

---

Norme internationale



8542

---

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

---

**Minerais de manganèse et de chrome — Méthodes  
expérimentales d'évaluation de la variation de qualité et  
méthodes de contrôle de la fidélité de l'échantillonnage**

*Manganese and chromium ores — Experimental methods for evaluation of quality variation and methods for checking the  
precision of sampling*

**iTeh STANDARD PREVIEW**

Première édition — 1986-11-15 ([standards.iteh.ai](https://standards.iteh.ai))

[ISO 8542:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7d84af3a-6e90-4b73-9999-e0f1e26773c6/iso-8542-1986)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7d84af3a-6e90-4b73-9999-  
e0f1e26773c6/iso-8542-1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7d84af3a-6e90-4b73-9999-e0f1e26773c6/iso-8542-1986)

---

CDU 553.32 : 553.46 : 620.113

Réf. n° : ISO 8542-1986 (F)

**Descripteurs :** minéral, minerai de manganèse, minerai 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 8542 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse et de chrome*.

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 d'évaluation de la variation de qualité et méthodes de contrôle de la fidélité de l'échantillonnage

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes expérimentales d'évaluation de la variation de qualité des minerais de manganèse et de chrome naturels ou traités en vue de définir les modalités de l'échantillonnage par la méthode systématique à intervalle de masse et par la méthode en deux temps prévues dans les Normes internationales appropriées. Ce document spécifie aussi des méthodes de contrôle de la fidélité de l'échantillonnage par la méthode systématique à intervalle de masse constant et la méthode en deux temps.

NOTE — L'évaluation de la variation de qualité pour les modalités de l'échantillonnage par la méthode systématique à intervalle de temps doit être obtenue sur la base de la méthode systématique à intervalle de masse constant.

## 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.*

## 3 Méthodes expérimentales d'évaluation de la variation de qualité — Généralités

### 3.1 Variation de qualité

La variation de qualité est une mesure de l'hétérogénéité du minerai et est exprimée par l'écart-type désigné par  $\sigma$ . Il peut être l'écart-type à l'intérieur des strates ou des intervalles entre les prises de prélèvements, désigné par  $\sigma_w$ , pour l'échantillonnage systématique à intervalle de masse et peut être aussi l'écart-type entre wagons, camions, containers (nommés plus bas — wagons) désigné par  $\sigma_b$ , ou l'écart-type à l'intérieur des wagons, désigné par  $\sigma_w$  pour l'échantillonnage en deux temps.

### 3.2 Caractères de qualité

Le caractère de qualité choisi pour déterminer la variation de qualité doit être la teneur en manganèse pour les minerais de manganèse et la teneur en oxyde de chrome pour les minerais de chrome.

NOTE — D'autres caractéristiques de qualité telles que l'humidité, la distribution granulométrique, etc. peuvent être admises et prises en considération.

### 3.3 Évaluation de la variation de qualité

La variation de qualité doit être déterminée pour chaque type de minerai spécifié entre les parties contractantes.

### 3.4 Livraisons pour l'expérimentation

Il est recommandé que l'importance des livraisons sélectionnées pour les buts de l'expérimentation soit de 3 000 t ou plus, et que l'échantillon global soit constitué de 50 prélèvements ou plus.

### 3.5 Méthodes d'échantillonnage et essais

L'échantillonnage, la préparation des échantillons, l'analyse chimique et les essais pour les buts de l'expérimentation doivent être effectués conformément aux Normes internationales appropriées.

### 3.6 Durée de l'expérimentation

L'expérimentation doit être effectuée sur la base de la livraison et doit être répétée cinq fois. Dans le cas de l'échantillonnage systématique, l'expérimentation doit être effectuée soit sur toute la livraison, soit sur une partie de la livraison. Dans le cas d'échantillonnage en deux temps, l'expérimentation est effectuée sur 10 wagons de  $M$  wagons d'une livraison.

### 3.7 Fréquence de l'expérimentation

Il est recommandé d'effectuer une expérimentation à partir de l'évaluation de la variation de qualité de chaque type de minerai d'une livraison régulière à des intervalles réguliers, par exemple, deux fois par an ou en cas de nécessité.

## 4 Méthodes expérimentales

### 4.1 Méthode d'échantillonnage systématique

4.1.1 La présente méthode est applicable à l'estimation de l'écart-type à l'intérieur des strates,  $\sigma_w$ , dans le cas de l'échantillonnage systématique à intervalle de masse constant; elle est applicable dans les ports de chargement ou de déchargement.

4.1.2 Pour effectuer l'expérimentation, la livraison ou partie de la livraison doit être divisée en cinq parties ( $k = 5$ ) de masse égale.

**4.1.3** 10 prélèvements doivent être pris de chaque partie, un échantillon expérimental étant constitué de 50 prélèvements. Chaque prélèvement doit être effectué à intervalle de masse constant et à un instant choisi au hasard à l'intérieur du premier intervalle.

**4.1.4** Cinq prélèvements consécutifs impairs du début doivent constituer un sous-échantillon impair, désigné par A, et cinq prélèvements consécutifs pairs du début doivent constituer un sous-échantillon pair, désigné par B. Voir figure 1.

**4.1.5** Les échantillons pour analyse chimique doivent être préparés à partir des sous-échantillons A et B : un seul échantillon final est préparé, en rejetant une des deux portions divisées pour le sous-échantillon A ; et une paire d'échantillons finals est préparée à partir de deux portions divisées pour le sous-échantillon B. Voir figure 2.

**4.1.6** Un seul dosage doit être effectué sur tous les échantillons finals. La succession de 15 dosages des échantillons expérimentaux est établie au hasard, ou les dosages expérimentaux et de routine doivent être réunis ; dans ce cas, les dosages doivent être effectués au hasard. Les mesures individuelles doivent être notées conformément à la figure 2.

**4.1.7** Il est recommandé de présenter les résultats de l'expérimentation selon la feuille des résultats, comme indiqué dans le tableau 1.

**4.2 Méthode d'échantillonnage en deux temps**

**4.2.1** La présente méthode est applicable à l'estimation de l'écart-type entre wagons,  $\sigma_b$ , et l'écart-type à l'intérieur des wagons,  $\sigma_w$ , dans le cas de l'échantillonnage en deux temps d'une livraison pendant le chargement ou le déchargement du minerai des wagons.

**4.2.2** Dans le cas de l'échantillonnage d'une livraison du wagon d'un nombre total de 10 ( $m = 10$ ), ces wagons doivent être sélectionnés à intervalle de masse constant, à un instant choisi au hasard, au premier stade de l'échantillonnage en deux temps.

**4.2.3** Au second stade de l'échantillonnage en deux temps, chacun des quatre prélèvements ( $\bar{n} = 4$ ) doit être prélevé du minerai au hasard à l'intérieur des wagons sélectionnés pour obtenir 40 prélèvements.

**4.2.4** Les deux sous-échantillons pairs différents désignés par ( $C_1, C_2$ ), ( $D_1, D_2$ ), constitués chacun de 10 prélèvements, sont obtenus de la manière suivante :  $C_1$  et  $C_2$  sont constitués chacun d'un prélèvement de 10 wagons sélectionnés ;  $D_1$  est constitué de deux prélèvements effectués sur cinq wagons pairs,  $D_2$  est constitué de deux prélèvements effectués sur cinq wagons impairs. (Voir figure 3.)

**4.2.5** Les échantillons pour analyse chimique doivent être préparés à partir des sous-échantillons  $C_1, C_2; D_1, D_2$  : un seul échantillon final est préparé à partir de chacune des deux paires de sous-échantillons différents.

**4.2.6** Les dosages en double doivent être effectués sur tous les échantillons finals. La succession des analyses chimiques des échantillons expérimentaux doit être établie au hasard, ou des échantillons expérimentaux et de routine sont réunis pour l'analyse qui doit être effectuée au hasard. Les mesures individuelles doivent être données conformément à la figure 3.

**4.2.7** Il est recommandé de présenter les résultats de l'expérimentation selon la feuille des résultats, comme indiqué dans le tableau 2.

**5 Méthodes d'analyse des résultats de l'expérimentation**

**5.1 Méthode d'échantillonnage systématique**

Cette méthode est applicable aux résultats de l'expérimentation obtenus conformément à la méthode spécifiée en 4.1. La procédure d'évaluation de la variation de qualité est donnée en 5.1.1 à 5.1.3.

**5.1.1** Calculer la valeur estimée de la fidélité combinée de division et de mesure d'un sous-échantillon exprimée en variance :

$$\bar{R}_1 = \frac{1}{5} (|b_{11} - b_{12}| + |b_{21} - b_{22}| + \dots + |b_{51} - b_{52}|) \dots (1)^1$$

$$\hat{\sigma}_{DM}^2 = (\bar{R}_1/d_2)^2 \dots (2)^1$$

où

$b_{i1}, b_{i2}$  sont les  $i$ -èmes mesures de chaque paire d'échantillons ;

$\bar{R}_1$  est la moyenne des étendues de cinq paires d'échantillons ;

$\hat{\sigma}_{DM}^2$  est l'estimation de la fidélité combinée de division et de mesure, exprimée en variance ;

$d_2$  est le facteur pour l'obtention de l'écart-type de l'étendue ( $d_2 = 1,128$  pour une paire de mesures).

Lorsque l'estimation de la fidélité de mesure ( $\hat{\sigma}_M^2$ ) est obtenue, l'estimation de la fidélité de division ( $\hat{\sigma}_D^2$ ) peut être calculée à partir de l'équation

$$\hat{\sigma}_D^2 = \hat{\sigma}_{DM}^2 - \hat{\sigma}_M^2 \dots (3)$$

1) Source: ASTM. *ASTM Manual on Quality Control of Materials*. Philadelphia, PA, American Society for Testing and Materials, 1951.

5.1.2 Calculer l'estimation de la variation de qualité à l'intérieur des strates, qui est composée de fidélité de division et de mesure

$$\bar{R}_2 = \frac{1}{5} (|a_1 - b_{11}| + |a_2 - b_{21}| + \dots + |a_5 - b_{51}|) \quad \dots (4)$$

ou

$$\bar{R}_2 = \frac{1}{5} (|a_1 - b_{12}| + |a_2 - b_{22}| + \dots + |a_5 - b_{52}|) \quad \dots (4')$$

$$(\hat{\sigma}'_w)^2 = \bar{n}(\bar{R}_2/d_2)^2 \quad \dots (5)$$

donc

$$(\hat{\sigma}'_w)^2 = 5(\bar{R}_2/1,128)^2 \quad \dots (6)$$

où

$a_i, b_{i1}, b_{i2}$  sont les  $i$ -èmes mesures d'un seul échantillon final et celles de chaque paire d'échantillons finals;

$\bar{R}_2$  est la moyenne des étendues de cinq paires d'échantillons ( $a$  et  $b_1$ ) ou ( $a$  et  $b_2$ );

$\bar{n}$  est le nombre de prélèvements constituant un sous-échantillon (dans la présente méthode  $\bar{n} = 5$ );

$(\hat{\sigma}'_w)^2$  est l'estimation de la variation de qualité à l'intérieur des strates, y compris  $\sigma_{DM}^2$ .

Dans le cas de  $b_1$  choisi au hasard, l'équation (4) est utilisée; lorsque  $b_2$  est choisi, l'équation (4') est utilisée.

5.1.3 Calculer l'estimation de la variation de qualité à l'intérieur des strates  $\hat{\sigma}_w^2, \sigma_{DM}^2$  est exclu, en utilisant l'équation (7), obtenue à partir des équations (2) et (5)

$$\hat{\sigma}_w^2 = (\hat{\sigma}'_w)^2 - \sigma_{DM}^2 \quad \dots (7)$$

## 5.2 Méthode d'échantillonnage en deux temps

Cette méthode est applicable aux résultats expérimentaux obtenus conformément à la méthode spécifiée en 4.2. Le calcul de l'estimation de la variation de qualité est donné en 5.2.1 et 5.2.2.

5.2.1 Calculer la valeur de la fidélité combinée de division et de mesure des sous-échantillons, exprimée en variance

$$\bar{R}_1 = \frac{1}{4} (|C_{11} - C_{12}| + |C_{21} - C_{22}| + |D_{11} - D_{12}| + |D_{21} - D_{22}|) \quad \dots (8)$$

$$\hat{\sigma}_{DM}^2 = (\bar{R}_1/d_2)^2 \quad \dots (9)$$

où

$C_{1i}, C_{2i}, D_{1i}, D_{2i}$  sont les  $i$ -èmes mesures de deux paires d'échantillons différents;

$\bar{R}$  est la moyenne des étendues des paires d'échantillons différents;

$\hat{\sigma}_{DM}^2$  et  $d_2$  sont tels que définis en 5.1.1.

Pour calculer  $\hat{\sigma}_D^2$ , voir l'équation (3).

5.2.2<sup>1)</sup> Calculer la valeur estimée de la variation de qualité entre wagons et à l'intérieur des wagons à partir des équations (10) à (14)

$$\left. \begin{aligned} \bar{x}_{C1} &= \frac{1}{2} (C_{11} + C_{12}) & \bar{x}_{C2} &= \frac{1}{2} (C_{21} + C_{22}) \\ \bar{x}_{D1} &= \frac{1}{2} (D_{11} + D_{12}) & \bar{x}_{D2} &= \frac{1}{2} (D_{21} + D_{22}) \end{aligned} \right\} \dots (10)$$

$$R_C = |\bar{x}_{C1} - \bar{x}_{C2}| \quad R_D = |\bar{x}_{D1} - \bar{x}_{D2}| \quad \dots (11)$$

donc,

$$\hat{\sigma}_b^2 = m[(R_D/d_2)^2 - (R_C/d_2)^2]/2 \quad \dots (12)$$

$$(\hat{\sigma}'_w)^2 = m[(R_C/d_2)^2 - (\hat{\sigma}_{DM})^2/2] \quad \dots (13)$$

$$\hat{\sigma}_w^2 = m\{(R_C/d_2)^2 - [\hat{\sigma}_D^2 + \hat{\sigma}_M^2/2]\} \quad \dots (14)$$

où

$\bar{x}_{C1}, \bar{x}_{C2}, \bar{x}_{D1}, \bar{x}_{D2}$  sont les moyennes arithmétiques de chaque dosage en double de deux paires d'échantillons différents;

$R_C, R_D$  sont les étendues de chaque moyenne arithmétique de deux paires d'échantillons différents;

$m$  est le nombre de wagons sélectionnés au premier stade de l'échantillonnage en deux temps (dans la présente méthode,  $m = 10$ );

$\hat{\sigma}_b^2$  est l'estimation de la variation de qualité entre wagons, exprimée en variance;

$\hat{\sigma}'_w$  est l'estimation de la variation de qualité à l'intérieur des wagons, exprimée en variance.

Dans le cas de la possibilité de l'estimation de la fidélité combinée de la division et de la mesure,  $\hat{\sigma}_{DM}^2$ , du minerai de type spécifique ou sur la base de l'expérimentation à partir de 4.1 et 5.1 (échantillonnage systématique) ou à partir d'une autre expérimentation, cette valeur estimée peut être utilisée, et une partie

1) Source de la base théorique: PEARSON, E.S. *The Application of Statistical Methods to Industrial Standardization and Quality Control*, No 600-1935. London, UK, British Standards Institution, 1935.

de la présente expérimentation peut être simplifiée. Dans ce cas, chaque dosage isolé doit être effectué sur les deux paires d'échantillons différents pour les mesures  $C_1, C_2; D_1, D_2$  (voir la figure 3), puis  $(\hat{\sigma}_{DM})^2/2$  doit être remplacé dans l'équation (13) par  $\hat{\sigma}_{DM}^2$  et  $\hat{\sigma}_M^2/2$  et par  $\hat{\sigma}_M^2$  dans l'équation (14).

### 5.3 Observation

Lors de l'analyse des résultats, si la valeur de la variance devient négative, elle doit être considérée comme égale à zéro,  $\hat{\sigma}^2 = 0$ , à condition que d'autres défauts ne soient pas décelés lors des expérimentations.

## 6 Expression des résultats

Les valeurs évaluées de la variation de qualité obtenues à partir de cinq expérimentations doivent être totalisées selon la procédure spécifiée en 6.1 et 6.2.

### 6.1 Échantillonnage systématique

La moyenne des valeurs estimées de l'écart-type à l'intérieur des strates,  $\bar{\sigma}_w$ , doit être obtenue par l'équation (15).

$$\bar{\sigma}_w = \sqrt{\frac{1}{h} \sum \hat{\sigma}_w^2} \quad \dots (15)$$

où

$\hat{\sigma}_w^2$  est la valeur obtenue par l'équation (7);

$h$  est le nombre de valeurs  $\hat{\sigma}_w^2$  (normalement  $h = 5$ ).

La variation de qualité est surestimée si la valeur estimée  $\sigma_w^2$ , dans laquelle est incluse la valeur  $\sigma_{DM}^2$  et qui est désignée par  $(\hat{\sigma}_w')^2$ , est utilisée dans l'équation (15).

### 6.2 Échantillonnage en deux temps

La moyenne arithmétique correspondante des valeurs estimées de l'écart-type entre wagons,  $\bar{\sigma}_b$ , et de l'écart-type à l'intérieur des wagons,  $\bar{\sigma}_w$ , doit être obtenue à partir des équations (16) et (17) respectivement.

$$\bar{\sigma}_b = \sqrt{\frac{1}{h} \sum \hat{\sigma}_b^2} \quad \dots (16)$$

$$\bar{\sigma}_w = \sqrt{\frac{1}{h} \sum \hat{\sigma}_w^2} \quad \dots (17)$$

où

$\hat{\sigma}_b^2$  est la valeur obtenue par l'équation (12);

$\hat{\sigma}_w^2$  est la valeur obtenue par l'équation (14);

$h$  est le nombre des valeurs  $\hat{\sigma}_b^2$  ou  $\hat{\sigma}_w^2$ , (normalement  $h = 5$ ).

La variation de qualité est surestimée si la valeur estimée,  $\sigma_w^2$ , dans laquelle est incluse la valeur  $\sigma_{DM}^2$  et qui est désignée par  $(\hat{\sigma}_w')^2$ , est utilisée dans les équations (16) et (17).

## 7 Classification de la variation de qualité

7.1 Les valeurs évaluées de la variation de qualité obtenues au cours de l'expérimentation sont les valeurs « estimées » des paramètres d'échantillonnage. Ainsi donc, les parties autorisées, responsables pour l'échantillonnage, doivent prendre en considération des circonstances de la situation du minerai de chaque type dans les mines pour la détermination des valeurs de l'écart-type comme les valeurs « connues ».

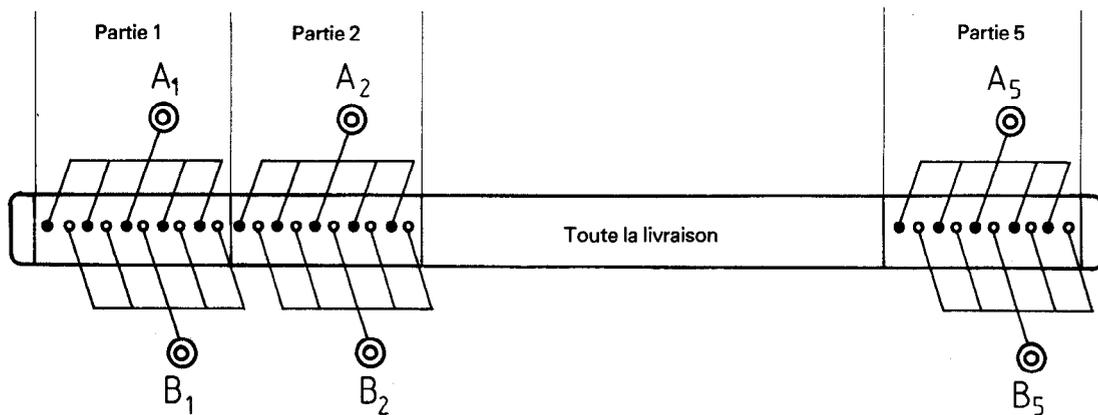
NOTE — Les paramètres d'échantillonnage utilisés pour la classification des valeurs de la variation de qualité dans les Normes internationales appropriées, sont donnés comme l'écart-type « connu ».

7.2 Lorsque la valeur ou les valeurs de l'écart-type du minerai de type donné sont déterminées pour le but de l'échantillonnage, la variation de qualité doit être classée dans n'importe laquelle des deux catégories (« grande » ou « petite ») ou dans les trois catégories (« grande », « moyenne » et « petite ») de la variation de qualité, selon les circonstances.

7.3 Il convient de prendre en considération que la variation de qualité puisse changer par suite de modification de facteurs tels que les suivants :

- a) gisements de minerai dans la mine;
- b) méthode d'extraction;
- c) méthode de traitement du minerai;
- d) méthode de stockage et d'enrichissement;
- e) méthode de chargement et de déchargement;
- f) importance de la livraison.

Voir 3.7.

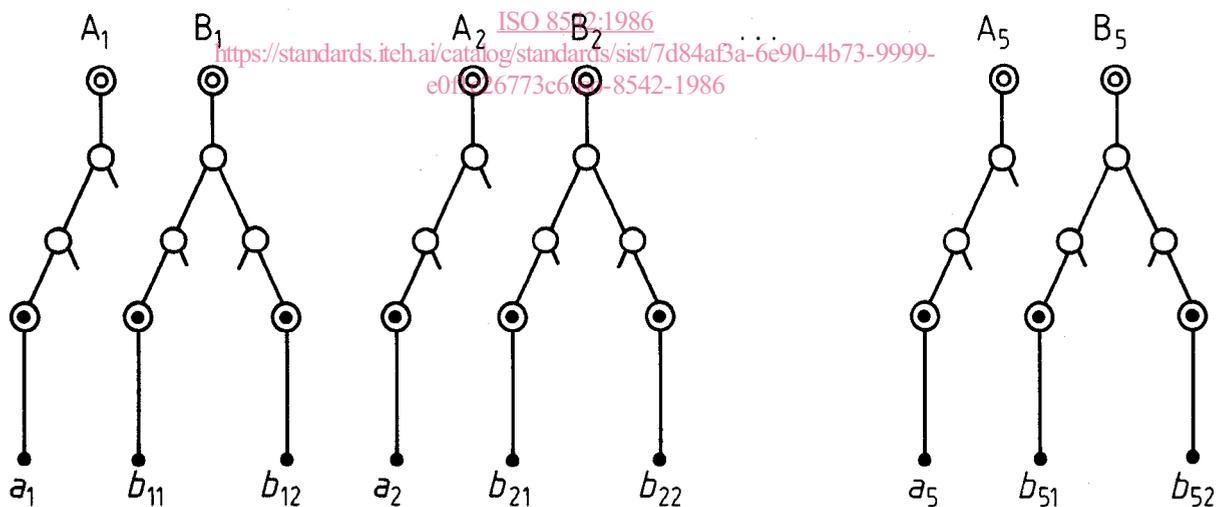


Légende:

- Prélèvements impairs
- Prélèvements pairs
- ⊙ Sous-échantillon

Figure 1 — Schéma de constitution des sous-échantillons (exemple)

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



Légende:

- ⊙ Sous-échantillon
- Division
- ⊙ Échantillon final pour analyse chimique
- Mesure de la prise d'essai

Figure 2 — Schéma de préparation des échantillons finals (exemple)

(Wagons sélectionnés d'une seule livraison)

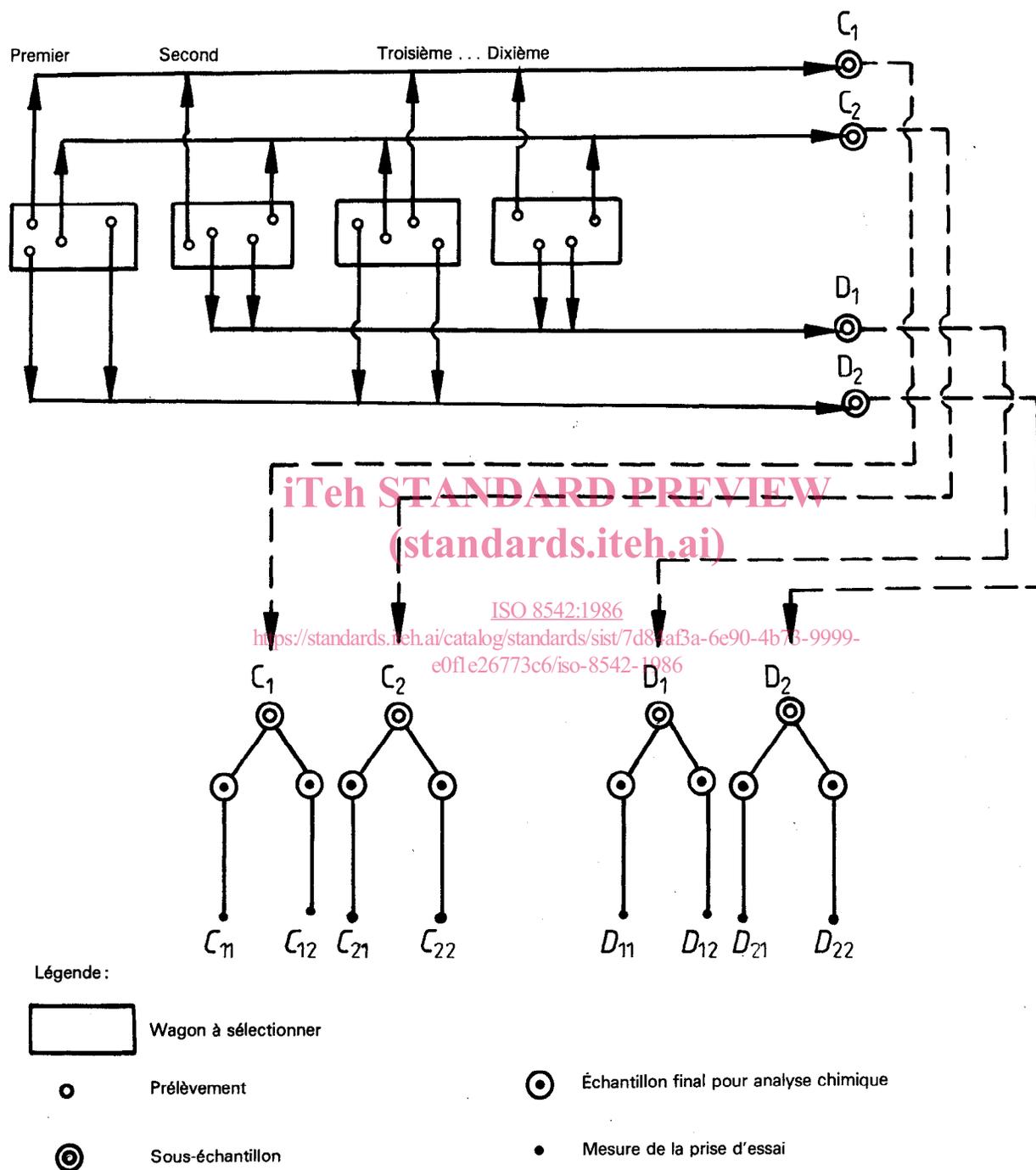


Figure 3 — Schéma de constitution des sous-échantillons et préparation des échantillons finals (exemple)

**Tableau 1 – Feuille de résultats pour l'expérimentation sur l'échantillonnage systématique (exemple)**

Objet de l'expérimentation :					
Type de minerai : (par exemple minerai de manganèse «A»)					
Identification et masse d'une livraison :					
Masse de prélèvement (kg) :					
Nombre de prélèvements :					
Dates de l'expérimentation :					
Parties N°	Caractères de qualité (par exemple % Mn)				
	$a_i$	$b_{i1}$	$b_{i2}$	$ b_{i1} - b_{i2} $	$ a_i - b_{i1} $ ou $ a_i - b_{i2} $
1.					
2.					
3.					
4.					
5.					
<b>Moyenne des étendues</b>				$\bar{R}_1$	$\bar{R}_2$

**Calcul**

$\hat{\sigma}_{DM}^2 = (\bar{R}_1/1,128)^2 = \dots\dots\dots$

$(\hat{\sigma}'_w)^2 = 5(\bar{R}_2/1,128)^2 = \dots\dots\dots$

$\hat{\sigma}_w^2 = (\hat{\sigma}'_w)^2 - \hat{\sigma}_{DM}^2 = \dots\dots\dots$

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.itech.ai)  
<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/7d84af3a-6e90-4b73-9999-e0f1e26773c6/iso-8542-1986>

**Tableau 2 – Feuille de résultats pour l'expérimentation sur l'échantillonnage en deux temps (exemple)**

Objet de l'expérimentation :				
Type de minerai : (par exemple minerai de manganèse «A»)				
Identification et masse d'une livraison :				
Masse du prélèvement (kg) :				
Nombre de prélèvements :				
Dates de l'expérimentation :				
Désignation d'un sous-échantillon	Caractères de qualité (par exemple % Mn)			$\bar{x}$
	Analyse 1	Analyse 2	R	
C <sub>1</sub>				$\bar{x}_{C1}$
C <sub>2</sub>				$\bar{x}_{C2}$
D <sub>1</sub>				$\bar{x}_{D1}$
D <sub>2</sub>				$\bar{x}_{D2}$
<b>Moyenne des étendues</b>			$\bar{R}$	

**Calcul**

$\hat{\sigma}_{DM}^2 = (\bar{R}/1,128)^2 = \dots\dots\dots$

$R_C = |\bar{x}_{C1} - \bar{x}_{C2}| = \dots\dots\dots$

$R_D = |\bar{x}_{D1} - \bar{x}_{D2}| = \dots\dots\dots$

$\hat{\sigma}_b^2 = 5[(R_D/1,128)^2 - (R_C/1,128)^2] = \dots\dots\dots$

$\sigma_w^2 = 10[(R_C/1,128)^2 - (\hat{\sigma}_{DM})^2/2] = \dots\dots\dots$