'eux, la masse de 1 kg. Chacun de ces prélèvements secondaires est refondu dans des conditions adéquates pour qu'il n'y ait pas de variation de composition, dans le but d'obtenir  $N_s$  lingotins homogènes<sup>2)</sup> (homogénéité intra-lingotin).

1) Le cas des lots non homogénéisés (dans ce cas,  $n < 1$ ) n'est pas traité dans la présente Norme internationale.

2) Il est généralement admis que 1 kg est la masse maximale qu'un four de laboratoire peut refondre dans les conditions requises. D'après la distribution granulométrique des grenailles, il est souvent nécessaire que l'échantillon secondaire dépasse 1 kg pour être représentatif; d'où la fusion de plusieurs lingotins. Voir la justification statistique dans l'annexe A.

Ces lingotins sont soit utilisés pour analyse par méthode physico-chimique, soit usinés pour obtention de copeaux servant à des analyses chimiques. (Cette procédure est résumée dans le schéma de la figure A.1 de l'annexe A.)

## 5 Prélèvement de l'échantillon primaire, puis obtention de l'échantillon intermédiaire

### 5.1 Lots homogénéisés

#### 5.1.1 Prélèvement sur manipulation en vrac dans le cas où il existe une installation adéquate de prélèvement

Ceci peut se faire, par exemple, par déversement des grenailles dans une trémie et reprise par un transporteur à bande. En aval de la chute de ce transporteur, on peut

- soit avoir une véritable installation d'échantillonnage respectant les règles de l'art de l'échantillonnage des matières morcelées (par exemple un échantillonneur traversier);
- soit effectuer des prélèvements régulièrement espacés à l'aide d'une pelle mécanique dont on utilise le godet pour intercepter le jet de grenailles de façon représentative.

La masse de chaque prélèvement primaire ne doit pas être inférieure à 20 kg et est généralement comprise entre 20 et 50 kg.

Le nombre minimum de prélèvements primaires  $N_p$  à réaliser figure dans le tableau 1.

L'échantillon primaire ainsi obtenu doit ensuite être divisé en masse, en vue d'obtenir un échantillon intermédiaire d'une masse raisonnable pour le transport au laboratoire et le traitement ultérieur, par exemple entre 20 et 50 kg.

Ceci peut se réaliser avec des appareils automatiques (diviseurs rotatifs par exemple) de dimensions convenables vis-à-vis de la granulométrie des grains manipulés.

À défaut, il faut réaliser manuellement des homogénéisations suivies de divisions en masse à partir de l'ensemble du prélèvement primaire mis en tas. Le pelletage alterné est le meilleur moyen de réaliser ces successions d'opérations. Il est recommandé d'utiliser des pelles à bords latéraux nettement relevés afin d'éviter au mieux l'écoulement de la matière pendant le pelletage (type «pelle à charbon»).

Par exemple, on conservera le contenu d'une pelle sur cinq (ou un chiffre inférieur à cinq) en tournant régulièrement autour du tas et on répètera un nombre de fois suffisant les opérations pour l'obtention d'un échantillon intermédiaire compris entre 20 et 50 kg.

#### 5.1.2 Prélèvement sur manipulation en vrac dans le cas où il n'existe pas d'installation adéquate de prélèvement

On est alors obligé de manipuler manuellement chaque entité que l'on veut contrôler (camion, wagon, conteneur, etc.) par pelletage alterné. Le nombre d'entités à contrôler est le nombre  $N_p$  du tableau 1 ou le nombre total d'entités s'il est inférieur à  $N_p$ <sup>1)</sup>

A titre d'exemple, pour un camion de 20 t déchargé sur le sol, le traitement manuel pourra être

- pelletage des 20 t en gardant 1 pelle sur 5
- pelletage des 4 t obtenues en gardant 1 pelle sur 5
- pelletage des 800 kg obtenus en gardant 1 pelle sur 5
- pelletage des 160 kg obtenus en gardant 1 pelle sur 5
- envoi au laboratoire des 32 kg obtenus

Dans cet exemple, on obtient un échantillon intermédiaire pour l'entité contrôlée.

Si on contrôle plusieurs entités, issues d'un même lot, on peut mélanger les échantillons intermédiaires de chaque entité et refaire des divisions en masse jusqu'à obtention d'un échantillon intermédiaire représentant le lot. Dans ce cas, l'échantillon intermédiaire par entité contrôlée peut être réduit dans la fourchette 10 à 20 kg.

Tableau 1 — Nombre minimum de prélèvements primaires à réaliser

Nombre de prélèvements primaires $N_p$	Tonnage	Étendue de la fourchette $n$ de teneurs en nickel				
		$n \leq 1$	$1 < n < 2$	$2 \leq n < 3$	$3 \leq n < 4$	$4 \leq n \leq 5$
5 à 50		5	10	15	20	30
50 à 200		7	12	17	22	35
200 à 500		10	15	20	25	40
500 à 2 500		15	20	25	30	45
Nombre de prélèvements secondaires $N_s$ <sup>1)</sup>		1	2	3	4	5

1) Ceci indique le nombre de lingotins à refondre dans l'hypothèse de 1 kg par lingotin. (Si la masse maximale que l'on peut refondre est  $1/x$  kg, le nombre de lingotins à refondre est :  $x \cdot N_s$ .)

1) On peut, pour cela, appliquer les règles de prélèvements au hasard de l'annexe B.

### 5.1.3 Prélèvement sur un lot conditionné en fûts

Le nombre de fûts sur lesquels des prélèvements doivent être faits est le nombre  $N_p$  du tableau 1 ou le nombre total de fûts s'il est inférieur à  $N_p$ .<sup>1)</sup>

On prélève ensuite, au minimum, 1 kg de grenailles par fût sélectionné, ou plus si cela est nécessaire, pour obtenir une masse supérieure à 20 kg et, généralement, comprise entre 20 et 50 kg.

Si on admet que le contenu des fûts est homogène, on peut se contenter de prélever à la surface de chaque fût. Si on ne l'admet pas, il est nécessaire de vider les fûts et de prélever par pelletage alterné.

### 5.2 Cas particulier d'un lot constitué d'une seule coulée

L'homogénéité inter-grain étant assurée, il suffit de prélever la quantité minimale de matière permettant de refondre un lingotin (1 kg par exemple).

Si on désire prendre une garantie supplémentaire, on peut réaliser un petit nombre de prélèvements primaires (soit prélèvement sur lot en vrac, soit sélection de fûts), par exemple 3 à 5, les homogénéiser et, par division en masse, obtenir un échantillon intermédiaire de 5 à 10 kg.

Si on n'admet pas, *a priori*, que le lot est constitué d'une seule coulée, on doit appliquer une des procédures décrites en 5.1.

## 6 Traitement de l'échantillon intermédiaire et obtention de l'échantillon secondaire

Il est pratiqué, en général, dans l'atelier d'échantillonnage du laboratoire.

### 6.1 Lot homogénéisé

L'échantillon intermédiaire est homogénéisé, puis divisé en masse, de préférence à l'aide d'un diviseur à couloirs de dimensions adéquates<sup>2)</sup> ou, à défaut, par pelletage alterné, jusqu'à obtention d'une masse égale ou légèrement supérieure à celle qui est exprimée en kilogrammes sur la dernière ligne du tableau 1; dans ce tableau,  $N_s$  est le nombre de lingotins à refondre quand on peut fondre 1 kg de matière en une seule opération. (Si les fusions se font par masse de  $1/x$  kg, le nombre de lingotins à refondre est:  $x \cdot N_s$ .)

La masse définie par la règle ci-dessus est celle qui doit être refondue et doit participer à une analyse que l'on veut représentative. Si on désire garder une souche ou un second échantillon secondaire non refondu, il faut mettre de côté la quantité de matière correspondante lors des divisions en masse.

1) En général, le conditionnement par fûts se pratique pour des lots de faible tonnage. C'est donc le plus souvent la première ligne du tableau qui s'applique.

2) La largeur des couloirs doit être, au minimum, égale à trois fois le diamètre moyen des plus grosses grenailles.

### 6.2 Lot constitué d'une seule coulée

Il suffit, pour être représentatif, d'obtenir un lingotin de masse comprise entre 250 et 1 000 g. Ceci se réalise par homogénéisation et division en masse à partir de l'échantillon intermédiaire fourni en 5.2 jusqu'à obtention de la masse nécessaire pour la refusion.

## 7 Refusion de l'échantillon secondaire

Elle doit se faire dans des conditions telles qu'il n'y ait aucune variation de teneur (soit pour Ni, soit pour les impuretés à contrôler) ni pendant la fusion, ni pendant la coulée de l'éprouvette finale (pastilles, rondelles, lingotins).

En pratique, la fusion doit être réalisée par chauffage à induction pour être rapide et se fait, généralement, sous protection d'argon. L'échantillon fondu peut être refroidi et solidifié dans le creuset de fusion lui-même du moment que ceci se fait toujours sous protection d'argon. Cependant, il est nettement meilleur de réaliser, après la fusion, une coulée par centrifugation qui assure :

- une homogénéité excellente de l'éprouvette obtenue grâce à un brassage du métal liquide pendant sa projection dans le moule;

- une constance dans la structure cristalline obtenue qui est favorable pour l'obtention d'une bonne répétabilité des mesures pour méthodes physiques d'analyse. Il est souhaitable de maintenir la protection sous argon pendant la centrifugation.

Il est conseillé d'ajouter un additif pour calmage aux grenailles à refondre (par exemple, des copeaux d'aluminium dans la proportion de 1 à 2 g/kg). Bien entendu, on pourra tenir compte de la dilution ainsi subie par l'échantillon pour corriger la teneur en nickel trouvée lors de l'analyse finale.

## 8 Utilisation des lingotins (prélèvements secondaires)

**8.1** Les lingotins obtenus sont tronçonnés près de leur base pour obtention d'une pastille, par exemple de 15 à 20 mm d'épaisseur.

Ces pastilles sont utilisées, chacune, pour les analyses réalisées par voie physique et la moyenne des analyses est calculée.

**8.2** On peut également prélever par perçage ou, de préférence, par fraisage, des copeaux sur la partie restante des lingotins. Les copeaux provenant de tous les lingotins sont conditionnés en vue d'analyses par voie sèche (soufre et carbone) ou par voie chimique (pour les autres éléments).

### 8.2.1 Précautions à prendre lors de l'usinage pour prélèvement de copeaux

L'usinage (de préférence par fraisage) doit être mené de façon à n'introduire aucune pollution des copeaux (ni par usure des outils de coupe, ni par des poussières ou graisses). En particulier, le travail doit être réalisé à sec.

Pour les conditions techniques détaillées d'usinage, voir l'annexe C.

Certains types de ferro-nickels sont d'une très grande dureté, ce qui nécessite de sélectionner très soigneusement des outils de coupe adéquats ainsi que leurs conditions d'utilisation.

En général, l'usinage sera facilité si on réalise un recuit préalable du lingotin.

### 8.2.2 Traitement des copeaux

#### 8.2.2.1 Lavage

Quand on craint une pollution en surface des copeaux (par des lubrifiants, des poussières, etc. inévitablement présents lors de tout travail sur machine-outil), il est vivement recommandé de laver les copeaux deux fois à l'acétone pure (ou une fois à l'acétone plus une fois à l'éther pur).

Le solvant est égoutté, puis évaporé à l'air et l'échantillon est séché, au minimum pendant 0,5 h, dans une étuve réglée entre 100 et 110° C.<sup>1)</sup>

#### 8.2.2.2 Broyage

Si les copeaux proviennent d'un seul lingotin et du fait que chaque lingotin coulé est très homogène, il n'est pas nécessaire de broyer les copeaux obtenus.<sup>2)</sup>

Si plusieurs lingotins ont été coulés, il est utile, quand cela est possible, de broyer les copeaux dans le but de mieux réaliser l'homogénéisation des copeaux provenant des différents lingotins.

En pratique, la possibilité de les broyer dépend

- de la teneur en nickel; si celle-ci dépasse 35 %, l'alliage devient ductile et se broie très peu;
- des teneurs en impuretés (surtout en carbone). Les ferro-nickels à haut carbone se broient beaucoup plus fins que les ferro-nickels à bas carbone.

Dans le cas des ferro-nickels pouvant être broyés, on utilisera un broyeur adapté, n'introduisant pas de pollution en fer. Les vibro-broyeurs de laboratoire utilisés pendant une durée comprise entre 10 et 30 s conviennent; il est souhaitable que le récipient de broyage soit en carbure de tungstène ou, à défaut, en acier spécial anti-usure (tous les appareils de type broyeur à boulets ou à barres sont à proscrire).

Dans le cas des ferro-nickels à teneur en nickel inférieure à 35 %, on obtient normalement, avec 30 s de broyage, une finesse telle que la quasi totalité de la matière peut, en cas de tamisage, passer à travers

- un tamis à 2,5 mm d'ouverture de maille (8 mesh) pour les ferro-nickels bas carbone (LC);
- un tamis à 0,8 mm d'ouverture de maille (20 mesh) pour les ferro-nickels moyen et haut carbone (MC et HC).

#### 8.2.2.3 Homogénéisation et flaconnage

Quand les copeaux proviennent de plusieurs lingotins, il est nécessaire de les homogénéiser (homogénéiseur mécanique ou pelletages alternés répétés ou plusieurs passages au diviseur à lames en gardant la totalité de la matière, etc.).

L'échantillon est fractionné en plusieurs portions à l'aide d'un diviseur à couloirs ou d'un répartiteur d'échantillons. Le nombre de fractions dépendra du nombre d'échantillons pour analyse que désire conserver chaque intéressé. La répartition minimale sera

- 1 pour l'acheteur,
- 1 pour le fournisseur,
- 1 pour l'arbitre,
- 1 en réserve.

Pour les ferro-nickels de la catégorie bas carbone (LC), l'ensemble des manipulations doit se faire de façon à éviter toute pollution par du carbone (aucun contact avec papier, carton, caoutchouc, liège ou plastique; on peut utiliser des matériels métalliques et des feuilles d'aluminium).

Les mêmes précautions sont à respecter pour le flaconnage.

Pour les ferro-nickels à moyen et haut carbone (MC et HC), les échantillons peuvent être stockés dans des flacons en verre, en aluminium, etc. ou dans des sachets en polyéthylène de forte épaisseur et de qualité lourde.

1) L'utilisation de solvants organiques purs, puis leur élimination très poussée sont nécessaires pour le dosage ultérieur des éléments carbone et soufre sur certains appareils automatiques utilisant des techniques instrumentales par voie sèche.

2) Ceci est d'autant plus vrai que les copeaux sont plus fins. On peut les obtenir plus fins par fraisage que par perçage.

## Annexe A (informative)

### Justification des nombres de prélèvements primaires et secondaires

#### A.1 Considérations générales

Les raisonnements présentés ici s'appliquent au cas des lots homogénéisés.

La définition du produit est rappelée au chapitre 3 de la présente Norme internationale.

La procédure qui a été adoptée découle, tout d'abord, des constatations préliminaires suivantes :

a) excellente homogénéité à l'intérieur d'une coulée grenailée. On ne détecte de variation de teneur (pour le nickel et les différentes impuretés : carbone, cobalt, chrome, soufre, silicium, ...), ni entre les grenailles d'une même tranche granulométrique, ni entre les différentes tranches granulométriques dans une coulée;

b) les répartitions granulométriques peuvent varier sensiblement entre les différentes coulées rassemblées dans un lot homogénéisé;

c) il est possible de refondre des grenailles de ferro-nickel sous argon sans variation de teneur en nickel, cobalt, chrome, silicium, soufre, etc. Cependant, il a été constaté de légères diminutions des teneurs en carbone.

Dans la pratique, la capacité maximale connue pour des fours assurant cette refusion est de 1 kg et c'est bien sur cette base qu'ont été choisies les valeurs numériques de  $N_s$  qui figurent dans le tableau 1.

L'étude a été menée essentiellement vis-à-vis de la teneur en nickel qui est, de loin, celle sur laquelle on recherche la plus grande précision.

#### A.2 Schéma général

Le principe général adopté est résumé dans le schéma de la figure A.1.

Les notations employées sont les suivantes :

$N_p$  est le nombre de prélèvements primaires.

$V_p$  est la variance primaire estimant la dispersion des teneurs en nickel entre les prélèvements primaires.

Cette variance estime donc la légère hétérogénéité qui peut être éventuellement constatée sur l'ensemble du lot lors de son déchargement à l'arrivée chez l'acheteur.

Par nature, cette grandeur est une variance d'intégration (nulle, si l'homogénéité est parfaite entre les prélèvements

primaires). Cette grandeur n'est, en général, pas calculable à partir d'un schéma théorique. On se contente de faire des observations empiriques lors de déchargements de lots.

$N_s$  est le nombre de prélèvements secondaires. C'est le nombre de lingotins refondus.

$V_s$  est la variance secondaire estimant la dispersion des teneurs en nickel entre les prélèvements secondaires (masse < 1 kg).

La nature fractionnée de cette matière (grenailles) et le fait que l'on mélange des coulées sélectionnées à l'intérieur d'une fourchette définie de teneur en nickel fait qu'une masse minimale de matière homogénéisée doit être conservée pour l'obtention d'une représentativité donnée de l'échantillon secondaire.

Par nature, cette grandeur est une variance fondamentale (subsiste dans toute matière morcelée subissant des variations de teneurs entre morceaux même si l'homogénéisation est parfaite).

Il existe des modèles mathématiques qui permettent de calculer cette grandeur. L'application aux lots de ferro-nickels conduit généralement à l'obligation de conserver une masse supérieure à 1 kg. Ceci est la raison principale qui conduit à refondre plusieurs lingotins et donc à chiffrer  $N_s$  et  $V_s$ .

$V_e$  est la variance d'échantillonnage

On a :

$$V_e = \frac{V_p}{N_p} + \frac{V_s}{N_s} \quad \dots (1)$$

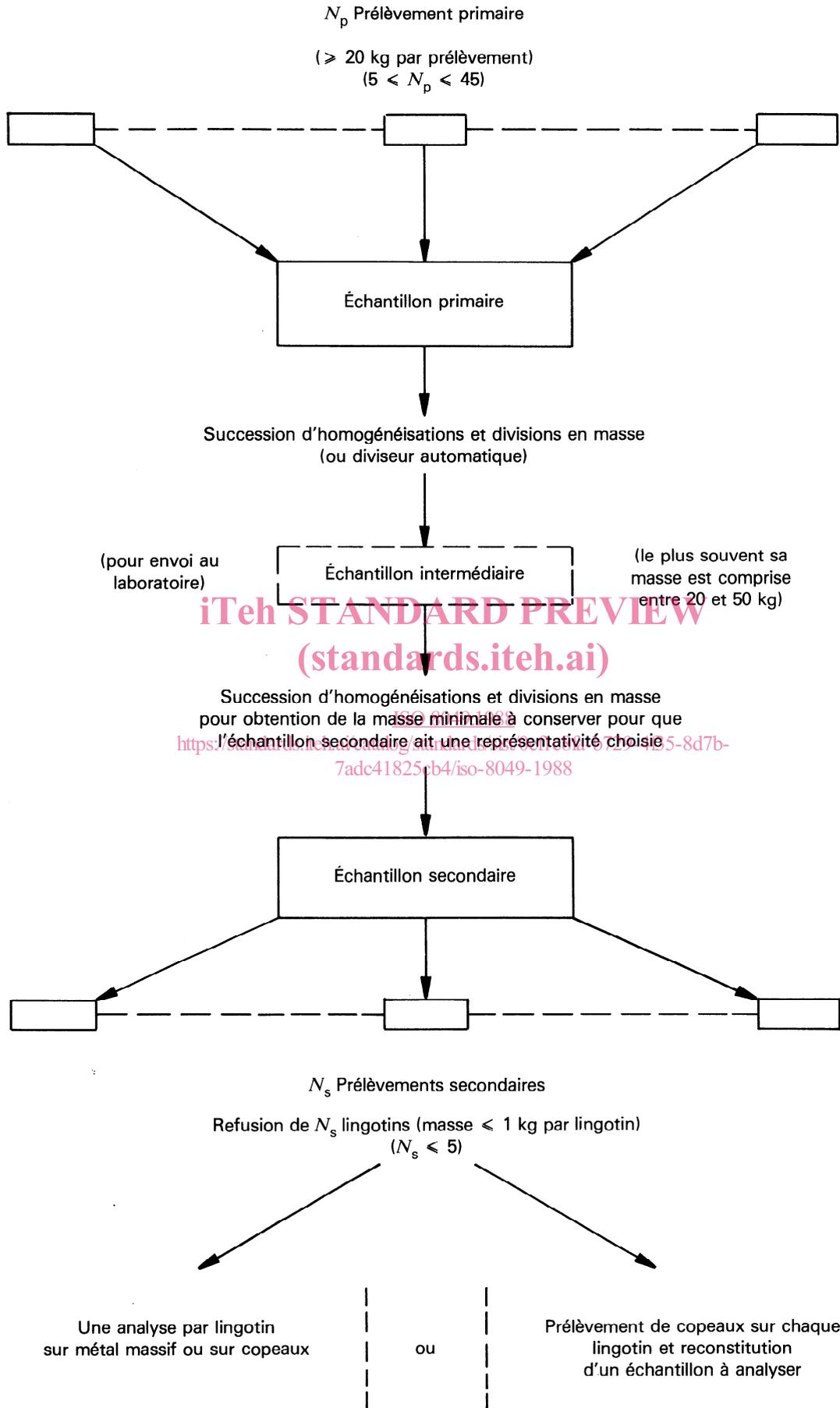
NOTE — L'échantillon intermédiaire n'intervient pas dans le principe de la procédure. En effet, il ne s'agit que d'un échantillon parmi les échantillons manipulés au cours de la succession des homogénéisations et divisions en masse; il est choisi avec une masse raisonnable pour le transport entre le lieu de prélèvement primaire dans l'usine et le laboratoire.

Si l'on pratique une analyse par lingotin refondu :

$$V_{Ni} = \frac{V_p}{N_p} + \frac{V_s}{N_s} + \frac{V_r}{N_s} + V_A + V_L \quad \dots (2)$$

où

$V_{Ni}$  est la variance de teneur en nickel sur l'ensemble des opérations «échantillonnage et analyse» quand plusieurs laboratoires se comparent;



iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/standards/ISO/ISO-8049-1988/7adc41825cb4/iso-8049-1988>

Figure A.1 – Schéma général des prélèvements

$V_r$  est la variance de répétabilité analytique<sup>1)</sup>;

$V_A$  est la variance de fluctuation interanalyste (analytique)<sup>1)</sup>;

$V_L$  est la variance de fluctuation interlaboratoire (analytique)<sup>1)</sup>.

### A.3 Estimation de la variance primaire

Des observations ont été pratiquées par certains producteurs soit au départ de l'usine de production, soit lors de la livraison chez des clients.

Même dans le cas où  $n = 5$  (fourchette maximale de teneur en nickel), il a été constaté des valeurs toujours très faibles pour  $V_p$ .

La valeur  $V_p = 0,01$  pour  $n = 5$  a été retenue, ce qui est nettement supérieur à toutes les observations concrètes rassemblées. C'est donc une valeur de sécurité.

De plus, il a été admis que la limite supérieure adoptée pour  $V_p$  pouvait diminuer quand  $n$  diminue.

Là encore, par prudence, il a été admis une faible décroissance de la valeur de  $S_p = \sqrt{V_p}$  selon le tableau A.1.

Tableau A.1 — Variation de  $S_p$

$n$	$S_p = \sqrt{V_p}$	$V_p$
1	0,06	0,003 6
2	0,07	0,004 9
3	0,08	0,006 4
4	0,09	0,008 1
5	0,10	0,010 0

Cette variance est de la forme

$$V_c = \frac{(n + 2\varepsilon)^2}{\alpha} \times \frac{M - N}{M - 1} \quad \dots (3)$$

où

$\varepsilon$  est la valeur numérique estimant l'incertitude qui peut être commise sur le dosage du nickel d'une coulée, ce qui fait que la fourchette définie par  $k$  à  $(k + n)$  % prévue pour constituer le lot homogénéisé s'étend, en pratique, de  $(k - \varepsilon)$  à  $(k + n + \varepsilon)$  %. La fourchette théorique est d'étendue  $n$ . La fourchette pratique est d'étendue  $n + 2\varepsilon$ ;

$M$  est le nombre total de grenailles dans le lot;

$N$  est le nombre de grenailles dans l'échantillon primaire;

$\alpha$  est le coefficient dont les valeurs numériques ont été calculées dans trois hypothèses de répartition des teneurs en nickel à l'intérieur de la fourchette. Ces hypothèses sont les suivantes :

hypothèse 1 (cas le plus défavorable) : la moitié des coulées se situe sur la limite inférieure  $(k - \varepsilon)$  % et l'autre moitié sur la limite supérieure  $(k + n + \varepsilon)$  % :  $\alpha = 4$ ,

hypothèse 2 (cas moins défavorable) : les teneurs, coulée par coulée, se répartissent uniformément entre les deux limites :  $\alpha = 12$ ,

hypothèse 3 (cas plus favorable) : répartition gaussienne de moyenne située au milieu de la fourchette et d'écart-type = 1/6 de la fourchette :  $\alpha = 36$ .

En pratique, dans le cas des grenailles, un producteur centre sa production sur une teneur visée pour les coulées qui vont constituer le lot homogénéisé et l'hypothèse d'une répartition gaussienne est logique. Pour les grenailles, l'hypothèse 2 reste donc une hypothèse défavorable.

### A.4 Estimation de la variance secondaire

Les principales conclusions tirées d'un modèle mathématique d'estimation de cette variance fondamentale sont les suivantes :

**A.4.1** Le fait de mélanger des coulées à spectres granulométriques et teneurs en nickel différents est sans incidence sur la valeur de la variance fondamentale si la teneur en nickel n'est pas corrélée à la masse de chaque grenaille.

#### A.4.2 Estimation de la variance inter-coulées $V_c$

Il s'agit de la variance qui estime les variations dues uniquement aux différences de teneur en nickel entre les coulées (sans prendre en compte le caractère granulaire de la matière).<sup>2)</sup>

#### A.4.3 Estimation de la masse de l'échantillon secondaire nécessaire pour obtenir une incertitude visée (erreur fondamentale)

Le nombre  $N$  de grenailles à prélever pour obtenir une incertitude caractérisée par l'écart-type  $s_S$  est donné par l'expression :

$$N = \frac{(1 + \varrho_m^2) V_c}{s_S^2} + \varrho_m^2 \quad \dots (4)$$

où le paramètre  $\varrho_m$  représente le coefficient de variation de la masse  $m$  des grenailles. Ce paramètre, qui disparaîtrait si toutes les grenailles étaient de même masse ( $\varrho_m = 0$ ), intervient pour rendre compte du fait que la variance d'échantillonnage est

1) Pour la signification précise de  $V_r$ ,  $V_A$ ,  $V_L$ , voir annexe B de l'ISO 6352.

2) On est alors dans le même cas que pour l'échantillonnage des ferro-nickels en lingots ou en morceaux traités dans l'ISO 8050.

fonction de l'hétérogénéité granulométrique du produit, la présence de grosses particules à côté de plus petites ayant, sur la variance fondamentale, une influence défavorable pour un nombre total  $N$  donné de particules dans l'échantillon.

La représentation log-normale de la courbe granulométrique (c'est-à-dire de la proportion cumulée de passant — ou de refus — sur échelle normale en fonction de la dimension des grains sur échelle logarithmique) permet d'estimer la quantité  $(1 + \varrho_m^2)$  ainsi que  $\tilde{m}$  et  $\sigma_{\ln m}$ <sup>1)</sup> qui interviennent dans l'expression suivante de la masse moyenne des grains :

$$E(m) = \tilde{m} \exp \left( - \frac{\sigma_{\ln m}^2}{2} \right) \quad \dots (5)$$

En effet, la masse  $\tilde{m}$  de particules telle que les particules de masse inférieure à  $\tilde{m}$  représentent ensemble 50 % de la masse du produit — et donc, corrélativement, que les particules de masse supérieure à  $\tilde{m}$  représentent aussi 50 % de la masse totale — se déduit de la dimension de coupure définissant les mêmes proportions; de même,  $\sigma_{\ln m}$  écart-type du logarithme népérien des masses des grenailles se déduit de la pente de la courbe granulométrique.

Enfin,  $(1 + \varrho_m^2)$  se déduit de  $\sigma_{\ln m}$  au moyen de la relation

$$1 + \varrho_m^2 = \exp (\sigma_{\ln m}^2)$$

Des équations (4) et (5), on tire la masse  $M_e$  de l'échantillon de grenailles nécessaire pour parvenir à une représentativité donnée de l'échantillon secondaire.

$$M_e = N \cdot E(m) \quad \dots (6)$$

Soit

$$M_e = \tilde{m} \left( \frac{(1 + \varrho_m^2) V_c}{s_S^2} + \varrho_m^2 \right) \exp \left( - \frac{\sigma_{\ln m}^2}{2} \right) \quad \dots (6a)$$

Inversement, on peut exprimer  $s_S^2$  en fonction de  $M_e$  à partir de l'équation (6 a). Dans la mesure où  $s_S^2$  est petit devant  $V_c$  — ce qui est généralement le cas — on peut négliger le second terme du second membre de l'équation (4)<sup>2)</sup> et obtenir ainsi une relation de la forme

$$s_S^2 = \frac{\text{Constante}}{M_e} \quad \dots (7)$$

les paramètres  $\tilde{m}$ ,  $\sigma_{\ln m}$ ,  $\varrho_m$  et  $V_c$  étant, en effet, des constantes caractéristiques du produit échantillonné.

Quelle que soit l'approximation faite, on déduit en tout cas de l'équation (6 a) de  $M_e$  et de la masse  $M_1$  d'un lingotin obtenu par fusion le nombre de tels lingotins nécessaires :

$$N_s = \frac{M_e}{M_1} \quad \dots (8)$$

Le rapport  $M_e/M_1$  étant évidemment arrondi ici à l'unité supérieure.

### A.5 Exemples d'applications numériques

Le tableau A.2 chiffre des variations de la variance inter-coulées  $V_c$ .

Le tableau A.3 chiffre des valeurs de  $N$  et  $M_e$  dans une gamme assez large d'hypothèses.

Les nombres de prélèvements  $N_p$  et  $N_s$  qui figurent dans le tableau A.1 sont déduits des valeurs numériques suivantes :

$$V_c = \frac{(n + 2\varepsilon)^2}{24}$$

Tableau A.2 — Variations de la variance inter-coulées  $V_c$

		Hypothèse de distribution des teneurs des coulées dans la fourchette d'un lot Teneurs en nickel			
		Répartition à égalité sur les deux limites	Répartition uniforme dans la fourchette	Répartition intermédiaire	Répartition gaussienne avec 6 écarts-types de $(k - \varepsilon)$ à $(k + n + \varepsilon)$
$\varepsilon = 0,10$	$V_c =$	$\frac{(n + 2\varepsilon)^2}{4}$	$\frac{(n + 2\varepsilon)^2}{12}$	$\frac{(n + 2\varepsilon)^2}{24}$	$\frac{(n + 2\varepsilon)^2}{36}$
	$n = 1$	0,360	0,120	0,060	0,040
	$n = 2$	1,210	0,403	0,202	0,134
	$n = 3$	2,560	0,853	0,426	0,284
	$n = 4$	4,410	1,470	0,735	0,490
	$n = 5$	6,760	2,253	1,127	0,751

1)  $\ln m$  = logarithme népérien de  $m$ .

2) Autrement dit, dans ce cas,  $\varrho_m^2$  est négligeable devant  $\frac{(1 + \varrho_m^2) V_c}{s_S^2}$

Tableau A.3 – Variations des valeurs  $N$  et  $M_e$

Étendue de la fourchette Ni	Hypothèse granulométrique	Distribution des teneurs Ni dans la fourchette							
		$V_c = \frac{(n + 2\varepsilon)^2}{4}$		$V_c = \frac{(n + 2\varepsilon)^2}{12}$		$V_c = \frac{(n + 2\varepsilon)^2}{24}$		$V_c = \frac{(n + 2\varepsilon)^2}{36}$	
		$N$	$M_e$ (kg)	$N$	$M_e$ (kg)	$N$	$M_e$ (kg)	$N$	$M_e$ (kg)
$n = 1$	G-1	475	0,636	160	0,214	81	0,109	55	0,073
	G-2	740	1,68	249	0,566	127	0,288	86	0,194
	G-3	614	3,34	207	1,12	105	0,571	71	0,387
$n = 2$	G-1	1590	2,13	531	0,712	267	0,358	178	0,239
	G-2	2477	5,62	828	1,90	417	0,947	278	0,631
	G-3	2055	11,18	687	3,74	346	1,88	231	1,25
$n = 3$	G-1	3 361	4,50	1 119	1,50	559	0,749	375	0,502
	G-2	5 237	11,89	1 748	3,97	875	1,99	585	1,33
	G-3	4 345	23,64	1 450	7,89	726	3,95	485	2,64
$n = 4$	G-1	5 788	7,76	1 931	2,59	967	1,30	645	0,864
	G-2	9 018	20,47	3 009	6,83	1 506	3,42	1 006	2,28
	G-3	7 483	40,71	2 496	13,58	1 249	6,80	834	4,54
$n = 5$	G-1	8 871	11,89	2 958	3,96	1 481	1,98	988	1,32
	G-2	13 822	31,37	4 609	10,46	2 308	5,24	1 539	3,49
	G-3	11 468	62,39	3 824	20,80	1 915	10,42	1 277	6,95

$N$  = nombre de grenailles à prélever

$M_e$  = masse de l'échantillon secondaire dans le but d'avoir  $s_s = 0,05$  soit  $V_s = 0,0025$

$\varepsilon = 0,10$

Calcul réalisé dans trois hypothèses de répartition granulométrique :

G-1 : hypothèse favorable

G-2 : hypothèse normale

G-3 : hypothèse très défavorable

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 8049:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ef1c8fa-b729-4f35-8d7b-7adc41825cb4/iso-8049-1988>

soit

$$\alpha = 24^1)$$

$$1 + \alpha^2 = 4,5^2)$$

$$\varepsilon = 0,10$$

Masse par lingotin 1 kg (soit 1 000 g pour l'application numérique)

$$E(m) = 2,0 \text{ g}^2)$$

Soit

$$V_s = s_s^2 = 0,375 \times 10^{-3} (n + 0,2)^2$$

ce qui donne les valeurs indiquées dans le tableau A.4.

Sélection des nombres de prélèvements primaires et secondaires ( $N_p$  et  $N_s$ )

Tableau A.4 – Variation de  $V_s$

$n$	$V_s$	$s_s$
1	0,000 54	0,023 2
2	0,001 82	0,042 6
3	0,003 84	0,062 0
4	0,006 62	0,081 3
5	0,010 14	0,100 7

L'équation (1) du paragraphe A.2 montre que la variance d'échantillonnage, considérée pour la teneur en nickel, est de la forme

$$V_e = \frac{V_p}{N_p} + \frac{V_s}{N_s} \dots (1)$$

Si on se fixe une valeur limite à ne pas dépasser pour  $V_e$ , les valeurs connues pour la variance primaire,  $V_p$ , et la variance secondaire,  $V_s$ , permettront de déterminer des valeurs acceptables pour les nombres de prélèvements primaires,  $N_p$ , et secondaires,  $N_s$ .

1)  $\alpha = 12$  (voir A.4.2) correspond à une hypothèse défavorable dans la sélection des coulées constituant un lot, et  $\alpha = 36$  est une hypothèse normale. La valeur  $\alpha = 24$  est une valeur intermédiaire qui a été adoptée par prudence.

2) Ces valeurs numériques correspondent à une granulométrie assez grosse qui ne devrait pas être dépassée en production normale ( $d_{50} \approx 12$  mm et  $d_{95} \approx 25$  mm).