
Norme internationale



8541

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

Minerais de manganèse et de chrome — Méthodes expérimentales de contrôle de l'erreur systématique d'échantillonnage et de préparation des échantillons

Manganese and chromium ores — Experimental methods for checking the bias of sampling and sample preparation

Première édition — 1986-10-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8541:1986](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2c16244-6a1d-4c8d-8190-eeeb053003b1/iso-8541-1986>

CDU 553.32 + 553.461 : 620.113

Réf. n° : ISO 8541-1986 (F)

Descripteurs : minéral, minéral de manganèse, minéral de chrome, audit de qualité, contrôle statistique de qualité, échantillonnage, règle de calcul.

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 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.

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 8541 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse et de chrome*.

[ISO 8541:1986](#)

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Minerais de manganèse et de chrome – Méthodes expérimentales de contrôle de l'erreur systématique d'échantillonnage et de préparation des échantillons

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes expérimentales de contrôle de l'erreur systématique d'échantillonnage et de préparation des échantillons des minerais de manganèse et de chrome naturels ou traités effectuées conformément aux méthodes spécifiées dans les Normes internationales appropriées.

2 Références

ISO 4296/1, *Minerais de manganèse – Échantillonnage – Partie 1: Échantillonnage par prélèvements.*

ISO 4296/2, *Minerais de manganèse – Échantillonnage – Partie 2: Préparation des échantillons.*

ISO 8541:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2610247-6ard-4c0d-0190-eccb053003b1/iso-8541-1986>

3 Généralités

3.1 L'échantillonnage et la préparation des échantillons doivent être effectués conformément aux méthodes spécifiées dans les Normes internationales appropriées.

3.2 Dans la méthode expérimentale, les résultats obtenus à partir d'une méthode à contrôler (appelée «méthode B») doivent être comparés aux résultats d'une méthode de référence (appelée «méthode A») considérée comme donnant des résultats pratiquement sans erreur systématique du point de vue technique et empirique. La comparaison doit être effectuée, en utilisant le test statistique relatif à l'importance de la différence entre les deux moyennes des résultats des essais, au niveau de risque de 5 %.

3.3 Les caractères de qualité qui doivent être choisis pour les buts d'une expérimentation peuvent être les éléments chimiques importants, l'humidité ou la distribution granulométrique.

3.4 Une expérimentation doit être effectuée au moins sur 10 livraisons ou sur 10 parties de la livraison.

3.5 Lorsque les prélèvements individuels de l'échantillon obtenus par la méthode A ou la méthode B sont groupés de manière à constituer une paire correcte, il est recommandé d'appliquer la méthode d'analyse des paires de résultats. Pour appliquer la méthode d'analyse des paires de résultats, il est

nécessaire de concevoir et d'effectuer l'expérimentation de manière à constituer des paires d'échantillons par la méthode A et la méthode B pour assurer cette constitution d'une façon technique. Cette constitution des paires peut être assurée lorsque les deux échantillons obtenus d'une manière identique par la méthode A et la méthode B sont soumis au même traitement et analysés presque simultanément dans des conditions similaires.

3.6 Dans le cas de prélèvements obtenus par la méthode A ou la méthode B et lorsque la constitution des paires de prélèvements n'est pas atteinte, il est recommandé d'appliquer la méthode d'analyse des impaires de résultats.

La méthode d'analyse des impaires de résultats, utilisée dans la présente Norme internationale, est basée sur la condition que le nombre de mesures des méthodes A et B est le même. Il convient de faire tout son possible pour obtenir le même nombre de prélèvements d'un échantillon par les deux méthodes.

4 Méthodes expérimentales

4.1 Expérimentations pour le contrôle de l'erreur systématique d'échantillonnage

4.1.1 Méthodes de contrôle

Des exemples de méthodes de contrôle de l'erreur systématique d'échantillonnage sont donnés en 4.1.1.1 à 4.1.1.5.

4.1.1.1 Échantillonnage sur convoyeurs

Méthode A : La méthode sur bande transporteuse arrêtée doit être la méthode de référence, dans laquelle chaque prélèvement est effectué sur le convoyeur arrêté à un endroit spécifié, sur toute la largeur et l'épaisseur de la couche de minerai, sur la longueur prescrite.

Méthode B : Chaque prélèvement est effectué en un point choisi chaque fois au hasard dans l'écoulement de minerai.

4.1.1.2 Échantillonnage sur wagons

Méthode A : La méthode sur bande transporteuse arrêtée doit être la méthode de référence (voir 4.1.1.1). Pour les expérimentations, il est indispensable de disposer d'une longueur de bande transporteuse en marche.

Méthode B: Un échantillon constitué d'une masse et du nombre de prélèvements demandés est prélevé au hasard sur la nouvelle surface mise à jour pendant le chargement et le déchargement du minerai des wagons ou des camions.

4.1.1.3 Échantillonnage sur tas de stockage

Méthode A: La méthode d'échantillonnage sur convoyeurs conforme aux Normes internationales appropriées doit être la méthode de référence. Lorsque c'est possible, il est recommandé d'utiliser la méthode A indiquée en 4.1.1.1.

Méthode B: La méthode d'échantillonnage sur tas de stockage conforme aux Normes internationales appropriées est la méthode de contrôle.

4.1.1.4 Échantillonnage sur containers

Méthode A: Chaque prélèvement doit être le minerai contenu entièrement dans un container choisi au hasard au cours de l'échantillonnage.

Méthode B: Chaque prélèvement est effectué sur le minerai dans un container choisi au hasard au cours de l'échantillonnage.

4.1.1.5 Échantillonnage mécanique

Méthode A: Les prélèvements effectués conformément à la méthode A indiquée en 4.1.1.1 doivent être les échantillons de référence.

Méthode B: Chaque prélèvement est effectué au moyen d'un échantillonneur mécanique.

4.1.2 Échantillonnage expérimental

Les deux échantillons globaux doivent être prélevés sur la même livraison ou sur une partie de la livraison, l'un par la méthode A et l'autre par la méthode B. L'échantillon global obtenu conformément à la méthode A est désigné comme l'échantillon global A; l'échantillon global obtenu conformément à la méthode B est désigné comme l'échantillon global B.

4.1.3 Préparation des échantillons expérimentaux

Ces deux échantillons globaux doivent être traités séparément au moyen de la même méthode pour la préparation de l'échantillon final et analysés pour le critère de qualité au moyen de la même méthode.

4.1.4 Constitution des paires de prélèvements

Les deux échantillons globaux A et B doivent être obtenus à partir d'une portion du minerai qui est pratiquement la même sur la base d'un prélèvement individuel. Les critères de qualité choisis doivent être déterminés et les résultats doivent être présentés dans la feuille de résultats donnée à titre d'exemple dans le tableau 3.

4.1.5 Impaires de prélèvements

Lorsque la constitution des paires de prélèvements n'est pas atteinte, les résultats des analyses doivent être présentés dans la feuille de résultats donnée dans le tableau 4.

4.2 Expérimentations sur l'erreur systématique de la préparation des échantillons

4.2.1 Méthodes de contrôle

Des exemples de méthodes de contrôle de l'erreur systématique de préparation des échantillons sont donnés ci-dessous:

Méthode A: La partie de l'échantillon obtenue à partir d'un échantillon, divisé au diviseur, doit être l'échantillon de référence.

Méthode B: L'échantillon divisé, obtenu au diviseur, est un échantillon contrôlé.

Les diviseurs utilisés dans la méthode A et dans la méthode B doivent être les mêmes.

On peut citer d'autres exemples de stades de division, des diviseurs différents, etc. Par exemple, lorsque la méthode A est la méthode de référence, dans la méthode B on peut utiliser un autre type de diviseur ou le plus petit nombre de stades de division.

4.2.2 Préparation des échantillons expérimentaux

Une paire d'échantillons finale doit être préparée à partir d'un seul échantillon, un par la méthode A, désigné par échantillon A et l'autre par la méthode B, désigné par échantillon B.

4.2.3 Détermination et feuille de résultats

Les critères de qualité doivent être déterminés et les résultats doivent être présentés dans la feuille de résultats donnée à titre d'exemple dans le tableau 4.

5 Analyse des résultats

Le test relatif à l'importance de la différence entre les deux résultats expérimentaux ou, autrement dit, l'écart entre les résultats de la méthode B et de la méthode de référence A est effectué par la méthode statistique nommée le *t*-test.

Pour les impaires de résultats, le *F*-test concernant la vérification de l'égalité des variances doit être effectué avant le *t*-test.

5.1 Paires de résultats

5.1.1 Calculer la différence entre les paires de mesures:

$$d_i = x_{Bi} - x_{Ai} \quad i = 1, 2, \dots, k \quad \dots (1)$$

où

x_{Ai} , x_{Bi} sont, respectivement, la *i*-ème mesure de l'échantillon A obtenue par la méthode de référence A, et la *i*-ème mesure de l'échantillon B obtenue par la méthode contrôlée B;

d_i est la i -ème différence ou l'écart entre x_{Bi} et x_{Ai} ;

k est le nombre de paires de mesures des échantillons A ou B.

5.1.2 Calculer la moyenne des différences à une décimale de plus que pour les mesures elles-mêmes :

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i \quad \dots (2)$$

où \bar{d} est la moyenne de k différences.

5.1.3 Calculer l'estimation de la variance des différences sans erreur systématique :

$$V_d = \frac{1}{\phi} \left\{ \sum d_i^2 - \left(\sum d_i \right)^2 / k \right\} \quad \dots (3)$$

où

V_d est la valeur calculée de l'estimation de la variance des différences ;

ϕ est le nombre de degrés de liberté, $\phi = k - 1$.

5.1.4 Calculer la valeur observée t désignée comme t_o arrondie à la troisième décimale :

$$t_o = \frac{\bar{d}}{\sqrt{V_d/k}} \quad \dots (4)$$

5.1.5 Obtenir le point statistique t avec un niveau de risque de 5 % pour ϕ degrés de liberté, désigné par $t(\phi, 0,05)$, d'après le tableau 1.

5.1.6 Comparer la valeur absolue de t_o obtenue expérimentalement avec le point $t(\phi, 0,05)$ obtenu d'après le tableau 1.

Lorsque $|t_o| < t(\phi, 0,05)$, la valeur \bar{d} n'est pas significative

Lorsque $|t_o| \geq t(\phi, 0,05)$, la valeur \bar{d} est significative

... (5)

NOTE – Voir chapitre 6 pour faire la conclusion.

5.2 Impaires de résultats

5.2.1 F-test pour l'égalité de deux variances

Avant d'effectuer le t -test relatif à l'importance de la différence entre les deux moyennes, la variance des résultats des méthodes A et B doit être analysée pour l'égalité dans le sens statistique par la méthode F -test, nommée aussi le test relatif à la relation de la variance.

5.2.1.1 Pour la simplification, transformer les mesures en nombres entiers :

$$X_{Ai} = (x_{Ai} - c_1)h \quad i = 1, 2, \dots, n \quad \dots (6)$$

$$X_{Bi} = (x_{Bi} - c_2)h \quad i = 1, 2, \dots, n$$

où

x_{Ai} , x_{Bi} sont les i -èmes mesures, respectivement, des échantillons A et B ;

X_{Ai} , X_{Bi} sont les i -èmes mesures transformées, respectivement, des échantillons A et B ;

c_1 , c_2 sont les constantes soustractives respectives, choisies arbitrairement, séparément pour la transformation ;

h est une constante multiplicative choisie arbitrairement pour la transformation ;

n est le nombre de mesures de l'échantillon A ou de l'échantillon B.

5.2.1.2 Calculer les moyennes de mesures des échantillons A et B désignées respectivement \bar{x}_A et \bar{x}_B et les exprimer en inversant la transformation :

$$\bar{x}_A = c_1 + \frac{\bar{X}_A}{h} \quad \dots (7)$$

$$\bar{x}_B = c_2 + \frac{\bar{X}_B}{h}$$

où

$$\bar{X}_A = \frac{1}{n} \sum X_{Ai}$$

et $i = 1, 2, \dots, n$

$$\bar{X}_B = \frac{1}{n} \sum X_{Bi}$$

5.2.1.3 Calculer les sommes des carrés désignées respectivement S_A et S_B :

$$S_A = \sum X_{Ai}^2 - \frac{1}{n} \left(\sum X_{Ai} \right)^2$$

$$S_B = \sum X_{Bi}^2 - \frac{1}{n} \left(\sum X_{Bi} \right)^2 \quad i = 1, 2, \dots, n \quad \dots (8)$$

Tableau 1 – $t(\phi, 0,05)$ ¹⁾

ϕ	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
t	2,262	2,228	2,201	2,179	2,160	2,145	2,131	2,120	2,110	2,101	2,093	2,086

1) Source : FISHER, R.A. et YATES, F., *Statistical Tables for Biological, Agricultural and Medical Research*, 4^{ème} édition, 1953.

5.2.1.4 Calculer les valeurs sans erreur systématique de l'estimation de la variance désignées respectivement V_A et V_B :

$$V_A = \frac{S_A}{\phi_A}, \quad V_B = \frac{S_B}{\phi_B}, \quad V_A, V_B \geq 0 \quad \dots (9)$$

où ϕ_A, ϕ_B sont les nombres de degrés de liberté, respectivement, des échantillons A et B, $\phi_A = n_A - 1, \phi_B = n_B - 1$; dans cette méthode $n_A = n_B = n$.

5.2.1.5 Calculer le rapport V_B de la méthode B à V_A de la méthode de référence A au moyen de l'équation (10), en arrondissant à la deuxième décimale.

Dans cette méthode, on suppose que la variance de la méthode de référence A est inférieure à celle de la méthode B ($V_A < V_B$). Dans le cas contraire, lorsque $V_A > V_B$, il est nécessaire de remplacer le dénominateur par le numérateur pour que le rapport soit supérieur à 1 et d'utiliser l'équation (10a).

$$F_o = V_B/V_A \quad F_o \geq 1 \quad \dots (10)$$

$$F_o = V_A/V_B \quad F_o > 1 \quad \dots (10a)$$

5.2.1.6 Obtenir le point statistique F au niveau de risque de 5 % de l'importance pour ϕ_B et ϕ_A degrés de liberté ($\phi_B = \phi_A = \phi$), désigné par $F(\phi, \phi; 0,05)$, d'après le tableau 2.

5.2.1.7 Comparer la valeur observée F_o obtenue expérimentalement avec le point $F(\phi, \phi; 0,05)$ obtenu d'après le tableau 2.

Si

$$F_o < F(\phi, \phi; 0,05), \text{ le test a réussi} \quad \dots (11)$$

Si

$$F_o > F(\phi, \phi; 0,05), \text{ le test n'a pas réussi} \quad \dots (12)$$

5.2.1.8 Si le F -test a réussi, il faut effectuer le t -test conformément à 5.2.2. Si le F -test n'a pas réussi, les résultats expérimentaux doivent être rejetés, la technique doit être perfectionnée et, si nécessaire, l'expérimentation doit être répétée.

5.2.2 t -Test relatif à l'importance de la différence

5.2.2.1 Calculer la valeur observée du t statistique désigné t_o , en arrondissant à la troisième décimale:

$$t_o = \frac{\bar{x}_B - \bar{x}_A}{\sqrt{\frac{S_A + S_B}{\phi_A + \phi_B} \left(\frac{1}{n_A} + \frac{1}{n_B} \right)}} \quad \dots (13)$$

donc

$$t_o = \frac{\bar{x}_B - \bar{x}_A}{\sqrt{\frac{S_A + S_B}{\phi n}}} \quad \dots (14)$$

où

$$\phi_A = n_A - 1$$

$$\phi_B = n_B - 1$$

$$\phi_A = \phi_B = \phi$$

$$n_A = n_B = n$$

5.2.2.2 Comparer la valeur absolue de t_o obtenue expérimentalement avec le point $t(2\phi, 0,05)$ obtenu d'après le tableau 1.

Lorsque

$|t_o| < t(2\phi, 0,05)$, la valeur \bar{d} n'est pas significative

Lorsque

$|t_o| \geq t(2\phi, 0,05)$, la valeur \bar{d} est significative

... (15)

NOTE — Voir chapitre 6 pour la conclusion pouvant être tirée des résultats de ces essais.

6 Analyse des résultats expérimentaux

Dans le cas où la différence entre les résultats, obtenus avec les méthodes A et B n'est pas significative d'après le t -test, la méthode B peut être adoptée comme méthode de routine, par accord entre les parties intéressées, si nécessaire. Il convient aussi de respecter les conditions spécifiées en 6.1 à 6.3.

6.1 Un résultat sans erreur systématique signifie que la valeur obtenue par la méthode de routine ne s'écarte pas de la valeur vraie ou de la valeur de référence d'une différence statistiquement significative avec un niveau de risque de 5 %.

6.2 Même si dans le cas où la différence est statistiquement significative, mais si une telle différence est considérée comme petite ou négligeable du point de vue pratique ou économique, la méthode B peut être adoptée comme méthode de routine par accord entre les parties intéressées.

6.3 Lorsque la différence n'est pas statistiquement significative, mais considérée comme assez grande pour ne pas être négligeable du point de vue pratique ou économique d'après les études des parties intéressées, il est nécessaire de poursuivre les expérimentations.

Tableau 2 — $F(\phi, \phi; 0,05)$ ¹⁾

ϕ	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
F	3,18	2,98	2,82	2,69	2,58	2,48	2,40	2,33	2,27	2,22	2,17	2,12

1) Source: MERRINGTON, M. et THOMPSON, C.M., Tables of percentage points of the inverted beta distribution, *Biometrika*, 33, 1943.

Tableau 3 – Feuille de résultats pour le t-test sur des paires de résultats (exemple)

Objet de l'expérimentation :					
Type de minerai : (par exemple minerai de manganèse)					
Dates de l'expérimentation :					
Livraison N°	Nom du minerai	Caractères de qualité (par exemple % Mn)			
		x_{Bi}	x_{Ai}	$d_i = x_{Bi} - x_{Ai}$	d_i^2
1.					
2.					
.					
.					
.					
k.					
Somme					

t-test

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i \begin{cases} > 0 \\ < 0 \end{cases}$$

$$V_d = \frac{1}{\phi} \left\{ \sum d_i^2 - \frac{(\sum d_i)^2}{k} \right\} = \dots$$

$$t_o = \frac{\bar{d}}{\sqrt{V_d/k}} = \dots$$

$$t(\phi, 0,05) = \dots$$

$$|t_o| \begin{cases} \leq \\ > \end{cases} t(\phi, 0,05)$$

Conclusion sur les résultats du t-test:

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8541:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2c16244-6a1d-4c8d-8190-eeeb053003b1/iso-8541-1986>

Tableau 4 – Feuille de résultats pour le *t*-test sur des impaires de résultats (exemple)

Objet de l'expérimentation :							
Type de minerai : (par exemple minerai de manganèse)							
Dates de l'expérimentation :							
Livraison N°	Nom du minerai	Caractères de qualité (par exemple % Mn)					
		Échantillon global B			Échantillon global A		
		x_{Bi}	X_{Bi}	X_{Bi}^2	x_{Ai}	X_{Ai}	X_{Ai}^2
1.							
2.							
·							
·							
·							
n.							
Somme		$\sum x_{Bi}$	$\sum X_{Bi}$	$\sum X_{Bi}^2$	$\sum x_{Ai}$	$\sum X_{Ai}$	$\sum X_{Ai}^2$

***t*-test**

$\bar{x}_B =$ $\bar{x}_A =$

$S_B =$ $S_A =$

$t =$

$t(2\phi, 0,05) =$

$|t_o| \begin{matrix} < \\ > \end{matrix} t(2\phi, 0,05)$

Conclusion sur les résultats du *t*-test:

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8541:1986
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e2c16244-6a1d-4c8d-8190-eeeb053003b1/iso-8541-1986>