

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
8656-1

Première édition  
1988-12-15



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

## Produits réfractaires — Échantillonnage des matières premières et des matériaux non façonnés préparés —

### Partie 1:

Schéma d'échantillonnage

STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

Refractory products — Sampling of raw materials and unshaped products —  
Part 1: Sampling scheme

Numéro de référence  
ISO 8656-1 : 1988 (F)

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8656 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Matériaux réfractaires*.

[ISO 8656-1:1988](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe035414-dd50-4d27-a6dc-a0231208cc4f/iso-8656-1-1988)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe035414-dd50-4d27-a6dc-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe035414-dd50-4d27-a6dc-a0231208cc4f/iso-8656-1-1988)

L'ISO 8656 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Produits réfractaires — Échantillonnage des matières premières et des matériaux non façonnés*:

- *Partie 1: Schéma d'échantillonnage*
- *Partie 2: Détermination du coefficient de variation*

L'annexe A fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 8656.

# Produits réfractaires — Échantillonnage des matières premières et des matériaux non façonnés préparés —

## Partie 1 : Schéma d'échantillonnage

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 8656 prescrit des méthodes et des modalités d'échantillonnage relatives aux matières premières et aux matériaux non façonnés préparés, dans le but d'indiquer les valeurs moyennes d'une livraison et l'intervalle de l'échantillonnage.

Elle ne s'applique pas aux matériaux se présentant sous forme de tas importants ou de cargaisons importantes qui ne permettent pas le prélèvement d'échantillons fiables.

Le type d'équipement d'échantillonnage, la préparation et la réduction des échantillons qui ne doivent pas modifier les propriétés à déterminer seront à fixer par accord avec les parties contractantes.

NOTE — Des difficultés peuvent survenir pour l'échantillonnage de certains matériaux non façonnés préparés, par exemple, les pisés.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/8656-1:1988/a0231208cc4fiso-8656-1-1988>

### 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 partie de l'ISO 8656. Au moment de la publication de cette partie de l'ISO 8656, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette partie de l'ISO 8656 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 3534 : 1977, *Statistique — Vocabulaire et symboles*.

ISO 8656-2 : —<sup>1)</sup>, *Produits réfractaires — Échantillonnage des matières premières et des matériaux non façonnés préparés — Partie 2: Détermination du coefficient de variation*.

### 3 Définitions

NOTE — Voir également ISO 3534.

**3.1 lot:** Quantité définie d'une marchandise déterminée fabriquée ou produite dans des conditions présumées uniformes.

**3.2 livraison:** Quantité de marchandise transférée en une seule fois. La livraison peut être composée d'un ou de plusieurs lots ou parties de lots.

**3.3 lot soumis à l'inspection:** Quantité déterminée soumise à l'inspection (au contrôle), fabriquée normalement par un fournisseur dans des conditions présumées uniformes.

**3.4 unité d'emballage:** L'unité d'emballage représente une partie emballée d'un lot (dans un sac ou dans un petit récipient, par exemple).

**3.5 échantillon:** Quantité de matière prélevée dans une livraison ou un lot et destinée à fournir une information sur la population et, éventuellement, à servir de base à une décision concernant la population ou le procédé qui l'a produite.

**3.6 prélèvement élémentaire:** Quantité de matière prélevée en une seule fois dans une quantité de matière plus importante.

**3.7 écart-type d'échantillonnage:** Écart-type des variations aléatoires introduites dans la mesure de la propriété choisie par l'échantillonnage.

**3.8 échantillon global:** Ensemble des prélèvements élémentaires.

**3.9 échantillon divisé:** L'échantillon divisé représente un échantillon obtenu par division de l'échantillon global.

**3.10 échantillon de laboratoire:** Échantillon destiné à être utilisé pour un contrôle ou pour des essais en laboratoire.

**3.11 échantillon pour essai:** L'échantillon pour essai (échantillon final, prise d'essai pour analyse) représente un échantillon prélevé à partir de l'échantillon de laboratoire (et préparé, si besoin est, de façon adéquate), pour le soumettre à des essais particuliers (par exemple, détermination de la granulométrie, de l'humidité, de la composition chimique, des propriétés physiques ou autres).

**3.12 coefficient de variation:** Rapport de l'écart-type à la valeur absolue de la moyenne arithmétique (ce rapport peut être exprimé en pourcentage).

1) À publier.

## 4 Règles générales

En raison de la diversité des matières premières et des matériaux réfractaires non façonnés préparés, des modes de livraison et d'emballage, ainsi que des conditions et des circonstances dans lesquelles l'échantillonnage et la préparation des échantillons peuvent avoir lieu, des règles strictes d'échantillonnage ne peuvent pas être spécifiées dans tous les cas (voir l'annexe A) et les parties intéressées doivent se mettre d'accord sur le plan d'échantillonnage préférentiel.

**4.1** Les opérations d'échantillonnage et de préparation des échantillons doivent se dérouler sous la surveillance d'une personne possédant suffisamment d'expérience dans ce domaine.

**4.2** Il faut, le cas échéant, subdiviser la livraison en lots pour inspection devant être contrôlés séparément lorsque, par exemple, il est visible que la livraison se compose de plusieurs lots ou doit être traitée en quantités partielles distinctes.

**4.3** L'échantillonnage devrait de préférence être réalisé sur le matériau en mouvement au cours du chargement ou du déchargement de la livraison, ou durant le remplissage des unités d'emballage.

**4.4** Dans le cas de certains matériaux non façonnés préparés (par exemple, des bétons) livrés en sacs qui peuvent être, lors de l'emballage, remplis en couches successives de composants non mélangés ou pour les matériaux ayant subi au cours du transport une certaine ségrégation, il est nécessaire d'effectuer le(s) prélèvement(s) élémentaire(s) après avoir mélangé les différents composants. Cette méthode d'échantillonnage est coûteuse car elle conduit à manipuler de grandes quantités de matières. C'est pourquoi l'échantillonnage tel que spécifié en 4.3 doit être préféré.

**4.5** Réaliser le prélèvement élémentaire selon la méthode d'échantillonnage systématique périodique, débutant de façon aléatoire et se poursuivant de façon systématique, que ce soit en fonction du temps, d'écarts identiques entre les prélèvements ou/et en fonction de la masse.

**4.6** Déterminer la masse minimale du prélèvement élémentaire en tenant compte de la taille maximale des grains, afin d'éviter des erreurs systématiques lors de l'échantillonnage (voir tableau 1).

**4.7** Déterminer le nombre de prélèvements élémentaires à effectuer sur un lot pour inspection, en tenant compte de la variabilité que peuvent présenter les caractéristiques des matériaux et de la fidélité d'échantillonnage que l'on veut obtenir (voir tableau 2).

**4.8** Lors du prélèvement, de la division, de la préparation et de la conservation des échantillons, protéger ces derniers contre toute modification des caractères à étudier.

**4.9** On peut utiliser le même échantillon pour la détermination de plusieurs propriétés, à condition que le(s) résultat(s) de l'essai ne soit(ent) pas modifié(s) par l'essai (ou les essais) précédent(s).

## 5 Échantillonnage et préparation des échantillons

### 5.1 Mode opératoire

**5.1.1** Identifier le lot pour inspection, c'est-à-dire la livraison ou la partie de la livraison devant être soumise à l'échantillonnage (nature du produit, masse, conditions de transport, etc.).

**5.1.2** Évaluer la taille maximale des grains ou des morceaux du matériau.

**5.1.3** Déterminer la masse du prélèvement élémentaire selon le tableau 1, en tenant compte des quantités minimales nécessaires pour les essais prévus (voir note 3 du tableau 1).

**5.1.4** Classer le lot soumis à l'inspection dans une classe de variation de qualité (voir tableau 2 et 5.3 et 5.4).

**5.1.5** Déterminer le nombre de prélèvements élémentaires à effectuer (conformément au tableau 2).

**5.1.6** Calculer la masse minimale de l'échantillon global et vérifier qu'elle est en conformité avec les essais prévus (voir 5.5).

**5.1.7** Déterminer le ou les points de prélèvements élémentaires, les méthodes d'échantillonnage et le regroupements des prélèvements élémentaires.

**5.1.8** Exécuter le nombre nécessaire de prélèvements élémentaires, conformément aux prescriptions données en 5.5.

**5.1.9** Si nécessaire, avant la constitution de l'échantillon global, le (ou les) prélèvement(s) élémentaire(s) peut(peuvent) être divisé(s) de manière à constituer un échantillon de réserve qui pourra être utilisé en cas de litige.

**5.1.10** Constituer des échantillons pour laboratoire, par accord entre les parties, à partir des prélèvements élémentaires ou de l'échantillon global, conformément au plan d'échantillonnage et de préparation.

NOTE — Prendre soin de ne pas altérer le produit quand la recherche des propriétés est réalisée dans l'état de réception.

**5.1.11** Constituer les échantillons pour essai nécessaires à la réalisation du programme prévu.

### 5.2 Masse du prélèvement élémentaire

**5.2.1** À partir de la taille maximale des grains de la matière, déterminer à l'aide du tableau 1 la masse minimale du prélèvement élémentaire.

**Tableau 1 — Masse minimale du prélèvement élémentaire en fonction de la taille maximale des grains**

Taille maximale des grains mm	Masse minimale du prélèvement
> 100	30 kg
100	15 kg
50	5 kg
20	2 kg
10	500 g
3	200 g
1	50 g

**NOTES**

1 Les masses du prélèvement se réfèrent à une masse volumique apparente supérieure ou égale à 1 g/cm<sup>3</sup>. Pour des masses volumiques apparentes plus faibles, on peut déterminer la masse du prélèvement en multipliant la valeur numérique du tableau par la masse volumique apparente du matériau.

2 Des accords spéciaux doivent être conclus dans le cas de produits présentant beaucoup de morceaux.

Dans le cas d'une matière prébroyée ou dans le cas d'une matière pré-homogénéisée, la masse minimale du prélèvement élémentaire peut être déterminée à partir, non pas de la taille des grains du plus gros agrégat, mais de la taille maximale des grains de la matière avant la formation des agrégats.

3 Les masses réelles des prélèvements doivent être fonction de l'équipement d'échantillonnage et des essais à réaliser. Ceci est le cas pour les produits non façonnés préparés lorsqu'une détermination des caractères physico-mécaniques doit être faite sur les éprouvettes à partir de ces produits.

**5.2.2** Lorsque la masse du prélèvement élémentaire est fixée, procéder aux prélèvements, de telle façon que tous aient à peu près la même masse.

**5.3 Classement d'une propriété selon l'étendue de ses variations**

**5.3.1** La valeur moyenne et l'écart-type d'échantillonnage d'une propriété donnée, respectivement désignés par  $\mu$  et  $\sigma$ , définissent le coefficient de variation  $\sigma/\mu$  de cette propriété.

Celui-ci, exprimé en pratique en pour cent

$$v = 100\sigma/\mu$$

est utilisé dans la présente Norme internationale pour affecter et définir des classes de variation de la propriété.

**5.3.2** Les valeurs du coefficient de variation sont réparties en trois classes:

0 <  $v$  < 5 % variation faible, classe 1

5 % <  $v$  < 15 % variation moyenne, classe 2

15 % <  $v$  < 30 % forte variation, classe 3

**5.3.3** L'estimation du coefficient de variation nécessite celle de l'écart-type d'échantillonnage,  $\sigma$ , qui s'obtient à partir de résultats d'essais appropriés en leur appliquant la méthode ou l'analyse de la variance.

Ceci fait, l'attribution de la classe de variation d'une propriété est immédiate. On peut être amené à utiliser le coefficient de variation de la propriété le plus critique pour choisir le nombre  $n$  de prélèvements élémentaires d'après le tableau 2.

**5.3.4** Lorsque rien n'est connu du coefficient de variation, ou s'il est supérieur à 30, utiliser les valeurs de la classe 3 (forte variation) du tableau 2 (voir exemples en 5.6).

**5.4 Nombre de prélèvements élémentaires et fidélité d'échantillonnage**

**5.4.1** Déterminer le nombre  $n$  de prélèvements élémentaires à partir d'un caractère du matériau. Ce peut être par exemple, en fonction des conventions passées, le caractère le plus important ou celui qui est affecté du coefficient de variation le plus élevé ( $v$ ).

Le coefficient de variation de la détermination d'une propriété à l'aide de l'échantillon global et résultant de l'échantillonnage s'exprime au moyen du coefficient de variation de l'échantillonnage entre prélèvements élémentaires  $v$ :

$$v_1 = \frac{v}{\sqrt{n}} \quad \dots (1)$$

La fidélité relative de l'échantillonnage pour cette propriété est définie par:

$$\beta_1 = 2v_1 = \frac{2v}{\sqrt{n}} \quad \dots (2)$$

**5.4.2** Le nombre  $n$  des prélèvements élémentaires doit être tel que pour la propriété choisie une certaine fidélité d'échantillonnage  $\beta_1$  soit obtenue:

$$n = \frac{4v^2}{\beta_1^2} \quad \dots (13)$$

**5.4.3** Le nombre de prélèvements élémentaires nécessaires pour obtenir la fidélité d'échantillonnage souhaitée est déterminé en fonction de la classe de variation de qualité de la propriété et de la masse du lot soumis à inspection conformément au tableau 2. La valeur de  $n$  donnée par le tableau 2 est minimale et, en règle générale, le nombre réel des prélèvements ne devrait pas être inférieur à celui de ce tableau.

Par exemple:

— si une fidélité relative d'échantillonnage plus réduite est considérée comme suffisante pour des raisons économiques;

ou

— parce que les valeurs des fidélités relatives de préparation et d'essai sont très grandes;

— ou si une fidélité relative d'échantillonnage plus élevée est exigée,

le nombre de prélèvements nécessaires pour obtenir la fidélité souhaitée peut être calculé au moyen de la formule (3) (voir également article 7).



Lorsque d'autres caractéristiques déterminées à l'aide de l'échantillon global présentent d'autres coefficients de variation que celui de la propriété choisie, leurs fidélités relatives d'échantillonnage diffèrent des valeurs indiquées au tableau 2 et peuvent être calculées par la formule (2).

Si le lot soumis à inspection est livré par des éléments de transport distincts, wagons ou camions, chaque élément de ces moyens de transport devra être l'objet d'un prélèvement élémentaire au moins.

Si le lot soumis à l'inspection est livré dans des unités d'emballage plus petites, sacs, sachets, etc., effectuer les  $n$  prélèvements élémentaires requis par le tableau 2 dans  $n$  unités d'emballage après avoir homogénéisé le contenu de chacune d'elles. Si le nombre des unités d'emballage du lot soumis à inspection est inférieur à  $n$ , le même nombre de prélèvements doit être pris dans chacune des unités d'emballage, ce qui donne un total au moins égal à  $n$ . Le nombre de prélèvements élémentaires par unité d'emballage doit être indiqué.

NOTE — Le coefficient de variation du matériau dans un premier lot devrait être déterminé conformément à l'ISO 8656-2.

On peut aussi effectuer plusieurs prélèvements élémentaires par unité d'emballage pour évaluer soit la dispersion entre les unités d'une livraison, soit la dispersion à l'intérieur de l'unité d'emballage.

**Tableau 2 — Nombre minimal de prélèvements élémentaires et fidélité d'échantillonnage**

Classe des variations du caractère %						<div>(stand</div> <div>Masse du lot <math>m</math></div> <div><a href="https://standards.ish-ai/catalog">https://standards.ish-ai/catalog</a></div> <div><math>10^3</math> kg</div> <div>2023120</div>
Classe 1		Classe 2		Classe 3		
$v < 5$		$5 < v < 15$		$15 < v < 30$		
$n$	$\beta_1$	$n$	$\beta_1$	$n$	$\beta_1$	
4	5,00	4	15,00	8	21,21	$m < 1$
4	5,00	6	12,25	12	17,32	$1 < m < 5$
4	5,00	8	10,61	16	15,00	$5 < m < 10$
6	4,08	12	8,66	24	12,25	$10 < m < 50$
8	3,54	16	7,50	32	10,61	$50 < m < 100$
12	2,89	24	6,12	48	8,66	$100 < m < 500$
16	2,50	32	5,30	64	7,50	$500 < m < 1\ 000$
20	2,24	40	4,74	80	6,71	$1\ 000 < m$

## 5.5 Exécution des prélèvements élémentaires et constitution de l'échantillon global

**5.5.1** Les conditions optimales de justesse de l'échantillonnage sont obtenues lorsqu'on effectue les prélèvements élémentaires sur le matériau en mouvement (voir 4.3 et 4.4). Cependant, lorsque les conditions pratiques de livraison ne le permettent pas, l'échantillonnage peut être réalisé par les méthodes décrites dans l'annexe.

**5.5.2** Les prélèvements élémentaires doivent être répartis sur l'ensemble de la livraison et avoir lieu à des intervalles pondéraux ou temporels réguliers qui ne doivent pas varier pendant la durée d'une opération d'échantillonnage. De plus, on divise la totalité de la livraison en fonction de la masse ou du temps en autant d'intervalles qu'il y a de prélèvements élémentaires à faire. Le premier prélèvement doit être réalisé à un moment choisi de façon aléatoire au sein du premier intervalle à partir de la prise en charge des matières.

NOTE — Le terme pondéral correspond aux intervalles de masse fixés.

**5.5.3** Si on a déjà prélevé le nombre de prélèvements élémentaires prévu avant la fin des opérations de chargement et de déchargement, exécuter des prélèvements supplémentaires en respectant les mêmes intervalles, jusqu'à ce que ce processus soit achevé.

**5.5.4** L'échantillon global est constitué par l'ensemble des prélèvements élémentaires.

**5.5.5** Lorsque la masse requise d'échantillon global est inférieure à la masse nécessaire aux divers essais, augmenter soit la masse du prélèvement élémentaire, soit le nombre de ces prélèvements pour obtenir une quantité suffisante.

## 5.6 Exemples

### 5.6.1 Masse volumique des grains d'un clinker de magnésie-chrome (< 20 mm)

masse du lot: 20 000 kg

$$\left. \begin{array}{l} \text{valeur moyenne: } \approx 3,51 \text{ g/cm}^3 \\ \text{écart type: } \sigma \approx 0,0176 \text{ g/cm}^3 \end{array} \right\} v = \frac{0,0176}{3,51} \times 100 \% = 0,5 \%$$

classe: variation « faible » (classe 1)

masse minimale du prélèvement: 2 kg (voir tableau 1)

nombre d'échantillons élémentaires: 6 (voir tableau 2)

### 5.6.2 Porosité apparente d'une dolomie frittée (< 25 mm)

masse du lot: 2 wagons, 40 000 kg

$$\left. \begin{array}{l} \text{valeur moyenne: } \approx 11,5 \% \\ \text{écart type: } \sigma \approx 0,85 \% \end{array} \right\} v = \frac{0,85}{11,5} \times 100 \% = 7,4 \%$$

classe: variation « moyenne » (classe 2)

masse minimale du prélèvement: 5 kg (voir tableau 1)

nombre d'échantillons élémentaires: 12 (voir tableau 2)

### 5.6.3 Granulométrie d'un béton réfractaire (< 10 mm)

masse du lot: 25 000 kg

a) si l'on s'intéresse seulement à la fraction des particules les plus grosses, dans ce cas  $1,7 \% > 4$  mm, on obtient:

$$\left. \begin{array}{l} \text{valeur moyenne: } 1,70 \% \\ \text{écart type: } 0,42 \% \end{array} \right\} v = \frac{0,42}{1,7} \times 100 \% = 24,7 \%$$

On conclut qu'il s'agit d'une variation « forte » (classe 3).

masse minimale du prélèvement: 500 g (voir tableau 1)

nombre d'échantillons élémentaires: 24 (voir tableau 2)

La détermination de la fraction relativement faible des grosses particules exige un nombre d'échantillons élémentaires assez élevé pour être sûr que l'échantillon global représente suffisamment le lot en ce qui concerne plus particulièrement le faible pourcentage des particules  $> 4$  mm.

b) si l'on s'intéresse à la fraction des particules  $> 2$  mm, dont le pourcentage est de 32,5 on obtient :

$$\left. \begin{array}{l} \text{valeur moyenne: } 32,5 \% \\ \text{écart type: } 4,2 \% \end{array} \right\} v = \frac{4,2}{32,5} \times 100 \% = 12,9 \%$$

On conclut alors qu'il s'agit d'une variation « moyenne » (classe 2).

masse minimale du prélèvement: 500 g (voir tableau 1)

nombre d'échantillons élémentaires: 12 (voir tableau 2)

#### 5.6.4 Analyse chimique d'une magnésie frittée

**Tableau 3 — Classe de variation en fonction de l'oxyde choisi**

Oxydes	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO
$\bar{\mu}$ valeurs moyennes %	1,5	0,73	0,03	1,69	95,76
$\sigma$ écart-type %	0,062	0,071	0,019	0,106	0,19
$v = \frac{\sigma}{\bar{\mu}} \times 100 \%$	4,13	9,7	63,3	6,3	0,20

Selon l'oxyde choisi pour déterminer la classe de variation, on passe de la classe 1 (MgO, SiO<sub>2</sub>) à une classe supérieure à 3 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). On choisira d'un commun accord entre les parties intéressées, l'oxyde caractéristique ou celui dont la valeur est la plus proche de la valeur critique donnée dans les spécifications techniques.

## 6 Constitution et nombre des échantillons pour laboratoire et des prises d'essai pour analyse

La constitution et le nombre des échantillons pour laboratoire à partir de l'échantillon global et des prises d'essai pour la détermination des caractéristiques dépend de la matière et du caractère lui-même. Ceci doit faire l'objet d'accords tels que les opérations de préparation (division, mélangeage et, le cas échéant, broyage) n'aient aucune incidence sur les caractères à déterminer.

Conserver les échantillons pour laboratoire dans des récipients adéquats.

Les informations suivantes doivent être inscrites lisiblement sur l'étiquette et sur une carte placée à l'intérieur du récipient :

- type du matériau et désignation de la livraison ou du lot soumis à l'inspection;
- masse de la livraison;
- taille maximale des grains de l'échantillon;
- nombre de prélèvements élémentaires;
- lieu et date de l'échantillonnage;
- lieu et date de la préparation des échantillons;
- autres détails, si besoin est.

## 7 Fidélité de la détermination d'une caractéristique

NOTE — Les valeurs données pour la précision relative ( $\beta$ ) dans cet article sont des valeurs absolues; cependant, celles données dans les autres articles sont exprimées en pourcentage de la moyenne.

Un lot soumis à l'inspection a subi  $n$  prélèvements élémentaires. Tous ces prélèvements ont été rassemblés pour former l'échantillon global à partir duquel sont constitués, après homogénéisation intensive, les échantillons pour essai servant à  $m$  déterminations du caractère en question.

Soit la valeur  $x_i$  le résultat d'une détermination individuelle ( $i = 1, 2, \dots, m$ ). Il y a trois sources de variations aléatoires :

- l'échantillonnage, avec un écart-type  $\sigma_1$ ;
- la préparation de l'échantillon pour essai, avec un écart-type  $\sigma_2$ ;
- la méthode de détermination du caractère considéré, avec un écart-type  $\sigma_3$ .

La dispersion de l'échantillonnage, exprimé par l'écart-type  $\sigma_1$  et ensuite par son coefficient de variation, est la base principale pour le nombre de prélèvements élémentaires, spécifié dans le tableau 2.

Les éléments  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$ ,  $\sigma_3$ , de la dispersion peuvent être estimés au moyen d'un plan d'essais dont le principe est donné dans l'ISO 8656-2.

Dans le cas où l'on procède à  $m$  déterminations d'une caractéristique, le résultat final est représenté par la moyenne

$$\bar{x} = \frac{1}{m} \times \sum_{i=1}^m x_i$$

La caractéristique recherchée étant ainsi estimée par le moyen de  $m$  déterminations effectuées sur un même échantillon de laboratoire, lui-même obtenu par réduction d'un échantillon global constitué de  $n$  prélèvements élémentaires, la précision de la moyenne de  $m$  déterminations est donnée en fonction des écarts-types  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$ ,  $\sigma_3$  et des nombres  $n$  et  $m$  par la formule

$$\sigma_{\text{tot}} = \sqrt{\frac{\sigma_1^2}{n} + \sigma_2^2 + \frac{\sigma_3^2}{m}}$$

La fidélité relative totale  $\beta$  représentant la variation de la moyenne qui n'est dépassée en valeur relative qu'avec la probabilité 0,05, est donnée par la formule

$$\beta = 2\sigma_{\text{tot}} = \sqrt{\beta_1^2 + \beta_2^2 + \beta_3^2}$$

avec

$$\beta_1 = \frac{2\sigma_1}{\sqrt{n}}, \quad \beta_2 = 2\sigma_2, \quad \beta_3 = \frac{2\sigma_3}{\sqrt{m}}$$

La moyenne  $\bar{x}$  et sa fidélité  $\beta$  permettent de déterminer l'intervalle de confiance à l'intérieur duquel se trouve, avec un niveau de confiance de 95 %, la valeur recherchée du caractère du lot soumis à l'inspection.

$$\bar{x} - 2\sigma_{\text{tot}} < \mu < \bar{x} + 2\sigma_{\text{tot}}$$

soit

$$\bar{x} - \beta < \mu < \bar{x} + \beta$$

## 8 Exemple d'une procédure d'échantillonnage

Une livraison d'argile de 25 tonnes, chargée dans un wagon de chemin de fer doit être échantillonnée pour déterminer par exemple la teneur moyenne en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . La teneur nominale est

de 40 % et la taille maximale des grains (grosceur des morceaux) est de 50 mm. Une détermination précédente de l'écart-type de la teneur en  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a donné une valeur  $v = 3$  %. Conformément au tableau 1, la masse minimale du prélèvement élémentaire est de 5 kg. Pour une livraison pesant de 10 à 50 tonnes et pour un coefficient de variation inférieur à 5, le tableau 2 indique un nombre de prélèvements élémentaires  $n = 6$ , et une fidélité d'échantillonnage de  $\beta_1 = 4,08$  %, c'est-à-dire que pour 4 tonnes d'argile chargées ou déchargées, il faut effectuer un prélèvement élémentaire de 5 kg (après avoir fixé le début du prélèvement de façon aléatoire). On rassemble les 6 prélèvements élémentaires obtenus suivant le plan d'échantillonnage pour former un échantillon global à partir duquel sera constitué l'échantillon de laboratoire.

NOTE — Un exemple illustrant de quelle façon ceci peut être réalisé est donné à la figure 1.

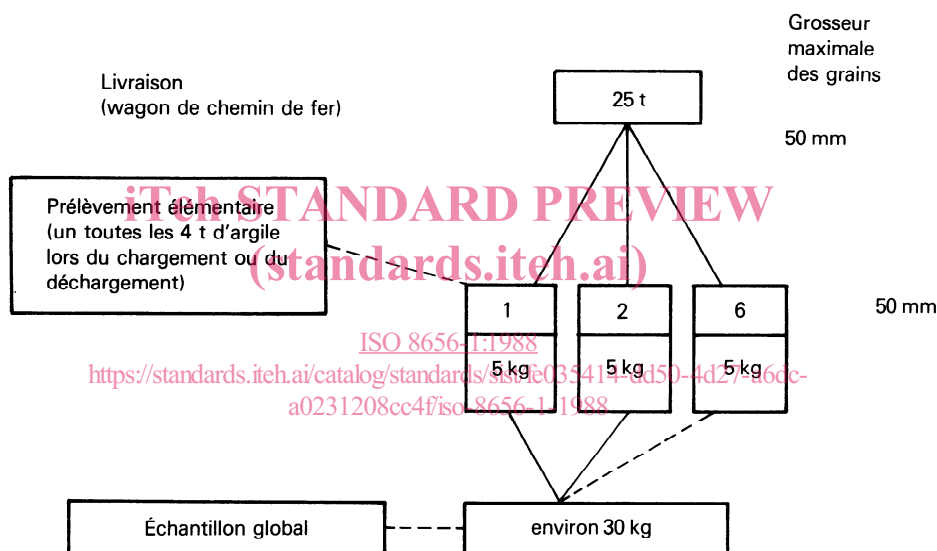


Figure 1 — Exemple de schéma d'échantillonnage (voir article 8)



## Annexe A (normative)

### Modes d'exécution des prélèvements élémentaires

#### A.1 Prélèvement sur bande transporteuse

Pour chaque prélèvement élémentaire, s'il est possible d'arrêter la courroie, on place deux séparations (par exemple, planches) à une distance supérieure ou égale à quatre fois le diamètre maximal des grains ou morceaux.

Collectionner minutieusement tout le matériau qui se trouve entre ces séparations.

Si les installations sont prévues avec un système d'échantillonnage automatique (par exemple, prélèvement en chute d'une bande ou balayage de la bande par un bras articulé), veiller à récupérer la totalité de la masse interceptée.

#### A.2 Prélèvement sur wagon, camion ou container

##### A.2.1 Exécution d'un prélèvement élémentaire

Effectuer chaque prélèvement, dans le cas de matériaux fins, avec un perçoir creux; dans tous les autres cas, à l'aide d'une pelle (de 210 mm × 150 mm × 40 mm environ).

Pour le prélèvement par perçoir, l'enfoncer sur la hauteur entière du chargement.

Pour les prélèvements effectués à l'aide d'une pelle, faire un creux, dans la mesure du possible jusqu'à une profondeur au moins égale à la moitié de la hauteur du chargement, et prélever l'échantillon élémentaire en suivant les parois du creux de bas en haut en évitant que la matière ne déborde de la pelle.

Dans le cas d'une dispersion importante de la granulométrie, déterminer, par accord entre les parties, les modalités de prélèvement en prenant en considération cette dispersion, ce qui peut amener par exemple à prélever à la main les morceaux les plus gros.

##### A.2.2 Points de prélèvement

Le nombre de prélèvements élémentaires étant fixé, disposer les points de prélèvement en quinconce tant pour un seul wagon, camion ou container, que pour un groupe de wagons, camions ou containers (voir exemples à la figure A.1).

Dans le cas d'une dispersion importante de la granulométrie du matériau, il serait souhaitable d'alterner les profondeurs des prélèvements en quinconce, ceux-ci se faisant alternativement à 1/3 de la hauteur, aux 2/3 de la hauteur ou à la base.

#### A.3 Prélèvement des matériaux emballés (masse par limite d'emballage inférieure ou égale à 50 kg)

Isoler du lot pour inspection un nombre de récipients (sacs ou fûts) selon les indications du tableau 2, en les prenant au hasard dans le lot.

Après avoir vidé et mélangé la totalité du contenu des emballages, la diviser à l'aide d'un diviseur à riffle (ou un autre dispositif approprié) et retenir un prélèvement élémentaire dont la masse minimale est donnée au tableau 1.