

NORME INTERNATIONALE

ISO
8050

Première édition
1988-12-01



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

Ferro-nickel en lingots ou en morceaux — Échantillonnage pour analyse

Ferronickel ingots or pieces — Sampling for analysis

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8050:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c5c64f4-215f-42a6-8a4b-2bad363064d2/iso-8050-1988>

Numéro de référence
ISO 8050:1988 (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.

(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 8050 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*.

[ISO 8050:1988](#)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c5c64f4-215f-42a6-8a4b-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c5c64f4-215f-42a6-8a4b-2bad363061d2/iso-8050-1988)

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale. Les annexes B, C et D sont données uniquement à titre d'information.

Ferro-nickel en lingots ou en morceaux — Échantillonnage pour analyse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode d'échantillonnage de lots de ferro-nickel vendus en lingots ou en morceaux, dans le but d'obtenir un échantillon de laboratoire représentatif pour la détermination de la composition chimique de chaque lot.

Selon accord entre acheteur et vendeur, il est possible de choisir entre deux procédures :

- l'une s'applique sur le lieu de production, pendant les coulées (description dans les chapitres 3 et 5).
- l'autre s'applique aux lots tels qu'ils sont livrés chez les clients¹⁾ (description dans les chapitres 4 et 5) et comporte deux variantes au niveau des prélèvements de copeaux : perçage ou fraisage.

Chacune des deux parties a la possibilité d'assister (ou de se faire représenter) aux opérations 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 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 Échantillonnage coulée par coulée chez le producteur

3.1 Prélèvement de l'échantillon primaire pendant la coulée

3.1.1 Chaque prélèvement doit être fait avec une louche et coulé dans un moule fournissant un lingotin valable pour analyse par voie chimique ou physique. En général, la géométrie utilisée est un tronc de cône; il est souhaitable que les dimensions soient comprises dans les fourchettes suivantes :

- hauteur: 100 à 140 mm
- diamètre supérieur: 35 à 50 mm
- diamètre inférieur: 30 à 40 mm

La lingotière doit permettre un refroidissement rapide de l'échantillon: gros bloc de cuivre par exemple.

Si nécessaire, l'échantillon sera calmé dans le but d'obtenir un métal sain à l'intérieur du lingotin (absence de criques ou soufflures). Le calmage le plus courant est réalisé avec de l'aluminium en fil ou copeaux à raison de 1 ou 2 g par kilogramme, par exemple.

Une hauteur importante du lingotin permet de limiter la zone des retassures dans la partie supérieure et d'obtenir un métal sain et homogène pour la moitié inférieure qui seule sera utilisée pour les analyses ultérieures. Généralement avec une hauteur de 120 mm, on peut garantir que la partie saine représente au moins 70 mm de hauteur à partir de la base.

3.1.2 En général, les lingotins prélevés sont utilisés pour analyse par méthode physique sur métal massif après découpage d'une rondelle.

1) Cette procédure peut s'effectuer chez le producteur, chez le client ou dans un lieu de transit intermédiaire, selon accord entre les parties intéressées.

Dans le but d'obtenir une précision analytique, si possible aussi bonne que par méthode chimique appliquée sur des copeaux, on doit souvent répéter plusieurs analyses sur plusieurs lingotins.

De ce fait, pendant chaque coulée, on prélèvera un nombre déterminé de lingotins de façon régulièrement espacée pendant la coulée.

Des exemples donnant le nombre de lingotins à prélever, puis à analyser, sont donnés en annexe A: celle-ci propose de prélever de quatre à huit lingotins par coulée.

Si pour une raison exceptionnelle, on ne possède pas les lingotins nécessaires pour réaliser une bonne analyse, soit par voie physique, soit après prélèvement de copeaux sur ces lingotins (lingotins n'existant plus ou lingotins défectueux par criques ou soufflures), on devra réaliser un échantillonnage sur les lingots constituant la coulée. Dans ce cas, on prélève sur la coulée cinq lingots et on continue la procédure à partir de 4.1.3^{1) 2)}.

3.2 Échantillonnage secondaire sur lingotins prélevés à la coulée

3.2.1 Tronçonnage

Chaque lingotin est tronçonné à environ 10 à 15 mm du fond (diamètre inférieur) à l'aide d'un disque de tronçonnage (par exemple en carborundum ou en corindon).

L'utilisation d'un tronçonnage sous arrosage est recommandé, car il permet de ne pas échauffer l'échantillon et de moins perturber la structure cristalline du métal.

3.2.2 Utilisation des deux parties du lingotin

3.2.2.1 La rondelle, après surfaçage adéquat de la face tronçonnée, peut servir pour une analyse physique sur métal massif (par exemple, fluorescence X ou spectrométrie d'émission).

Pour le nombre de lingotins à analyser et le nombre de déterminations par lingotin, voir annexe A.

3.2.2.2 Le restant du lingotin peut être utilisé pour prélèvement de copeaux suivant une des deux techniques ci-dessous:

a) Par perçage

La face fraîchement tronçonnée étant placée vers le haut, le perçage est effectué sur une profondeur telle que l'on

n'atteigne pas la zone des retassures située sur la partie haute du lingotin (diamètre supérieur).

On peut admettre qu'il est prudent de se limiter à un perçage sur 50 mm de profondeur. En utilisant un diamètre de perçage de 20 mm, on obtiendra plus de 100 g de copeaux.

Il est nécessaire de récupérer tous les copeaux.

Un montage similaire à celui de la figure 1 peut être utilisé dans ce but; il est particulièrement adapté au cas où l'on utilise un foret à trou d'huile alimenté à l'air comprimé (voir annexe D, chapitre D.6.3). Ce montage doit être réalisé avec des matériaux ne pouvant pas polluer les copeaux obtenus. Les conditions techniques préconisées pour le perçage sont décrites dans l'annexe D.

b) Par fraisage

La surface conique adjacente à la face fraîchement tronçonnée doit être décapée avec une meule, par exemple en corindon (oxyde d'aluminium) ou en carborundum. Le fraisage est ensuite effectué sur environ 20 mm de profondeur à partir de la face tronçonnée, ce qui permet d'obtenir environ 100 g de fraises.

Il est nécessaire de récupérer tous les copeaux.

Les conditions techniques préconisées pour le fraisage sont décrites dans l'annexe D.

Les copeaux obtenus par une des deux techniques ci-dessus, sur le nombre de lingotins choisis, sont rassemblés pour constituer l'échantillon secondaire qui est alors traité selon la procédure décrite au chapitre 5 pour aboutir à l'échantillon final de laboratoire.

4 Échantillonnage d'un lot de lingots ou de morceaux

4.1 Prélèvement des lingots ou des morceaux

4.1.1 Cas où le lot est constitué d'une seule coulée

On applique la procédure indiquée en remarque à la fin de 3.1 (prélèvement de 5 lingots ou morceaux en respectant les règles du prélèvement au hasard).

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

2) Il suffit d'un très petit nombre de lingots représentatifs de la coulée, car la variance interlingot des teneurs dans une coulée unique est très faible (voir annexe C).

4.1.2 Cas où le lot est constitué à partir de plusieurs coulées

Le nombre minimal *N* de lingots ou morceaux à prélever est donné par les règles suivantes¹⁾:

Si le tonnage du lot est compris entre 5 et 80 t

$$N = 50$$

Si le tonnage du lot est compris entre 80 et 500 t

$$N = 54 - \frac{T}{20}$$

où *T* est la masse du lot exprimée en tonnes.

Ces règles sont illustrées par le tableau 1.

Tableau 1 — Nombre de lingots ou morceaux à prélever en fonction du tonnage du lot

| Tonnage <i>T</i> de ferro-nickel <i>t</i> | Nombre <i>N</i> de lingots ou morceaux à prélever |
|--|--|
| 5 à 80 | 50 |
| 100 | 49 |
| 140 | 47 |
| 200 | 44 |
| 240 | 42 |
| 300 | 39 |
| 340 | 37 |
| 400 | 34 |
| 440 | 32 |
| 500 | 29 |
| 500 à 1 000 | 29 |

Par convention entre fournisseur et acheteur, le nombre de lingots ou morceaux peut être augmenté.

Les règles de prélèvement au hasard doivent être respectées. Pour qu'il en soit ainsi dans les différents cas de livraison, on peut appliquer la procédure donnée en annexe B.

4.1.3 La surface de chaque lingot ou morceau prélevé doit être nettoyée soigneusement par lavage, brossage ou essuyage, de façon à éliminer toute souillure étrangère au métal (terres, poussières, huile, etc.).

Les lingots ou morceaux ainsi prélevés constituent l'échantillon primaire.

4.2 Prélèvement de copeaux sur les lingots ou sur les morceaux

Ce prélèvement est réalisé soit par perçage, soit par fraisage. Ces opérations doivent être menées 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 D.

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.

Pour les ferro-nickels durs, il peut être utile d'effectuer un traitement thermique de recuit sur pièce massive (lingot, fraction de lingot, morceau). Le prélèvement des copeaux est ensuite grandement facilité (voir détails en annexe D, chapitre D.2).

4.2.1 Perçage

A l'aide d'un foret, soit en acier rapide haute résistance, soit en carbure de tungstène, perforer chaque lingot en un point jusqu'à mi-épaisseur, alternativement à partir de la face supérieure puis de la face inférieure pour le lingot suivant.

Il est conseillé d'utiliser un foret de diamètre compris entre 12 et 20 mm, le choix le plus courant étant de 15 à 17 mm.

NOTE — L'annexe D donne des exemples de types de forets utilisables et de conditions d'utilisation.

On élimine les perçures obtenues jusqu'à ce que tout le diamètre du foret travaille dans le métal à usiner. On recueille ensuite la totalité des copeaux.

Un montage similaire à celui de la figure 1 peut être utilisé dans ce but. Ce montage doit être réalisé avec des matériaux ne pouvant pas polluer les copeaux obtenus.

Pour les morceaux, la pénétration du foret doit se faire également jusqu'à mi-épaisseur du morceau.

1) Ces règles ont été établies en tenant compte des conditions pratiques suivantes:

- les lots sont constitués de coulées qui pèsent environ 20 t chacune;
- les coulées constituant un lot sont choisies dans une fourchette de teneur en nickel *k* à (*k* + 1) %, *k* étant un nombre entier;
- les hétérogénéités intra-lingot ou inter-lingot à l'intérieur d'une coulée sont négligeables devant la variance introduite par le domaine de teneurs en nickel: *k* à (*k* + 1) %.

La justification complète de ces règles figure en annexe C.

2) Bien entendu, cette formule ne s'applique que pour un tonnage ne dépassant pas 500 t. Si par suite d'un accord entre acheteur et fournisseur une livraison a son tonnage compris entre 500 et 1 000 t, par autre accord entre les parties, on peut utiliser l'une des deux procédures suivantes:

- diviser la livraison en lots de tonnage inférieur ou égal à 500 t;
- prélever pour la livraison complète le nombre de lingots ou morceaux prévu dans le cas d'un tonnage de 500 t soit *N* = 29. Cette seconde procédure diminue de façon importante la quantité de travail au niveau du prélèvement de copeaux sur les lingots ou morceaux.

4.2.2 Fraisage

Les lingots doivent être tronçonnés à l'aide de disques en corindon (oxyde d'aluminium) ou en carborundum.

On peut soit effectuer un seul tronçonnage par lingot, puis travailler par fraisage sur un des deux morceaux obtenus, soit découper une tranche de l'épaisseur adéquate pour l'usinage à réaliser.

Sur le morceau retenu pour être fraisé, décaper les faces extérieures adjacentes à la surface fraîchement tronçonnée que l'on désire fraiser; on peut réaliser ceci à l'aide d'une meule en corindon ou en carborundum.

La surface doit être ensuite fraisée avec une fraise adéquate et on récupère la totalité des fraises.

Les morceaux doivent être tronçonnés et fraisés dans les mêmes conditions que les lingots.

NOTE — L'annexe D donne des exemples de types de fraises utilisables et de conditions d'utilisation.

L'ensemble des copeaux obtenus soit par perçage, soit par fraisage, doit atteindre un poids de 1 kg au minimum et constitue l'échantillon secondaire qui est alors traité selon la procédure décrite au chapitre 5.

5 Traitement des copeaux

Il s'agit des échantillons secondaires obtenus soit en 3.2.2.2, soit en 4.2.

5.1 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 l'échantillon secondaire complet 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 °C¹⁾.

5.2 Broyage

Si les copeaux proviennent d'une seule coulée (cas 4.1.1), il n'est pas nécessaire de les broyer, car il n'y a pas de problème d'homogénéisation de l'échantillon. On peut donc passer directement à 5.3.

Si les copeaux proviennent d'un lot composé de plusieurs coulées (cas 4.1.2) l'homogénéisation devient nécessaire. Elle est nettement facilitée si la géométrie des copeaux leur permet de

ne pas s'accrocher les uns aux autres. Ceci dépend tout d'abord des conditions de perçage ou de fraisage utilisées (voir annexe D) et l'opération sera facilitée si l'on peut broyer les copeaux.

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 les cas de 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 du 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).

Si nécessaire, en fonction du volume du récipient de broyage, on peut effectuer l'opération en plusieurs fractions successives.

5.3 Homogénéisation

La totalité de l'échantillon doit être convenablement homogénéisée (pelletages alternés répétés, plusieurs passages sur diviseur à couloirs en gardant la totalité de la matière, homogénéiseurs mécaniques, etc.).

5.4 Fractionnement

L'échantillon doit être fractionné en portions de 100 g environ à l'aide d'un diviseur à couloirs ou d'un répartiteur rotatif d'échantillons.

Pour les ferro-nickels bas carbone (LC), chaque fraction doit être stockée dans un flacon de verre avec un bouchage tel qu'il ne puisse, par abrasion, être pollué, par du carbone en particulier; il ne doit y avoir aucun contact avec du papier, du carton, du caoutchouc, du liège ou une matière plastique. Cette dernière précaution doit également être prise à tous les stades de l'opération d'échantillonnage. En particulier, les copeaux ne doivent jamais être manipulés sur du papier (choisir par exemple une feuille d'aluminium).

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.

Pour les ferro-nickels à moyen ou haut carbone (MC et HC), chaque fraction peut être stockée dans un sachet en polyéthylène forte épaisseur et qualité lourde.

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.

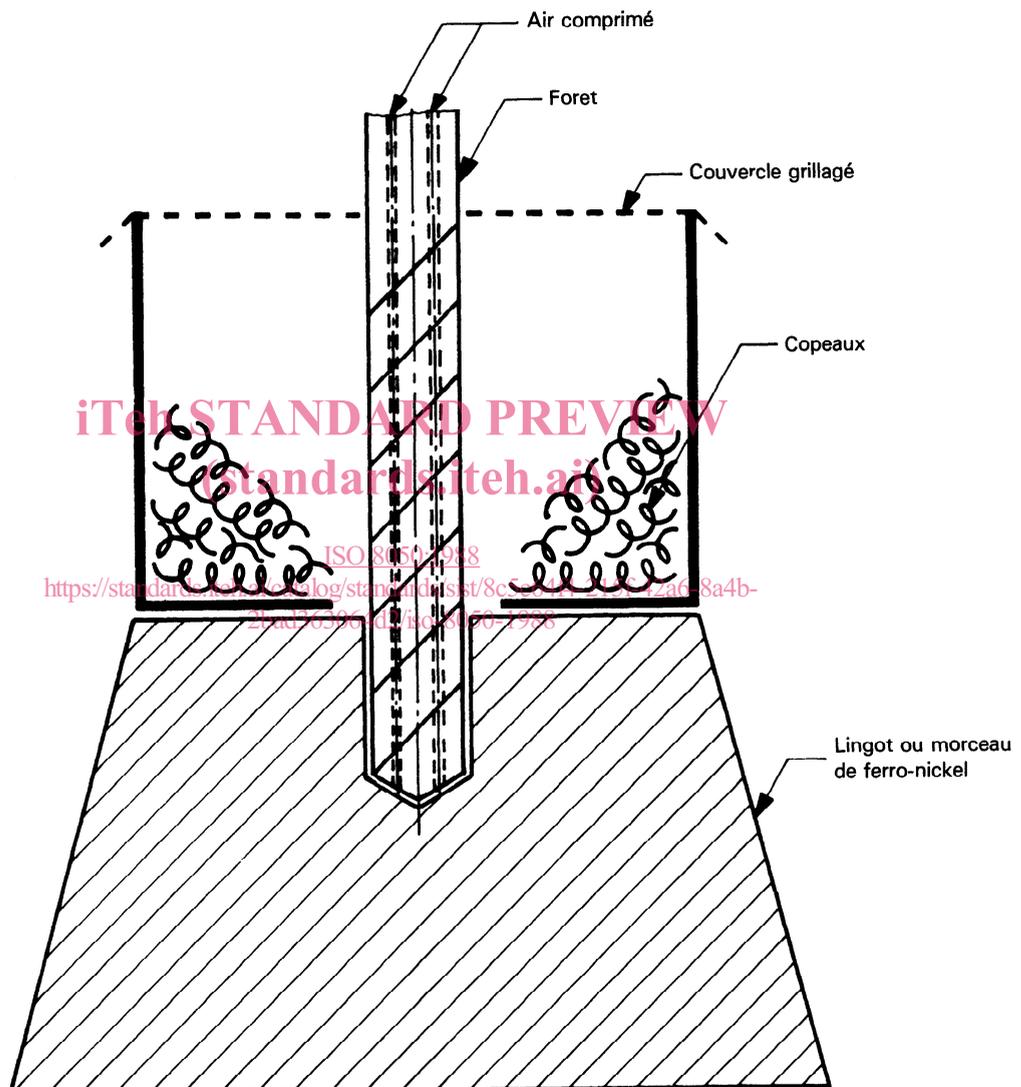


Figure 1 — Montage pour récupération des copeaux

(Utile en particulier quand on utilise des forets à trou d'huile alimentés avec de l'air comprimé.)

Annexe A (normative)

Nombre de lingotins à prélever et à analyser

A.1 Quand on utilise l'analyse physique sur métal massif de lingotins prélevés à la coulée, on doit s'assurer que l'on peut obtenir une précision acceptable par rapport à celle que peut donner une méthode chimique appliquée sur des copeaux.

Ceci est particulièrement vrai pour la détermination de la teneur en nickel¹⁾.

Pour y parvenir, il faut assurer, d'une part, la représentativité de l'échantillon en coulant et analysant un nombre suffisant de lingotins, et d'autre part, la précision de l'analyse, soit en faisant la moyenne des déterminations individuelles sur chaque lingotin, soit en répétant plusieurs déterminations sur un lingotin et en faisant la moyenne.

De plus, les conditions pratiques de réalisation des coulées, de prélèvement des lingotins et d'analyse physique peuvent être sensiblement différentes d'un producteur à l'autre. On ne peut donc établir une règle stricte et générale sur le nombre de lingotins à prélever puis à analyser.

A.2 La suite de cette annexe décrit trois exemples concrets qui respectent les indications générales suivantes:

- Nombre de lingotins à prélever : 4 à 8
- Nombre de lingotins à analyser : 2 à 5
- Nombre de déterminations par lingotin : 1 à 3

Le nombre de lingotins à prélever est plus important que le nombre de lingotins à analyser afin de prévoir le cas exceptionnel où certains lingotins seraient défectueux par présence de criques ou de soufflures.²⁾

Exemple 1

Huit lingotins sont prélevés selon un espacement régulier pendant la coulée. Après tronçonnage de cinq d'entre eux, on réalise sur chacun des cinq une détermination.

Dans le cas exceptionnel où un lingotin est défectueux, on peut tronçonner un des trois lingotins restants.

La moyenne des cinq déterminations donne le résultat final.

Exemple 2

Cinq lingotins sont prélevés selon un espacement régulier pendant la coulée. Après tronçonnage, trois d'entre eux sont sélectionnés et on réalise deux déterminations sur chacun des deux premiers. Si l'écart entre les valeurs moyennes obtenues sur les deux lingotins est inférieur à 0,20 % (en point de teneur) pour la teneur en nickel, la moyenne entre les quatre déterminations donne le résultat final.

Si l'écart dépasse 0,20 %, on réalise une nouvelle analyse sur les trois lingotins choisis initialement après les avoir repolis; on établit une moyenne en examinant les sept résultats et en éliminant éventuellement un ou deux points aberrants.

Exemple 3

Utilisation des lingotins pour obtention des copeaux

Cinq lingotins sont prélevés selon un espacement régulier pendant la coulée. Après tronçonnage, trois d'entre eux sont choisis pour prélèvement de copeaux sur les plus gros morceaux selon 3.2.2.2. Ces prélèvements de copeaux peuvent être faits sur les lingotins des exemples 1 ou 2 ci-dessus.

Tous les copeaux obtenus sont rassemblés pour être traités selon le chapitre 5.

Les exemples ci-dessus permettent d'arriver à la précision désirée pour la teneur en nickel. En pratique, ils permettent, sans difficulté, d'obtenir une précision valable pour tous les autres éléments à contrôler (voir ISO 6501).

1) Voir en particulier l'ISO 6352.

2) En cas de litige, on tronçonne tous les lingotins prélevés et on choisit parmi eux le nombre voulu de disques à analyser avec la certitude que ces derniers sont sains.

Annexe B (informative)

Méthodes de tirage d'un échantillon d'effectif N dans une livraison de M individus

B.1 Considérations générales

Il y a d'abord lieu de noter que, dans toute méthode de tirage d'un échantillon d'une population, deux phases peuvent être distinguées:

- celle de définition des individus (lingots ou morceaux de ferro-nickel) prélevés;
- celle de leur prélèvement proprement dit.

Il convient de rappeler également que, pour être représentatif, un échantillon doit être prélevé de telle façon que tout individu de la population échantillonnée ait la même probabilité d'être prélevé.

Si l'on a besoin de nombres de la distribution uniforme sur 0—1 avec, par exemple, cinq décimales, on prend, soit par colonne, soit par ligne, soit de toute autre manière systématique, des groupes de cinq chiffres. Ainsi en prenant les cinq premiers de chaque ligne, on obtient:

10275
28415
34214
61817
etc.

et les nombres cherchés seront: 0,102 75 — 0,284 15 — 0,342 14 — 0,618 17, etc.

NOTE — Dans le tableau B.2, les espaces prévus entre les lignes et les colonnes ont seulement pour but d'améliorer la lisibilité de la table qui rassemble des chiffres de 0 à 9 en ordre aléatoire.

B.2 Méthodes de définition des individus constituant l'échantillon

Deux méthodes peuvent être envisagées, l'une par tirage au hasard de tous les individus de l'échantillon, l'autre par prélèvement périodique systématique, le premier individu prélevé étant seul défini au hasard.

NOTE — Soit x_1, x_2, \dots, x_N la série de N nombres de la distribution uniforme ainsi obtenus. On multiplie alors tous ces nombres (réels) par l'entier M , ce qui donne des réels choisis au hasard sur l'intervalle 0— M .

$$Mx_1, Mx_2, \dots, Mx_N$$

On arrondit ces réels à l'entier immédiatement supérieur:

$$E_1 = [Mx_1] + 1$$

$$E_2 = [Mx_2] + 1$$

...

$$E_N = [Mx_N] + 1$$

où $[Mx_i]$ est la partie entière de Mx_i .

Les entiers E_1, E_2, \dots, E_N identifient alors les individus à prélever dans la population de M objets.

Si l'on trouve par ce procédé certains nombres E_i égaux entre eux, il convient de tirer des nombres x_i supplémentaires jusqu'à ce que N valeurs différentes de E_i aient été obtenues.

B.2.1 Définition au hasard des individus de l'échantillon

Par cette méthode, tous les échantillons possibles de N lingots (ou combinaisons de N objets pris parmi M) sont réellement équiprobables.

On suppose les M lingots ou morceaux de la livraison munis d'une identification quelconque que l'on peut toujours traduire par une numérotation de 1 à M . Alors le problème se ramène à tirer N entiers distincts au hasard parmi les M premiers entiers.

Pour cela, on se procure d'abord N nombres aléatoires de la distribution uniforme dans l'intervalle 0—1. Certaines tables fournissent directement de tels nombres; d'autres tables, (telles que le tableau B.1) ne donnent que des rangées de chiffres, de 0 à 9, en ordre aléatoire et l'on en tire aisément des nombres réels distribués uniformément en faisant suivre une partie entière prise égale à zéro, d'une séquence de n décimales constituée de n chiffres de la table.

Exemple:

Le tableau B.2 est un extrait de table de nombres aléatoires, suffisant pour traiter les cas concrets que l'on peut rencontrer dans la présente Norme internationale.

B.2.2 Définition des individus par prélèvement périodique systématique

Avec ce mode de prélèvement, tous les échantillons de N lingots ou morceaux que l'on peut constituer à partir de M lingots ou morceaux de la livraison n'ont pas de probabilités égales d'être obtenus. En fait, cette probabilité est nulle pour un très grand nombre d'entre eux, bien que tout lingot ou morceau

particulier ait (au moins approximativement) la même probabilité de faire partie de l'échantillon. Ce résultat un peu paradoxal s'explique par la non-indépendance des prélèvements individuels.

On calcule le quotient entier de M par N , soit Q et, si cette division laisse un reste R (inférieur à N), on le néglige.

On choisit alors au hasard un nombre entier parmi la suite $1, 2, \dots, Q-1, Q$, par exemple, par la méthode déjà décrite en B.2.1. Soit H ce nombre. Les lingots ou morceaux constituant l'échantillon sont alors définis par les nombres entiers

$$H, Q + H, 2Q + H, \dots, (N - 1)Q + H$$

On voit qu'avec cette méthode $M - NQ$ lingots ou morceaux sont ignorés par l'échantillonnage, mais qu'il n'est nécessaire d'effectuer qu'un seul tirage dans une table de nombres aléatoires.

En raison de la non-équiprobabilité de tirage de tous les échantillons possibles de N lingots ou morceaux, il faut aussi préciser que les formules théoriques de calcul d'une variance d'échantillonnage ne s'appliquent pas à ce cas, sauf si le lot de lingots ou morceaux a été mélangé avec soin, ce qui, en pratique, est peu réalisable.

B.3 Prélèvement des N lingots ou morceaux identifiés

N lingots ou morceaux ayant été, en théorie, identifiés par les entiers E_1, E_2, \dots, E_N parmi les M qui constituent le lot, il reste à effectuer ce prélèvement alors que les lingots ou morceaux n'ont, en général, pas de repère. Deux cas sont à distinguer : ou bien la livraison à échantillonner n'est constituée que d'un seul lot en vrac, ou bien elle est physiquement constituée de sous-ensembles tels que des palettes, des camions, des wagons, etc...

B.3.1 Cas d'une livraison en vrac

Il est reconnu qu'un lot en vrac ne peut être correctement échantillonné qu'à la condition d'en déplacer tous les éléments.

Au cours de ce déplacement, il sera possible de séparer les lingots ou morceaux venant avec les numéros E_1, E_2, \dots, E_N pour constituer l'échantillon primaire désiré.

B.3.2 Cas d'une livraison divisée en sous-lots ou sous-ensembles

Dans ce cas, il sera possible de s'épargner le déplacement de la totalité de la livraison en identifiant *a priori* les sous-ensembles (palettes ou wagons) où il y a lieu de prélever des lingots ou des morceaux.

Pour ce faire, on établira la liste de ces sous-ensembles avec les nombres de lingots ou morceaux qu'ils contiennent et on calculera aussi dans l'ordre de la liste ainsi constituée, les nombres cumulés de lingots ou morceaux dans ces lots, comme indiqué dans la 3ème colonne du tableau B.1, donné comme exemple.

Des nombres E_1, E_2, \dots, E_N désignant des lingots ou morceaux définis par l'une des méthodes du chapitre B.2, par exemple ceux de la suite :

110, 132, 167, 404, 489, 827, 859, 959, 1 109, 1 288,

on déterminera aisément, par comparaison de ces nombres aux effectifs cumulés des sous-ensembles rangés dans l'ordre du tableau 2 dans lequel sous-ensembles se trouvent les lingots ou morceaux de l'échantillon.

On voit que, par l'effet du hasard, il n'y a pas lieu de prélever dans certains d'entre eux (B et D dans l'exemple). Pour les livraisons importantes composées de nombreux sous-lots, il pourra en être ainsi de la majorité d'entre eux, surtout si l'effectif de l'échantillon est faible. Il en résultera donc une économie substantielle de manutention.

Les lingots ou morceaux identifiés seront extraits des sous-ensembles auxquels ils appartiennent par la méthode spécifiée en B.3.1 pour chacun d'eux.

Tableau B.1 — Nombre cumulé de lingots ou morceaux

| Sous-ensemble | Nombre de lingots ou morceaux | Nombre cumulé de lingots ou morceaux | Numéro des lingots ou morceaux à prélever dans les sous-ensembles |
|---------------|-------------------------------|--------------------------------------|---|
| A | 200 | 200 | 110, 132, 167 |
| B | 200 | 400 | |
| C | 150 | 550 | 404, 489 |
| D | 250 | 800 | |
| E | 250 | 1 050 | 827, 859, 959, |
| F | 150 | 1 200 | 1 109, |
| G | 100 | 1 300 | 1 288 |

Tableau B.2 — Table de nombres aléatoires

| | | | | |
|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 10 27 53 96 23 | 71 50 54 36 23 | 54 31 04 82 98 | 04 14 12 15 09 | 26 78 25 47 47 |
| 28 41 50 61 88 | 64 85 27 20 18 | 83 36 36 05 56 | 39 71 65 09 62 | 94 76 62 11 89 |
| 34 21 42 57 02 | 59 19 18 97 48 | 80 30 03 30 98 | 05 24 67 70 07 | 84 97 50 87 46 |
| 61 81 77 23 23 | 82 82 11 54 08 | 53 28 70 58 96 | 44 07 39 55 43 | 42 34 43 39 28 |
| 61 15 18 13 54 | 16 86 20 26 88 | 90 74 80 55 09 | 14 53 90 51 17 | 52 01 63 01 59 |
| 91 76 21 64 64 | 44 91 13 32 97 | 75 31 62 66 54 | 84 80 32 75 77 | 56 08 25 70 29 |
| 00 97 79 08 06 | 37 30 28 59 85 | 53 56 68 53 40 | 01 74 39 59 73 | 30 19 99 85 48 |
| 36 46 18 34 94 | 75 20 80 27 77 | 78 91 69 16 00 | 08 43 18 73 68 | 67 69 61 34 25 |
| 88 98 99 60 50 | 65 95 79 42 94 | 93 62 40 89 96 | 43 56 47 71 66 | 46 76 29 67 02 |
| 04 37 59 87 21 | 05 02 03 24 17 | 47 97 81 56 51 | 92 34 86 01 82 | 55 51 33 12 91 |
| 63 62 06 34 41 | 94 21 78 55 09 | 72 76 45 16 94 | 29 95 81 83 83 | 79 88 01 97 30 |
| 78 47 23 53 90 | 34 41 92 45 71 | 09 23 70 70 07 | 12 38 92 79 43 | 14 85 11 47 23 |
| 87 68 62 15 43 | 53 14 36 59 25 | 54 47 33 70 15 | 59 24 48 40 35 | 50 03 42 99 36 |
| 47 60 92 10 77 | 88 59 53 11 52 | 66 25 69 07 04 | 48 68 64 71 06 | 61 65 70 22 12 |
| 56 88 87 59 41 | 65 28 04 67 53 | 95 79 88 37 31 | 50 41 06 94 76 | 81 83 17 16 33 |
| 02 57 45 86 67 | 73 43 07 34 48 | 44 26 87 93 29 | 77 09 61 67 84 | 06 69 44 77 75 |
| 31 54 14 13 17 | 48 62 11 90 60 | 68 12 93 64 28 | 46 24 79 16 76 | 14 60 25 51 01 |
| 28 50 16 43 36 | 28 97 85 58 99 | 67 22 52 76 23 | 24 70 36 54 54 | 59 28 61 71 96 |
| 63 29 62 66 50 | 02 63 45 52 38 | 67 63 47 54 75 | 83 24 78 43 20 | 92 63 13 47 48 |
| 45 65 58 26 51 | 76 96 59 38 72 | 86 57 45 71 46 | 44 67 76 14 55 | 44 88 01 62 12 |
| 39 65 36 63 70 | 77 45 85 50 51 | 74 13 39 35 22 | 30 53 36 02 95 | 49 34 88 73 61 |
| 73 71 98 16 04 | 29 18 94 51 23 | 76 51 94 84 86 | 79 93 96 38 63 | 08 58 25 58 94 |
| 72 20 56 20 11 | 72 65 71 08 86 | 79 57 95 13 91 | 97 48 72 66 48 | 09 71 17 24 89 |
| 75 17 26 99 76 | 89 37 20 70 01 | 77 31 61 95 46 | 26 97 05 73 51 | 53 33 18 72 87 |
| 37 48 60 82 29 | 81 30 15 39 14 | 48 38 75 93 29 | 06 87 37 78 48 | 45 56 00 84 47 |
| 68 08 02 80 72 | 83 71 46 30 49 | 89 17 95 88 29 | 02 39 56 03 46 | 97 74 06 56 17 |
| 14 23 98 61 67 | 70 52 85 01 50 | 01 84 02 78 43 | 10 62 98 19 41 | 18 83 99 47 99 |
| 49 08 96 21 44 | 25 27 99 41 28 | 07 41 08 34 66 | 19 42 74 39 91 | 41 96 53 78 72 |
| 78 37 06 08 43 | 63 61 62 42 29 | 39 68 95 10 96 | 09 24 23 00 62 | 56 12 80 73 16 |
| 37 21 34 17 68 | 68 96 83 23 56 | 32 84 60 15 31 | 44 73 67 34 77 | 91 15 79 74 58 |
| 14 29 09 34 04 | 87 83 07 55 07 | 76 58 30 83 64 | 87 29 25 58 84 | 86 50 60 00 25 |
| 58 43 28 06 36 | 49 52 83 51 14 | 47 56 91 29 34 | 05 87 31 06 95 | 12 45 57 09 09 |
| 10 43 67 29 70 | 80 62 80 03 42 | 10 80 21 38 84 | 90 56 35 03 09 | 43 12 74 49 14 |
| 44 38 88 39 54 | 86 97 37 44 22 | 00 95 01 31 76 | 17 16 29 56 63 | 38 78 94 49 81 |
| 90 69 59 19 51 | 85 39 52 85 13 | 07 28 37 07 61 | 11 16 36 27 03 | 78 86 72 04 95 |
| 41 47 10 25 62 | 97 05 31 03 61 | 20 26 36 31 62 | 68 69 86 95 44 | 84 95 48 46 45 |
| 91 94 14 63 19 | 75 89 11 47 11 | 31 56 34 19 09 | 79 57 92 36 59 | 14 93 87 81 40 |
| 80 06 54 18 66 | 09 18 94 06 19 | 98 40 07 17 81 | 22 45 44 84 11 | 24 62 20 42 31 |
| 67 72 77 63 48 | 84 08 31 55 58 | 24 33 45 77 58 | 80 45 67 93 82 | 75 70 16 08 24 |
| 59 40 24 13 27 | 79 26 88 86 30 | 01 31 60 10 39 | 53 58 47 70 93 | 85 81 56 39 38 |
| 05 90 35 89 95 | 01 61 16 96 94 | 50 78 13 69 36 | 37 68 53 37 31 | 71 26 35 03 71 |
| 44 43 80 69 98 | 46 68 05 14 82 | 90 78 50 05 62 | 77 79 13 57 44 | 59 60 10 39 66 |
| 61 81 31 96 98 | 00 57 25 60 59 | 46 72 60 18 77 | 55 66 12 62 11 | 08 99 55 64 57 |
| 42 88 07 10 05 | 24 98 65 63 21 | 47 21 61 88 32 | 27 80 30 21 60 | 10 92 35 36 12 |
| 77 94 30 05 39 | 28 10 99 00 27 | 12 73 73 99 12 | 49 99 57 94 82 | 96 88 57 17 91 |
| 78 83 19 76 16 | 94 11 68 84 26 | 23 54 20 86 85 | 23 86 66 99 07 | 36 37 34 92 09 |
| 87 76 59 61 81 | 43 63 64 61 61 | 65 76 36 95 90 | 18 48 27 45 68 | 27 23 65 30 72 |
| 91 43 05 96 47 | 55 78 99 95 24 | 37 55 85 78 78 | 01 48 41 19 10 | 35 19 54 07 73 |
| 84 97 77 72 73 | 09 62 06 65 72 | 87 12 49 03 60 | 41 15 20 76 27 | 50 47 02 29 16 |
| 87 41 60 76 83 | 44 88 96 07 80 | 83 05 83 38 96 | 73 70 66 81 90 | 30 56 10 48 59 |