

# 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-7bd363064d2/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 clients<sup>1)</sup> (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<sup>1) 2)</sup>.

### 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 suivantes<sup>1)</sup>:

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 $T$ de ferro-nickel $t$	Nombre $N$ 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 °C<sup>1)</sup>.

#### 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.

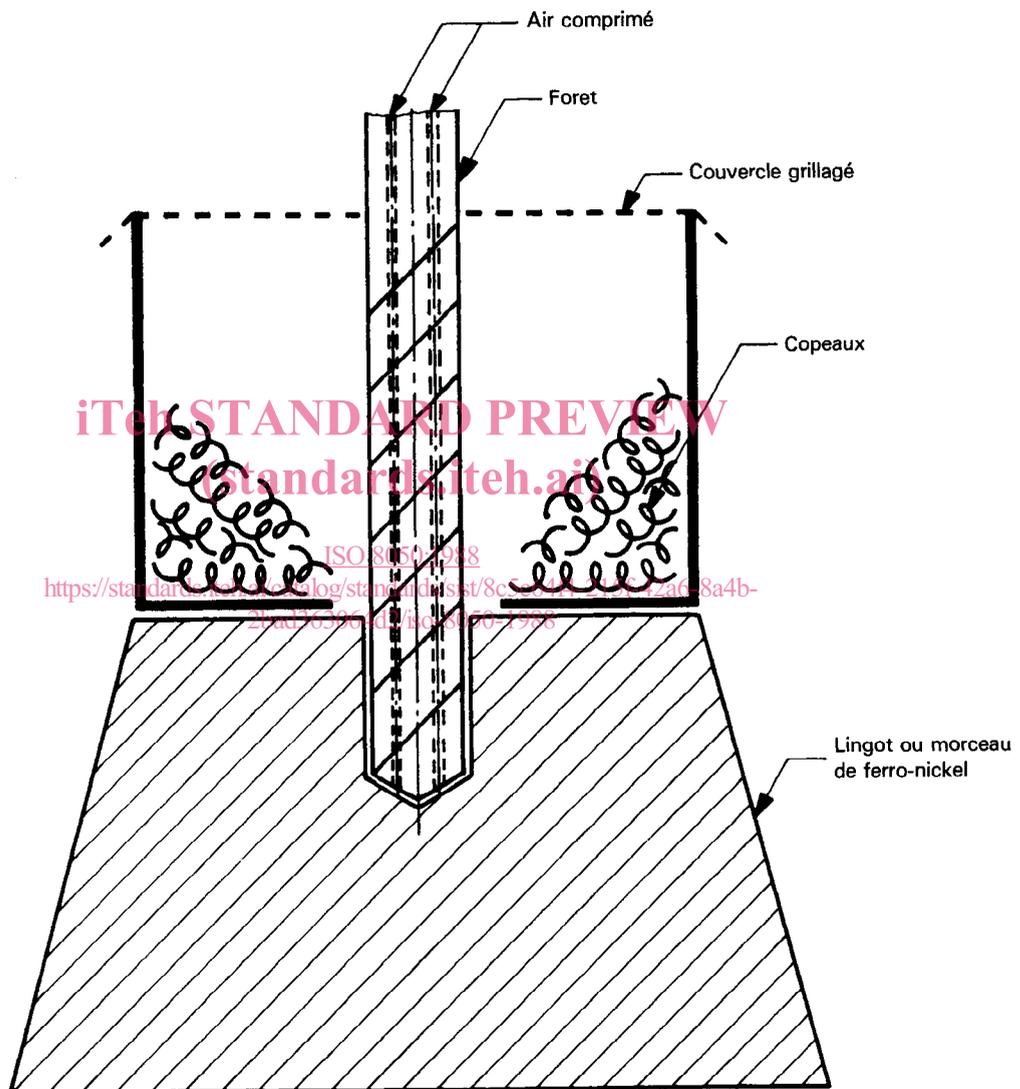
Pour les ferro-nickels bas carbone (LC), chaque fraction doit être stockée dans un flacon de verre avec un bouchage tel qu'il ne puisse, par abrasion, être pollué, par du carbone en particulier; il ne doit y avoir aucun contact avec du papier, du carton, du caoutchouc, du liège ou une matière plastique. 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 nickel<sup>1)</sup>.

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.<sup>2)</sup>

#### 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.

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 quels 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