NORME INTERNATIONALE

ISO 8868

Première édition 1989-09-15

Spaths fluor — Échantillonnage et préparation des échantillons

Fluorspar — Sampling and sample preparation

(standards.iteh.ai)

ISO 8868:1989

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a96923ea-ff9c-40ab-bba3-0b7d4a2ae96e/iso-8868-1989



Sc	mn	naire P	ige	
٩va	int-pro	pos	iv	
1	Doma	ine d'application	1	
2	Défin	itions	1	
3	Mode	opératoire général	2	
	3.1	Mode opératoire général pour l'échantillonnage	2	
	3.2	Mode opératoire général pour la préparation des échantillons	3	
_				
4	des é	pes fondamentaux de l'échantillonnage et de la préparation chantillons	1 ³ ai	
	4.1	Fidélité globale	3	
	4.2	Masse des prélèvements élémentaires	3	
	4.3	Nombre de prélèvements élémentaires et fidélité de l'échantillonnage	3	
	4.4	Méthode pour effectuer les prélèvements élémentaires	4	
	4.5	Fidélité de la préparation des échantillons et fidélité globale	4	
	4.6	Constitution des échantillons	5	
	4.7	Règles de division	5	
	4.8	Méthode de division	5	
	4.9	Utilisation fractionnée et multiple des échantillons	5	
	4.10	Comminution	5	
	4.11	Mélange	5	
	4.12	Préséchage	5	
	4.13	Exigences relatives à l'échantillonnage et à la préparation des échantillons	5	

© ISO 1989

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation Case postale 56 ● CH-1211 Genève 20 ● Suisse Imprimé en Suisse

5	Apparei	llage	6
	5.1 A	ppareillage pour l'échantillonnage	6
	5.2 A	ppareillage pour la préparation des échantillons	7
6	Méthod	e d'échantillonnage	7
	6.1 É	chantillonnage sur courroies transporteuses	7
	6.2 É	chantillonnage sur wagons ou conteneurs	7
	6.3 É	chantillonnage sur bateaux ou tas de stockage	8
	6.4 É	chantillonnage sur la matière logée en sac	8
7		ution des prélèvements élémentaires pour la préparation antillons	8
		Constitution des prélèvements élémentaires effectués par chantillonnage en fonction de la masse	8
		Constitution des prélèvements élémentaires effectués par chantillonnage en fonction du temps	9
8	Méthod	e de division	9
	8.1 N	Méthode de division manuelle des prélèvements élémentaires	9
		Méthode de division manuelle à l'aide d'un diviseur stationnaire fentes multiples	11
	8.3 _{IS} N	Méthode des quartiers	11
	8.4ds N	Méthode au moyen de diviseur 1523. Ob 7.44a2ac96e/sa	11
9	Prépara	tion des échantillons pour essai	12
		réparation des échantillons pour essai en vue de la détermination ranulométrique	12
	_	Préparation des échantillons pour essai en vue de la détermination le l'humidité	12
	9.3 P	Préparation des échantillons pour essai en vue de l'analyse chimique	12
	9.4 F	Répartition des échantillons pour essai en vue de l'analyse chimique	12
	9.5 N	Nouveau broyage de l'échantillon pour essai	12
	9.6 E	xemples de préparation des échantillons	12
10		ge et marquage des échantillons pour essai en vue de e chimique	13
An	nexe A	Exemples de diverses tailles de diviseur stationnaire à fentes	16

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 8868 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 175, Spath fluor.

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale.

8868-108

Spaths fluor — Échantillonnage et préparation des échantillons

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes d'échantillonnage sur un lot de spaths fluor et des méthodes pour la préparation des échantillons prélevés sur ce lot afin de déterminer les caractéristiques de qualité du lot. Elle comprend

- a) la théorie fondamentale;
- b) les principes de base;
- c) les exigences de base relatives au dispositif pour prélèvements et à son fonctionnement.

Des exemples de diverses tailles de diviseur stationnaire à fentes sont donnés dans l'annexe A.

Les méthodes d'échantillonnage et de préparation des échantillons prescrites s'appliquent à toutes les qualités de spaths fluor: spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique, spaths fluor utilisables dans l'industrie céramique et les trois qualités métallurgiques (concentré, briquettes et graviers).

Les méthodes s'appliquent au prélèvement d'échantillons de spaths fluor sur des courroies transporteuses, des wagons ou des conteneurs, des bateaux et des tas de stockage, et sur de la matière logée en sac au moment du chargement et du déchargement du lot.

Les échantillons sont préparés en vue de la détermination des caractéristiques de qualité suivantes:

- a) distribution granulométrique;
- b) humidité;
- c) composition chimique.

2 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

2.1 lot: Quantité définie de spaths fluor, dont on veut déterminer les caractéristiques de qualité.

- 2.2 prélèvement élémentaire: Quantité de spaths fluor prélevée en une seule fois sur une quantité plus importante de spaths fluor. Il existe deux types de prélèvements élémentaires:
 - a) Quantité de spaths fluor prélevée en une seule fois à l'aide d'un appareil d'échantillonnage sur un lot.
 - b) Quantité de spaths fluor prélevée par la méthode de division des prélèvements.
- 2.3 échantillon partiel: Quantité de spaths fluor composée de deux ou plus de deux prélèvements élémentaires effectués sur un lot. Cet échantillon comprend aussi un échantillon composé de deux ou plus de deux prélèvements élémentaires entiers concassés séparément et/ou divisés facultativement, si nécessaire, selon les prescriptions de la présente Norme internationale et avant combinaison.
- 2.4 échantillon composé: Quantité de spaths fluor composée de tous les prélèvements élémentaires effectués sur un lot. Cet échantillon comprend aussi un échantillon composé de tous les prélèvements élémentaires ou tous les échantillons partiels concassés séparément et/ou divisés facultativement, si nécessaire, selon les prescriptions de la présente Norme internationale et avant combinaison.
- **2.5 échantillonnage manuel**: Échantillonnage par intervention de l'homme à l'aide d'appareils d'échantillonnage, y compris des appareils mécaniques.
- **2.6 échantillonnage mécanique:** Échantillonnage à l'aide d'appareils mécaniques.
- **2.7 échantillon pour essai**: Tout échantillon, pour la détermination de la composition chimique, de l'humidité ou de la distribution granulométrique, préparé conformément à la méthode prescrite pour ce type d'échantillon.

 ${\sf NOTE}-{\sf Si}$ la totalité de l'échantillon pour essai est soumise à l'essai, l'échantillon pour essai peut également être appelé «prise d'essai».

2.8 prise d'essai: Partie représentative d'un échantillon pour essai réellement soumise aux essais pour la détermination de la composition chimique, de l'humidité ou de la distribution granulométrique.

- **2.9 échantillon pour analyse chimique:** Échantillon prélevé en vue de la détermination de la composition chimique d'un lot ou d'une partie de lot.
- **2.10 échantillon pour humidité** : Échantillon prélevé en vue de la détermination de l'humidité d'un lot ou d'une partie de lot.
- **2.11** échantillon pour analyse granulométrique: Échantillon prélevé en vue de la détermination de la distribution granulométrique d'un lot ou d'une partie de lot.
- **2.12** granulométrie maximale nominale, w_5 : Dimension de particule correspondant à la dimension de l'ouverture du tamis sur lequel environ 5 % de la masse de spaths fluor sont retenus.
- NOTE La granulométrie maximale nominale d'un lot peut être évaluée soit par connaissance préalable, soit par expérience. Cependant, si aucune information sur le sujet n'est disponible, un examen visuel est acceptable.
- 2.13 échantillonnage stratifié: Échantillonnage d'un lot, qui peut être divisé en plusieurs parties (appelées strates) par des moyens spécifiques, de sorte que les proportions spécifiées pour l'échantillon soient tirées des différentes strates. La méthode s'applique à l'échantillonnage de lots sur des wagons ou des conteneurs et sur des bateaux ou des tas de stockage.
- **2.14** échantillonnage systématique: Échantillonnage au cours duquel les prélèvements élémentaires sont pris sur un lot à intervalles réguliers. Il existe deux types d'échantillonnage systématique:
- **2.14.1** échantillonnage systématique en fonction de la masse: Échantillonnage systématique au cours duquel l'intervalle d'échantillonnage adopté est un intervalle de masse.
- **2.14.2** échantillonnage systématique en fonction du temps: Échantillonnage systématique au cours duquel l'intervalle d'échantillonnage adopté est un intervalle de temps.
- 2.15 échantillonnage à deux degrés: Échantillonnage au cours duquel des unités d'échantillonnage primaires sont d'abord prélevées sur le lot; puis, des unités d'échantillonnage secondaires sont prélevées sur les unités d'échantillonnage primaires déjà choisies. La méthode s'applique à l'échantillonnage sur des wagons ou des conteneurs et sur des matériaux logés en sacs.
- **2.16** coefficient de variation, CV: Rapport de l'écart-type à la valeur absolue de la moyenne arithmétique.
- NOTE Ce rapport peut être exprimé sous forme d'un pourcentage.
- 2.17 préparation de l'échantillon: Opération consistant à préparer l'échantillon pour la détermination des caractéristiques de qualité. Cette opération comprend la division, le concassage, le mélange et parfois le préséchage et elle peut être réalisée à plusieurs niveaux.

- **2.18 division de l'échantillon:** Opération au cours de la préparation des échantillons où la masse d'un échantillon est réduite par division ou extraction.
- **2.19** division en masse proportionnelle: Type de division réalisée pour obtenir des échantillons partiels dont les masses sont proportionnelles aux diverses masses de l'échantillon ou du prélèvement élémentaire à diviser (telles qu'on peut les obtenir en utilisant un diviseur stationnaire à fentes ou des séparateurs mécaniques).
- **2.20 division en masse constante**: Type de division donnant des prélèvements élémentaires divisés dont le coefficient de variation est égal ou inférieur à 20 % dans les cas où le matériau d'origine a un coefficient de variation supérieur à 20 %.
- **2.21 utilisation fractionnée d'un échantillon:** Utilisation séparée de deux parties, ou plus, d'un échantillon divisé en vue de la détermination de deux caractéristiques de qualité, ou plus.
- **2.22 utilisation multiple d'un échantillon**: Utilisation d'un échantillon complet en vue de la détermination d'une caractéristique de qualité, puis du même échantillon dans son intégralité, ou d'une partie de cet échantillon, en vue de la détermination d'une autre caractéristique de qualité.

3 Mode opératoire général

3.1 Mode opératoire général pour l'échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué au moment du transfert d'un lot.

Le mode opératoire général pour l'échantillonnage doit être le suivant:

- a) identifier le lot à échantillonner;
- b) déterminer la granulométrie maximale nominale du lot;
- c) déterminer la masse des prélèvements élémentaires en fonction de la granulométrie maximale nominale;
- d) déterminer le nombre minimal de prélèvements élémentaires à effectuer sur le lot;
- e) déterminer le type d'intervalle à adopter pour effectuer les prélèvements élémentaires dans le cas d'un échantillonnage systématique et stratifié, et l'intervalle à adopter pour le choix des wagons ou conteneurs ou des sacs dans le cas d'un échantillonnage à deux degrés;
- f) déterminer l'endroit pour l'échantillonnage et la méthode à utiliser pour effectuer les prélèvements élémentaires;
- g) effectuer les prélèvements élémentaires durant toute la période de manipulation du lot.

3.2 Mode opératoire général pour la préparation des échantillons

Les échantillons pour essai en vue des déterminations requises doivent être préparés à partir des prélèvements élémentaires conformément au mode opératoire général suivant:

- a) déterminer si l'échantillon pour essai doit être préparé à partir de chaque prélèvement élémentaire ou de chaque échantillon partiel ou de l'échantillon composé conformément aux exigences pour la détermination des caractéristiques de qualité;
- b) déterminer si l'échantillon doit être utilisé fractionné ou plusieurs fois;
- c) choisir la méthode de division de l'échantillon à utiliser à chaque stade de préparation;
- d) établir le schéma de préparation des échantillons comprenant les différents stades: division, concassage, mélange et préséchage (si nécessaire);
- e) préparer l'échantillon pour essai conformément à la méthode mentionnée en d).

4 Principes fondamentaux de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons

4.1 Fidélité globale

Les méthodes exposées dans la présente Norme internationale sont prévues pour atteindre la fidélité globale indiquée dans le tableau 1, avec une probabilité de 95 %, compte tenu des valeurs moyennes de la teneur en fluorure de calcium, de la teneur en silice, de l'humidité et de la granulométrie inférieure à 5 mm d'un lot. Toutefois, la fidélité globale désirée peut être convenue entre les parties intéressées.

La fidélité globale obtenue est la combinaison de la fidélité de l'échantillonnage, de la fidélité de la préparation de l'échantillon et de la fidélité du mesurage et dépend également de la méthode de constitution des échantillons et du nombre de déterminations (voir 4.5).

4.2 Masse des prélèvements élémentaires

4.2.1 La masse minimale de chaque prélèvement élémentaire est indiquée dans le tableau 2, en fonction de la granulométrie maximale nominale d'un lot.

Tableau 2 — Masse minimale des prélèvements élémentaires

Granulométrie maxi- male nominale, w ₅ mm	Masse minimale des prélève- ments élémentaires kg
160 < w ₅	30
$100 < w_5 < 160$	20
$50 < w_5 < 100$	10
$20 < w_5 \le 50$	5
$10 < w_5 \le 20$	2
$w_5 < 10$	1

4.2.2 Les prélèvements élémentaires doivent être effectués de façon à s'assurer qu'ils sont de «masse sensiblement égale», c'est-à-dire que la variation en masse doit être inférieure à 20 %, mesurée en coefficient de variation. Toutefois, lorsqu'on applique l'échantillonnage systématique en fonction du temps, la masse de chaque prélèvement élémentaire doit être proportionnelle au courant de spaths fluor.

4.3 Nombre de prélèvements élémentaires et fidélité de l'échantillonnage

4.3.1 Le nombre minimal de prélèvements élémentaires effectués sur un lot en vue d'atteindre la fidélité d'échantillonnage désirée doit être tel qu'indiqué dans le tableau 3 en fonction de la masse du lot.

Tableau 3 — Nombre minimal de prélèvements élémentaires, $N_{\rm min}$, et fidélité de l'échantillonnage (écart-type), $\sigma_{\rm S}$, pour la teneur en fluorure de calcium au niveau de confiance de 95 %, applicables à toutes les qualités de spaths fluor

Masse du lot, <i>m</i> ,	Graviers et briquettes		Concentré, acide et céramique	
en tonnes	N_{min}	σ_{S}	N _{min}	σ_{S}
13 000 < m	160	0,4	40	0,3
$6400 < m \le 13000$	120	0,5	30	0,4
$3\ 200 < m \le 6\ 400$	80	0,6	20	0,4
1 600 < m < 3 200	60	0,8	15	0,5
$750 < m \le 1600$	40	1	10	0,6
$350 < m \le 750$	30	1,1	7	0,8
$150 < m \le 350$	20	1,3	5	0,9
<i>m</i> ≤ 150	10	1,6	4	1

Tableau 1 - Fidélité globale

Caractéristique	Fidélité pour les qualités de spaths fluor %			
de qualité	Acide et céramique	Métallurgique		
		concentré	briquettes et graviers	
Teneur en fluorure de calcium	0,5	1	1	
Teneur en silice	0,05	0,8	0,8	
Humidité	0,5	0,2	0,2	
Granulométrie inférieure à 5 mm, 10 % en moyenne	_	_	5	

4.3.2 Les valeurs de fidélité de l'échantillonnage, σ_s , pour la teneur en fluorure de calcium, indiquées dans le tableau 3, ont été déterminées en fonction du nombre minimal correspondant de prélèvements élémentaires stipulés dans ce même tableau.

4.4 Méthode pour effectuer les prélèvements élémentaires

- 4.4.1 Chaque prélèvement élémentaire doit être recueilli en une seule fois, par un seul mouvement de l'appareil pour échantillonner. Toutefois, si cela s'avère difficile à réaliser, le prélèvement élémentaire peut être effectué à la suite de plusieurs mouvements de l'appareil pour échantillonner en un point pris au hasard (avec une probabilité équivalente). Il faut mettre en évidence que cette dernière méthode ne présente aucune erreur systématique avec chaque type d'appareil pour échantillonner dans chaque qualité de spaths fluor avant d'être utilisée.
- 4.4.2 Les prélèvements élémentaires doivent être effectués de manière qu'ils soient de «masse sensiblement égale», comme décrit en 4.2.2. Lorsque les prélèvements élémentaires ne peuvent pas être effectués avec une «masse sensiblement égale», chaque prélèvement élémentaire doit être préparé séparément et les caractéristiques de qualité de chaque prélèvement élémentaire doivent également être déterminées. Il est possible également, à un stade approprié de la préparation des échantilons, de combiner les prélèvements élémentaires divisés de masse sensiblement égale en un échantillon partiel ou en l'échantillon composé du lot. Toutefois, lorsqu'on effectue un échantillonnage systématique en fonction du temps, la masse de chaque prélèvement élémentaire doit être proportionnelle au courant de spaths fluor.
- **4.4.3** Lorsque la masse calculée de l'échantillon est inférieure à celle requise pour la préparation des échantillons pour essai (pour la détermination de la distribution granulométrique, etc.), la masse de chaque prélèvement élémentaire et/ou le nombre de prélèvements élémentaires à recueillir doivent être augmentés.

4.5 Fidélité de la préparation des échantillons et fidélité globale

- **4.5.1** La préparation des échantillons doit être effectuée conformément aux articles 7, 8 et 9.
- **4.5.2** La fidélité globale, mesurée par l'écart-type, $\sigma_{\rm SPM}$, pour les cas où la division et le mesurage sont effectués sur l'échantillon composé ou sur chaque échantillon partiel ou sur chaque prélèvement élémentaire, peut être calculée comme suit.
- **4.5.2.1** Lorsque l'échantillon composé est constitué pour un lot donné et que l déterminations (par exemple analyses chimiques) sont effectuées sur cet échantillon composé, la fidélité globale sera

$$\sigma_{\text{SPM}}^2 = \sigma_{\text{S}}^2 + \sigma_{\text{P}}^2 + \frac{\sigma_{\text{M}}^2}{l}$$

οù

 $\sigma_{\rm S}~$ est la fidélité de l'échantillonnage, mesurée par l'écarttype:

 σ_{P} est la fidélité de la préparation de l'échantillon, mesurée par l'écart-type, comprenant les premiers stades de préparation de l'échantillon composé en vue de l'échantillon ou des échantillons pour essai;

 $\sigma_{\rm M}$ est la fidélité du mesurage, mesurée par l'écart-type.

4.5.2.2 Lorsque k échantillons partiels, chaque échantillon partiel étant constitué d'un nombre égal de prélèvements élémentaires, sont prélevés et que l déterminations sont effectuées sur chaque échantillon partiel, la fidélité globale sera

$$\sigma_{\mathsf{SPM}}^2 = \sigma_{\mathsf{S}}^2 + \frac{\sigma_{\mathsf{P}}^2 + \frac{\sigma_{\mathsf{M}}^2}{l}}{k}$$

où σ_P est la fidélité de la préparation des échantillons, mesurée par l'écart-type, comprenant les stades de préparation de l'échantillon partiel pour constituer l'échantillon ou les échantillons pour essai.

De plus, lorsque les k échantillons partiels mentionnés ci-dessus sont combinés pour ne former qu'un échantillon composé à un stade approprié (par exemple granulométrie inférieure à 10 mm) après la préparation de chaque échantillon, et que l déterminations sont effectuées sur l'échantillon composé, la fidélité globale sera

$$\sigma_{\text{SPM}}^2 = \sigma_{\text{S}}^2 + \frac{\sigma_{\text{P1}}^2}{k} + \sigma_{\text{P2}}^2 + \frac{\sigma_{\text{M}}^2}{l}$$

οù

 σ_{P1} est la fidélité de la préparation des échantillons, mesurée par l'écart-type, comprenant les stades allant de la division des échantillons partiels à la constitution de l'échantillon composé;

 $\sigma_{\rm P2}$ est la fidélité de la préparation des échantillons, mesurée par l'écart-type, comprenant les stades de préparation de l'échantillon ou des échantillons pour essai à partir de l'échantillon composé.

4.5.2.3 Lorsque / déterminations sont effectuées sur chaque prélèvement élémentaire, la fidélité globale sera

$$\sigma_{\text{SPM}}^2 = \sigma_{\text{S}}^2 + \frac{\sigma_{\text{P}}^2 + \frac{\sigma_{\text{M}}^2}{l}}{N}$$

οù

 $\sigma_{\rm P}~$ est la fidélité de la préparation des échantillons, mesurée par l'écart-type, comprenant les stades de préparation de l'échantillon ou des échantillons pour essai à partir des prélèvements élémentaires;

N est le nombre de prélèvements élémentaires.

De plus, lorsque tous les prélèvements élémentaires sont combinés pour ne former qu'un échantillon composé à un stade approprié (par exemple granulométrie inférieure à 10 mm) après la préparation de chaque échantillon, et que / déterminations sont effectuées sur l'échantillon composé, la fidélité globale sera

$$\sigma_{\text{SPM}}^2 = \sigma_{\text{S}}^2 + \frac{\sigma_{\text{P1}}^2}{N} + \sigma_{\text{P2}}^2 + \frac{\sigma_{\text{M}}^2}{I}$$

οù

 σ_{P1} est la fidélité de la préparation des échantillons, mesurée par l'écart-type, comprenant les stades de préparation de l'échantillon composé à partir des prélèvements élémentaires:

 σ_{P2} est la fidélité de la préparation des échantillons, mesurée par l'écart-type, comprenant les stades de préparation de l'échantillon pour essai à partir de l'échantillon composé.

4.6 Constitution des échantillons

Lorsque les échantillons sont constitués à partir des prélèvements élémentaires, il faut tenir compte

- a) des caractéristiques de qualité à déterminer;
- b) de la fidélité globale à atteindre;
- c) du coefficient de variation, CV, en masse des prélèvements élémentaires effectués lors de l'échantillonnage en fonction de la masse.

4.7 Règles de division

Afin d'obtenir une fidélité acceptable pour la préparation des échantillons, les aspects suivants de la division doivent être pris en compte:

- a) granulométrie maximale nominale de l'échantillon à diviser;
- b) masse minimale de l'échantillon après division spécifiée pour chaque caractéristique de qualité à déterminer;
- c) méthode de division à adopter.

4.8 Méthode de division

Une ou plusieurs des méthodes de division des échantillons suivantes doivent être appliquées, séparément ou conjointement:

- a) méthode de division des prélèvements à la main (voir 8.1, méthode de la tablette de chocolat);
- b) méthode utilisant un diviseur stationnaire à fentes (voir 8.2);
- c) méthode des quartiers (voir 8.3);
- d) méthode de division mécanique (voir 8.4).

4.9 Utilisation fractionnée et multiple des échantillons

Lorsqu'un échantillon prélevé sur un lot satisfait aux exigences respectives pour la détermination des caractéristiques de qualité, l'échantillon peut être utilisé de manière fractionnée ou plusieurs fois pour obtenir des échantillons pour essais en vue de l'analyse chimique, la détermination de l'humidité et l'analyse granulométrique.

4.10 Comminution

Le concassage et le broyage doivent être effectués au moyen de concasseurs et de broyeurs appropriés à la dimension et à la dureté des particules de spaths fluor. Les concasseurs et les broyeurs devraient être nettoyés avec du spath fluor de même origine.

Il convient de veiller à n'introduire aucune modification dans la composition chimique, l'hydratation, etc., du spath fluor.

4.11 Mélange

En mélangeant vigoureusement l'échantillon, celui-ci devient homogène et l'on peut par conséquent atténuer les erreurs systématiques dont est entachée la division de l'échantillon. Le mélange peut être effectué avec un mélangeur mécanique ou à la main. Le mélangeur doit être choisi en fonction de l'échantillon et de la granulométrie.

4.12 Préséchage

Lorsque l'échantillon est très humide ou gluant et qu'il ne peut pas être préparé, il peut être préséché à l'air ou dans une étuve, à une température de 105 °C \pm 5 °C, afin de permettre une préparation plus facile de l'échantillon.

4.13 Exigences relatives à l'échantillonnage et à la préparation des échantillons

- **4.13.1** L'échantillonnage et la préparation des échantillons doivent être effectués de manière qu'il n'y ait ni contamination de l'échantillon, ni introduction de matières étrangères dans l'échantillon, ni modification des caractéristiques de qualité.
- **4.13.2** Des contrôles pour vérifier la fidélité et les erreurs systématiques doivent être effectués de temps à autre sur les méthodes d'échantillonnage et de préparation des échantillons, afin que soient décelées, dans les résultats, des erreurs significatives dues à ces méthodes.

5 Appareillage

5.1 Appareillage pour l'échantillonnage

Il faut disposer d'un appareil pour échantillonner pouvant prélever la masse requise du prélèvement élémentaire sans introduire d'erreur systématique. Si un préleveur du type pelle est utilisé comme appareil pour échantillonner, pour effectuer des prélèvements élémentaires sur un lot, il convient qu'il soit conforme

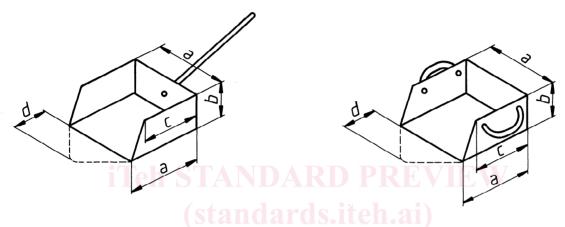
au type et aux dimensions indiqués sur la figure 1 et dans le tableau 4.

NOTE — D'autres appareils pour échantillonner, y compris des appareils semi-mécaniques et des échantillonneurs mécaniques, peuvent être utilisés pour effectuer les prélèvements élémentaires. Il convient que ces appareils aient une ouverture minimale équivalente à la dimension a indiquée dans le tableau 4 ou à au moins trois fois la granulométrie maximale nominale.

5.2 Appareillage pour la préparation des échantillons

Pour la préparation des échantillons, il faut disposer de l'appareillage suivant:

a) concasseurs et broyeurs;



NOTE — Le préleveur du type pelle peut posséder un bord triangulaire qui peut s'avérer pratique pour introduire la pelle dans le spath fluor. Toutefois, il convient de couper le bord triangulaire des pelles pour la division des prélèvements élémentaires et ces pelles peuvent être identifiées par la lettre D accompagnant le numéro de la pelle (voir tableaux 4 et 7).

Figure 1 - Exemples de pelles de prélèvement

Tableau 4 - Dimensions des pelles de prélèvement

Pelle nº	Granulométrie maximale nominale mm	Dimensions de la pelle de prélèvement mm			
"		а	b	С	d
150D	150	450	190	380	170
125D	125	380	160	320	150
100D	100	300	130	260	120
70D	71	200	100	170	80
50D	50	150	75	130	65
40D	40	120	65	100	50
30D	31,5	90	50	80	40
20D	22,4	80	45	70	35
15D	16	70	40	60	30
10D	10	60	35	50	25
5D	5	50	30	40	0
3D	2,8	40	25	35	0
1D	1	30	15	25	0
0,5D	0,5	20	10	20	0
0,25D	0,25	15	10	12	0

- b) dessiccateurs, si nécessaire, dans lesquels la température en tout point peut être réglée à \pm 5 °C de la température désirée;
- c) mélangeurs, si nécessaire;
- d) diviseurs stationnaires à fentes, dont les détails sont donnés dans l'annexe;
- e) pelles pour la division des prélèvements, dont les détails sont donnés à la figure 1 et dans le tableau 4;
- f) matériel pour la préparation mécanique des échantillons, si nécessaire.

6 Méthode d'échantillonnage

La méthode d'échantillonnage des prélèvements élémentaires doit être celle prescrite en 6.1, en 6.2, en 6.3 ou en 6.4, selon le cas.

6.1 Échantillonnage sur courroies transporteuses

- **6.1.1** Lorsque le prélèvement élémentaire est effectué sur la courroie arrêtée, une section de longueur adéquate doit être prélevée dans le sens du courant de spaths fluor et dans la totalité de la largeur et de l'épaisseur du courant de spaths fluor à l'emplacement spécifié. La «longueur adéquate» doit être suffisante pour assurer le prélèvement d'une masse minimale de prélèvement élémentaire, comme prescrit dans le tableau 2, et doit être égale à plus de trois fois la granulométrie maximale nominale et au moins supérieure à la largeur de la plus petite pelle de prélèvement, à savoir 60 mm.
- **6.1.2** Lorsque le prélèvement élémentaire est effectué sur une courroie en mouvement, la totalité de la largeur et de l'épaisseur du courant de spaths fluor doit être prélevée au moyen d'un appareil semi-mécanique ou d'un échantillonneur mécanique à travers le courant en chute libre.
- **6.1.3** Lorsqu'il est reconnu que la ségrégation granulométrique n'a pas d'effet significatif à l'endroit de l'échantillonnage et si le courant est continu et régulier, chaque prélèvement élémentaire peut être effectué à partir de points pris au hasard sur la courroie arrêtée ou sur le courant en chute libre.
- **6.1.4** L'intervalle pour effectuer les prélèvements élémentaires doit être uniforme, en fonction de la masse, pour tout le lot et ne doit pas être modifié pendant la durée de l'échantillonnage.
- **6.1.4.1** L'intervalle de masse entre les prises de prélèvements élémentaires doit être calculé à l'aide de la formule

$$\Delta m = \frac{m}{N_{\min}}$$

οù

 Δm est l'intervalle de masse, en tonnes, entre les prises de prélèvements;

m est la masse, en tonnes, du lot;

 $N_{\rm min}$ est le nombre minimal de prélèvements élémentaires prescrit en 4.3.1.

- **6.1.4.2** L'intervalle de masse réel entre les prises de prélèvements élémentaires doit être fixé pour être inférieur à l'intervalle de masse, Δm , calculé comme décrit en 6.1.4.1, en tenant compte de la facilité de mise en œuvre.
- **6.1.4.3** Si le courant de spaths fluor est régulier, l'intervalle de masse peut être converti en un intervalle de temps équivalent.
- **6.1.5** L'intervalle de prises de prélèvements élémentaires lors d'un échantillonnage systématique en fonction du temps devrait être inférieur à l'intervalle de temps équivalent pour un échantillonnage en fonction de la masse.
- **6.1.6** Le premier prélèvement élémentaire doit être effectué après manipulation d'un tonnage pris au hasard lors du premier intervalle consécutif au début de la manipulation.
- **6.1.7** Les prélèvements élémentaires doivent être effectués par la suite à intervalle fixe jusqu'à la fin de la manipulation du lot.

6.2 Échantillonnage sur wagons ou conteneurs

6.2.1 Choix des wagons et conteneurs et nombre de prélèvements élémentaires à effectuer

- **6.2.1.1** Lorsque le nombre de wagons ou de conteneurs constituant un lot est supérieur ou égal au nombre minimal de prélèvements élémentaires prescrit en 4.3.1, un nombre de wagons ou de conteneurs égal au nombre de prélèvements élémentaires doit être choisi de façon systématique ou pris au hasard. Un ou plusieurs prélèvements doivent être effectués sur chaque wagon ou conteneur ainsi sélectionné.
- **6.2.1.2** Lorsque le nombre de wagons ou de conteneurs constituant un lot est inférieur au nombre minimal de prélèvements élémentaires prescrit en 4.3.1, le nombre minimal de prélèvements élémentaires doit être divisé par le nombre de wagons ou de conteneurs, le résultat doit être arrondi au nombre entier supérieur et ce nombre de prélèvements élémentaires doit être effectué sur chaque wagon ou conteneur.

6.2.2 Méthode pour effectuer des prélèvements élémentaires sur des wagons ou des conteneurs

- **6.2.2.1** Les prélèvements élémentaires doivent être effectués au hasard sur de nouvelles surfaces de spaths fluor nouvellement exposées durant le chargement ou le déchargement des wagons ou des conteneurs.
- **6.2.2.2** Lorsqu'il est possible qu'une erreur systématique se soit introduite dans le spath fluor contenu dans le wagon ou le conteneur entre le sommet et le fond, entre l'avant et l'arrière ou entre le côté gauche et le côté droit, il est recommandé d'effectuer des prélèvements élémentaires sur chaque strate