
**Combustibles minéraux solides —
Échantillonnage mécanique sur minéraux
en mouvement —**

**Partie 2:
Coke**

iTeh STANDARD PREVIEW
Solid mineral fuels — Mechanical sampling from moving streams —
(Part 2: Coke)
(standards.iteh.ai)

ISO 9411-2:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df103598-cbc1-4f65-88e8-03865395b4cf/iso-9411-2-1993>



Sommaire

	Page
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Définitions	2
4 Élaboration d'un plan d'échantillonnage	6
5 Méthodes d'échantillonnage.....	18
6 Méthodes de préparation des échantillons	22
7 Conception des systèmes d'échantillonnage mécanique	39
8 Minimisation de l'erreur systématique.....	48
Annexe A (normative) Méthodes permettant de déterminer la variance du prélèvement primaire et de contrôler la fidélité à l'aide d'un échantillonnage multiple	51
Annexe B (normative) Méthodes d'essais relatives à l'erreur systématique	66
Annexe C (informative) Exemples de calculs statistiques	97

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9411-2:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df103598-cbc1-4f65-88e8-03865395b4cf/iso-9411-2-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df103598-cbc1-4f65-88e8-03865395b4cf/iso-9411-2-1993>

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Version française tirée en 1997

Imprimé en Suisse

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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9411-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*, sous-comité SC 4, *Échantillonnage*.

L'ISO 9411 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Combustibles minéraux solides — Échantillonnage mécanique sur minéraux en mouvement*.

— *Partie 1: Charbon*

— *Partie 2: Coke*

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente partie de l'ISO 9411. L'annexe C est donnée uniquement à titre d'information.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9411-2:1993
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df103598-cbc1-4f65-88e8-03865395b4cf/iso-9411-2-1993>

Introduction

L'échantillonnage mécanique sur du coke en mouvement a remplacé de plus en plus les méthodes manuelles d'échantillonnage sur coke et les pratiques recommandées pour l'échantillonnage mécanique dans les Normes internationales font, par conséquent, l'objet d'une révision.

Bien que l'échantillonnage mécanique soit basé sur des principes théoriques, il s'appuie aussi, dans une très large mesure, sur l'expérience pratique. Les informations fournies dans la présente partie de l'ISO 9411 proviennent de cette expérience dans plusieurs pays.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9411-2:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df103598-cbc1-4f65-88e8-03865395b4cf/iso-9411-2-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df103598-cbc1-4f65-88e8-03865395b4cf/iso-9411-2-1993>

Combustibles minéraux solides — Échantillonnage mécanique sur minéraux en mouvement —

Partie 2: Coke

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 9411 spécifie les pratiques recommandées pour l'échantillonnage mécanique des combustibles minéraux solides en mouvement. Elle a été principalement élaborée dans le but de fournir un guide pour les échantillonneurs sur minéraux tombant en chute libre. La présente partie de l'ISO 9411 s'applique à l'échantillonnage mécanique de coke en mouvement à des fins d'essais physiques, d'analyses générales et de détermination de l'humidité du coke. Les méthodes de préparation de ces échantillons sont également décrites. Elle évoque également les problèmes particuliers rencontrés, et les limitations imposées, dans la préparation des échantillons à des fins de détermination des propriétés physiques. L'ISO 9411-1 traite, de manière analogue, des méthodes d'échantillonnage du charbon et de la préparation des échantillons de charbon.

Outre l'extraction des prélèvements primaires et la division des prélèvements primaires, la présente partie de l'ISO 9411 décrit le broyage et la division en continu à un seul étage de l'échantillon pour humidité.

Les méthodes de contrôle de la fidélité globale de l'échantillonnage, les essais relatifs à la justesse et les méthodes statistiques générales sont respectivement comprises dans les annexes A, B et C. Si nécessaire, les méthodes de contrôle des erreurs de préparation des échantillons peuvent être trouvées dans l'ISO 9411-1.

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 9411. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 9411 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 565	1990	<i>Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.</i>
ISO 2309	1990	<i>Coke — Échantillonnage.</i>
ISO 3310-1	1990	<i>Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques.</i>
ISO 5725	1986	<i>Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.</i>
ISO 9411-1	1994	<i>Combustibles minéraux solides — Échantillonnage mécanique sur minéraux en mouvement — Partie 1: Charbon.</i>

3 Définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 9411, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 justesse: Étroitesse de l'accord entre une observation et la valeur «vraie».

NOTE 1 Il convient de ne pas confondre la justesse d'un résultat avec sa fidélité.

3.2 erreur systématique: Erreur systématique conduisant à des résultats constamment supérieurs ou inférieurs à la valeur «vraie».

3.3 coefficient de variation: Écart-type s , exprimé en pourcentage de la valeur absolue de la moyenne arithmétique, $|\bar{x}|$.

NOTE 2 Ce terme est habituellement désigné par v :

$$v = \frac{s}{|\bar{x}|} \times 100$$

3.4 échantillon commun: Échantillon collecté pour plus d'une seule utilisation.

iTeh STANDARD PREVIEW

3.5 division à masse constante: Méthode de division d'un prélèvement élémentaire ou d'un échantillon dans laquelle les portions retenues à partir de prélèvements élémentaires individuels, d'échantillons partiels ou d'échantillons globaux présentent une masse uniforme.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df103598-cbc1-4f65-88e8-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df103598-cbc1-4f65-88e8-03865395b4cf/iso-9411-2-1993)

3.6 coefficient de corrélation: Mesure du degré de corrélation entre les membres d'ensembles appariés.

3.7 coupe: Prélèvement élémentaire réalisé par un diviseur d'échantillon.

3.8 préleveur: Dispositif mécanique permettant d'effectuer un prélèvement élémentaire unique de coke.

3.9 prélèvement élémentaire divisé: Portion obtenue par la division d'un prélèvement élémentaire afin de réduire sa masse.

NOTE 3 Ce type de division peut être réalisé avec ou sans réduction préalable des dimensions.

3.10 échantillonnage dédoublé: Cas particulier d'échantillonnage subdivisé présentant seulement deux échantillons subdivisés.

3.11 erreur: Différence entre l'observation et la valeur «vraie», qui peut être qualifiée d'erreur systématique (biais) ou d'erreur aléatoire.

NOTE 4 Les procédures d'échantillonnage, de préparation des échantillons et d'analyse ne sont pas nécessairement parfaites et les observations seront dispersées autour des valeurs «vraies».

3.12 division à taux fixe: Méthode de division d'un prélèvement élémentaire ou d'un échantillon dans laquelle les portions retenues à partir des prélèvements élémentaires individuels, des échantillons partiels ou des échantillons globaux présentent une masse proportionnelle à la masse de prélèvement élémentaire, de l'échantillon partiel ou de l'échantillon global.

3.13 échantillon pour analyse générale: Échantillon, broyé de manière à passer à travers un tamis dont les mailles présentent une dimension nominale de 212 µm conformément à l'ISO 3310-1, et utilisé pour la détermination de la plupart des caractéristiques chimiques principales du coke.

3.14 échantillon global: Quantité de coke constituée par tous les prélèvements élémentaires ou tous les échantillons partiels prélevés à partir d'un échantillon, soit à l'état brut, soit après réduction et/ou broyage de chaque prélèvement élémentaire.

3.15 prélèvement élémentaire: Quantité de coke collectée en une opération du dispositif de prélèvement.

iTeh STANDARD PREVIEW

3.16 échantillon pour laboratoire: Échantillon préparé à partir de l'échantillon global ou d'un échantillon partiel, tel que livré au laboratoire, et à partir duquel des échantillons supplémentaires sont préparés en vue des essais.

ISO 9411-2:1993

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df103598-cbc1-4f65-88e8-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df103598-cbc1-4f65-88e8-03865395b4cf/iso-9411-2-1993)

[03865395b4cf/iso-9411-2-1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df103598-cbc1-4f65-88e8-03865395b4cf/iso-9411-2-1993)

3.17 lot: Quantité déterminée de coke pour laquelle la qualité globale par rapport à une fidélité particulière doit être déterminée.

3.18 échantillonnage manuel: Collecte de prélèvements élémentaires faisant intervenir l'effort humain.

3.19 échantillonnage basé sur la masse: Prise de prélèvements élémentaires dans des intervalles de masse uniformes répartis dans les unités à échantillonner.

NOTE 5 Chaque prélèvement élémentaire ou prélèvement élémentaire divisé constituant l'échantillon partiel ou l'échantillon global devrait présenter une masse quasiment uniforme.

3.20 échantillonnage mécanique: Collecte de prélèvements élémentaires par des moyens mécaniques.

3.21 échantillon pour humidité: Échantillon spécialement prélevé en vue de déterminer l'humidité totale et, le cas échéant, d'effectuer une analyse générale.

3.22 dimension maximale nominale: Tamis le plus fin, dans la gamme comprise dans la série R 20 (se reporter à l'ISO 565, maille carrée), retenant 5 % maximum de l'échantillon.

NOTE 6 Bien que, tout au long de la présente partie de l'ISO 9411, il soit fait référence aux dimensions des tamis à maille carrée, il est possible d'obtenir une équivalence pour un tamis à maille ronde en multipliant l'ouverture de la maille carrée par 1,17.

3.23 préparation séparée de l'échantillon: Préparation de l'échantillon réalisée manuellement ou à l'aide d'un dispositif mécanique non intégré au système d'échantillonnage mécanique.

3.24 préparation de l'échantillon en continu: Préparation de l'échantillon à l'aide d'un dispositif mécanique intégré au système d'échantillonnage.

3.25 valeur aberrante: Résultat qui semble en contradiction avec les autres résultats obtenus à partir du même coke et qui amène à penser qu'une erreur est intervenue au niveau de l'échantillonnage, de la préparation de l'échantillon ou de l'analyse.

3.26 échantillon partiel: Échantillon représentatif d'une partie de l'unité à échantillonner et constitué en vue de préparer des échantillons pour laboratoire ou des échantillons pour essais.

NOTE 7 Il est possible d'obtenir des échantillons partiels en regroupant tous les prélèvements élémentaires provenant de l'unité à échantillonner en deux ou plusieurs ensembles, chacun d'entre eux étant constitué de prélèvements élémentaires successifs dont le nombre doit être différent pour chaque ensemble.

ISO 9411-2:1993

3.27 échantillon pour analyse physique: Échantillon spécialement prélevé en vue de la détermination des caractéristiques physiques telles que, par exemple, les indices de résistance physique ou l'analyse granulométrique.

3.28 fidélité: Étroitesse de l'accord entre les observations faites au sein d'un ensemble.

NOTE 8 Une détermination peut être réalisée avec une grande fidélité et l'écart-type entre un certain nombre de déterminations réalisées sur la même unité à échantillonner peut, par conséquent, être faible, mais les résultats ne seront fidèles que s'ils sont exempts d'erreur systématique.

3.29 prélèvement primaire: Prélèvement élémentaire réalisé au premier étage de l'échantillonnage, avant toute division et/ou réduction de l'échantillon.

3.30 erreur aléatoire: Erreur présentant une probabilité équivalente d'être positive ou négative.

NOTE 9 La moyenne des erreurs aléatoires résultant d'une série d'observations tend vers zéro au fur et à mesure que le nombre d'observations augmente.

3.31 plage: Différence entre la valeur la plus élevée et la valeur la plus faible résultant d'un certain nombre d'observations.

3.32 masse de prélèvement de référence: Masse moyenne minimale d'un prélèvement élémentaire qu'il convient de prendre lorsque l'on effectue des prélèvements primaires ou des prélèvements divisés sur courant de coke, avec un échantillonneur mécanique.

3.33 erreur systématique significative: Erreur systématique présentant une importance pratique, qu'elle soit économique, scientifique, juridique ou sociale.

3.34 échantillonnage subdivisé: Réalisation, dans l'unité à échantillonner, de prélèvements élémentaires qui sont, tour à tour, combinés dans différents conteneurs de manière à constituer deux ou plusieurs échantillons de masse approximativement équivalentes, chacun d'entre eux étant représentatif de la totalité de l'unité à échantillonner.

3.35 division de l'échantillon: Lors de la préparation de l'échantillon, processus par lequel l'échantillon est divisé en portions séparées, l'une ou plusieurs d'entre elles étant retenue.

3.36 préparation de l'échantillon: Processus permettant d'amener les échantillons à l'état requis pour l'analyse ou les essais.

NOTE 10 La préparation des échantillons comprend l'homogénéisation, la division de l'échantillon, la réduction granulométrique et quelquefois le séchage de l'échantillon; elle peut être réalisée en plusieurs étapes.

3.37 réduction de l'échantillon: Lors de la préparation de l'échantillon, processus par lequel la taille des particules d'un échantillon est réduite par concassage ou broyage.

3.38 unité à échantillonner: Quantité de coke dont l'échantillonnage aboutit à un échantillon global.

NOTE 11 Un lot peut contenir une ou plusieurs unités à échantillonner.

3.39 écart-type: Racine carrée positive de la variance.

NOTE 12 L'écart-type est généralement désigné par s .

3.40 échantillonnage stratifié au hasard: Réalisation d'un prélèvement élémentaire aléatoire dans l'intervalle de masse ou de temps déterminé pour l'échantillonnage basé respectivement sur la masse ou sur le temps.

3.41 échantillon pour essai: Échantillon préparé afin de satisfaire aux exigences d'un essai spécifique.

3.42 échantillonnage basé sur le temps: Réalisation de prélèvements élémentaires dans l'unité à échantillonner à intervalles de temps réguliers.

NOTE 13 Chaque prélèvement élémentaire ou prélèvement divisé constituant l'échantillon partiel ou l'échantillon global devrait présenter une masse proportionnelle au débit du courant de coke au moment du prélèvement.

3.43 variance: Moyenne des carrés des écarts par rapport à la valeur moyenne d'un ensemble d'observations.

NOTE 14 La variance est généralement désignée par V .

4 Élaboration d'un plan d'échantillonnage

4.1 Généralités

La procédure générale d'échantillonnage doit être la suivante:

- a) définir les paramètres qualitatifs devant être déterminés et les types d'échantillons requis;
- b) définir le lot;
- c) définir la fidélité requise;
- d) déterminer la variabilité du coke (voir 4.4.2) et fixer le nombre d'unités à échantillonner u (voir 4.4.4) requis pour obtenir la fidélité souhaitée ainsi que le nombre minimal de prélèvements élémentaires n (voir 4.4.5). Les méthodes permettant de déterminer la variabilité sont fournies dans l'annexe A;
- e) opter pour un échantillonnage basé sur le temps ou sur la masse (voir article 5) et définir les intervalles d'échantillonnage en minutes pour un échantillonnage basé sur le temps ou en tonnes pour un échantillonnage basé sur la masse;
- f) vérifier la dimension granulométrique nominale maximale du coke en vue de déterminer la masse de prélèvement de référence;
- g) déterminer le mode de combinaison des prélèvements élémentaires en échantillons globaux ou en échantillons partiels ainsi que la méthode de préparation des échantillons (voir article 6).

4.2 Types d'échantillonnage

4.2.1 Lots uniques

S'il est nécessaire de déterminer la qualité d'un coke d'un type n'ayant pas été précédemment soumis à un échantillonnage et livré sous forme d'une livraison unique importante, des hypothèses devront être posées pour ce qui concerne la variabilité du coke en vue d'établir un plan d'échantillonnage. La fidélité réellement atteinte par le plan établi peut être mesurée par la procédure d'échantillonnage subdivisé (voir annexe A).

4.2.2 Échantillonnage régulier

Si le même type de coke est régulièrement soumis à un échantillonnage, les plans d'échantillonnage peuvent être établis en utilisant les données fournies par l'échantillonnage précédent. La procédure d'échantillonnage dédoublé (voir annexe A) peut être utilisée pour obtenir le plan d'échantillonnage optimal, tout en maintenant les coûts relatifs à l'échantillonnage au strict minimum.

4.3 Élaboration du plan d'échantillonnage

4.3.1 Matière à échantillonner

La première étape de l'élaboration d'un plan d'échantillonnage consiste à identifier les coques devant subir les prélèvements. Le producteur et le client peuvent demander des échantillons pour l'évaluation technique, la maîtrise des procédés, le contrôle de la qualité et pour des raisons commerciales. Il est primordial de connaître avec exactitude le stade du processus de manutention du coke au niveau duquel l'échantillon est requis et, dans la mesure du possible, de concevoir le système en fonction de cette donnée.

Cependant, dans certains cas, il peut s'avérer impossible d'obtenir des échantillons aux niveaux souhaités et il convient alors d'envisager une solution plus pratique.

4.3.2 Paramètres devant être déterminés sur les échantillons

Les échantillons pour humidité et pour essais physiques peuvent être collectés séparément ou comme un seul échantillon qui est ensuite divisé. Dans la présente partie de l'ISO 9411, un échantillon collecté pour la détermination de l'humidité (et éventuellement pour une analyse générale) est ci-après désigné «échantillon pour humidité»; un échantillon collecté uniquement pour des essais physiques est ci-après désigné «échantillon pour essais physiques». Si un échantillon global est utilisé pour la détermination de l'humidité et pour des essais physiques, il est désigné par «échantillon commun».

Dans l'échantillonnage mécanique du coke, le seul échantillon qui, dans certaines circonstances (voir 4.3.6), peut être traité automatiquement au-delà de l'étape de prélèvement élémentaire divisé est l'échantillon pour humidité.

Afin d'atteindre les fidélités souhaitées, il peut s'avérer nécessaire de réaliser des nombres différents de prélèvements élémentaires pour constituer les échantillons pour humidité et pour essais physiques. Lorsqu'un échantillon commun est pris, le plus grand nombre de prélèvements élémentaires doit être utilisé.

4.3.3 Division des lots

Un lot peut être une unité à échantillonner unique ou une série d'unités à échantillonner, par exemple le coke acheminé et livré sur une période donnée, une cargaison de bateau, un chargement de train, un chargement de wagon ou bien le coke produit durant une période donnée, par exemple un poste.

Une unité à échantillonner peut être représentée par un échantillon global ou par deux ou plusieurs échantillons partiels.

La division d'un lot en un certain nombre d'unités à échantillonner ou la représentation d'une unité à échantillonner par un certain nombre d'échantillons partiels peut s'avérer nécessaire en vue d'améliorer la fidélité des résultats.

Pour les lots faisant l'objet d'échantillonnage sur de longues périodes, il peut s'avérer pratique de diviser le lot en une série d'unités à échantillonner, chacune d'entre elles permettant d'obtenir un échantillon global.

Si, outre la qualité du lot dans son ensemble, la qualité de portions du lot doit être déterminée, le lot doit faire l'objet d'un échantillonnage comme deux ou plusieurs lots partiels et chaque lot partiel doit être traité comme un lot à part entière. Les échantillons qui en résultent doivent être

conformes aux exigences relatives aux échantillons globaux. La qualité du lot dans son ensemble doit être calculée sur la moyenne pondérée de la qualité des lots partiels.

4.3.4 Base de l'échantillonnage

L'échantillonnage peut être effectué en fonction du temps ou en fonction de la masse. Dans l'échantillonnage basé sur le temps, l'intervalle d'échantillonnage est défini en minutes et la masse de prélèvement élémentaire doit être proportionnelle au débit au moment du prélèvement. Dans l'échantillonnage basé sur la masse, l'intervalle d'échantillonnage est défini en tonnes et la masse des prélèvements élémentaires ajoutés à l'échantillon global ou à l'échantillon partiel doit être uniforme.

4.3.5 Fidélité des résultats

La fidélité requise pour un lot doit être fixée pour chaque paramètre devant être mesuré. Le nombre minimal de prélèvements élémentaires collectés doit alors être déterminé comme décrit en 4.4.5 et la masse moyenne de chaque prélèvement élémentaire doit être déterminée comme décrit en 4.6.

Pour des lots uniques, la variation de la qualité doit être présumée la plus défavorable (voir 4.4.2). La fidélité d'échantillonnage atteinte peut être mesurée en utilisant la procédure d'échantillonnage subdivisé (voir annexe A).

Au début d'un échantillonnage périodique sur des coques inconnus, la variation de qualité la plus défavorable doit être supposée. Lorsque le système fonctionne, une vérification doit être effectuée pour confirmer que la fidélité souhaitée a été atteinte en utilisant la procédure d'échantillonnage dédoublé telle qu'elle est décrite dans l'annexe A.

S'il est nécessaire de modifier ultérieurement la fidélité, le nombre de prélèvements élémentaires doit être modifié comme défini en 4.4.5 et la fidélité atteinte doit être à nouveau vérifiée. La fidélité doit également être vérifiée s'il existe la moindre raison de penser que la variabilité du coke soumis à l'échantillonnage a augmenté. Le nombre de prélèvements élémentaires, déterminé en 4.4.5, s'applique à la fidélité du résultat lorsque les erreurs d'échantillonnage sont importantes comparées aux erreurs d'essai, par exemple humidité. Cependant, dans certains essais, par exemple indice Micum, les erreurs d'essai sont elles-mêmes importantes. Afin d'obtenir une meilleure fidélité pour le résultat relatif à l'échantillon global que celle indiquée par la méthode d'essai, il sera nécessaire de constituer deux échantillons partiels ou plus et de préparer une prise d'essai pour chacun d'entre eux, ou bien de préparer deux prises d'essai ou plus à partir de l'échantillon global (voir 4.4.5.3). La moyenne des résultats présentera alors une meilleure fidélité.

4.3.6 Minimisation de l'erreur systématique

Dans l'échantillonnage mécanique, il est particulièrement important de s'assurer, dans la mesure du possible, que le paramètre à mesurer n'est pas affecté par l'échantillonnage et le processus de préparation des échantillons ou par le stockage préalable aux essais. Par exemple, il convient de prendre les mesures nécessaires afin d'éviter le bris du coke destiné aux essais physiques et la perte d'humidité de l'échantillon pour humidité pendant leur stockage.

En particulier, lors de la collecte d'échantillons importants pour la détermination de l'humidité, il sera nécessaire de combiner les prélèvements élémentaires en une série d'échantillons partiels, déterminant ensuite l'humidité de chacun d'entre eux et regroupant les résultats pour obtenir l'humidité de l'échantillon global.

L'utilisation d'un broyage et d'une division en continu d'échantillon pour l'humidité pour détermination de l'humidité devrait être considérée avec circonspection du fait du risque d'erreur systématique engendrée par la perte en humidité lors du traitement (voir 7.2.2). Le broyage de coke chaud est particulièrement déconseillé. Si l'erreur systématique est inacceptable, l'échantillon ne doit pas être broyé et la préparation de l'échantillon doit être effectuée par des méthodes manuelles. Il faut toutefois admettre que certaines erreurs systématiques sont inévitables, qu'elles soient dues au bris ou à la perte d'humidité du coke chaud. L'objectif est, par conséquent, de réduire au maximum de telles dégradations.

4.4 Fidélité de l'échantillonnage

4.4.1 Fidélité et variance totale

Dans toutes les méthodes d'échantillonnage, de préparation des échantillons et d'analyse, des erreurs peuvent intervenir et les résultats expérimentaux obtenus à l'aide de telles méthodes pour un paramètre donné s'écarteront de la valeur réelle de ce paramètre. Étant donné que la valeur réelle ne peut être connue avec exactitude, il est impossible d'évaluer la justesse des résultats expérimentaux, c'est-à-dire l'étroitesse de l'accord entre ces résultats et la valeur réelle. Il est cependant possible de réaliser une estimation de la fidélité des résultats expérimentaux, c'est-à-dire de l'étroitesse de l'accord entre les résultats d'une série d'expériences réalisées sur le même coke.

Il est possible d'élaborer un plan d'échantillonnage permettant, en principe, d'atteindre un niveau de fidélité arbitraire. Cependant, la fidélité qui devrait être atteinte sera limitée par des considérations pratiques.

NOTE 15 La fidélité globale requise pour un lot est acceptée d'un commun accord par les parties concernées.

ISO 9411-2:1993

La théorie de l'estimation de la fidélité est fournie dans l'annexe A. L'équation suivante découle de l'équation (A.5):

$$P_L = \pm 2 \times \left(\frac{V_I + V_{PT}}{n \cdot u} \right)^{1/2} \quad \dots(1)$$

où

- P_L est la fidélité globale de l'échantillonnage, de la préparation de l'échantillon et des essais pour le lot, pour un niveau de confiance de 95 %, exprimée en pourcentage absolu;
- V_I est la variance du prélèvement primaire;
- V_{PT} est la variance de la préparation et des essais;
- n est le nombre de prélèvements élémentaires réalisés sur l'unité à échantillonner;
- u est le nombre d'unités à échantillonner dans le lot.

S'il est nécessaire de déterminer la qualité d'un coke d'un type n'ayant pas été précédemment soumis à un échantillonnage, des hypothèses devront être posées pour ce qui concerne la variabilité en vue d'établir un plan d'échantillonnage (voir 4.4.2). La fidélité réellement atteinte pour un lot donné par le plan établi peut être mesurée par les procédures fournies dans l'annexe A.

Si le même type de coke est régulièrement soumis à un échantillonnage, les plans d'échantillonnage peuvent être établis en utilisant les données fournies par l'échantillonnage précédent. Les procédures fournies dans l'annexe A peuvent être utilisées pour établir le plan d'échantillonnage optimal, tout en maintenant les coûts relatifs à l'échantillonnage au strict minimum.

4.4.2 Variance du prélèvement primaire

La variance du prélèvement primaire, V_I , dépend du type et de la dimension maximale du coke, du niveau de traitement préalable et du degré d'homogénéisation, de la valeur absolue du paramètre devant être déterminé et de la masse de prélèvement élémentaire.

La variabilité de l'humidité est généralement supérieure à celle de la teneur en cendres et, de ce fait, le nombre de prélèvements élémentaires requis pour la détermination de l'humidité sera, pour la même fidélité, adapté à la détermination de la teneur en cendres. Cependant, si une fidélité plus grande est requise pour la teneur en cendres, la variance correspondante du prélèvement primaire doit être appliquée pour chaque échantillon.

Dans la mesure du possible, il convient de déterminer la variance du prélèvement primaire V_I sur le coke à échantillonner en faisant appel à l'une des méthodes décrites dans l'annexe A. Si cela s'avère impossible, il convient de déterminer V_I pour un coke similaire en utilisant un système d'échantillonnage similaire. Si aucune de ces procédures ne peut être suivie, attribuer une valeur initiale arbitraire de 25 pour V_I et la vérifier en utilisant l'une des méthodes décrites dans l'annexe A, après avoir réalisé l'échantillonnage.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.4.3 Variance de la préparation et des essais

Dans la mesure du possible, il convient de déterminer la variance de la préparation et des essais V_{PT} du coke à échantillonner en faisant appel à l'une des méthodes décrites dans l'ISO 9411-1. Si cela s'avère impossible, il convient de déterminer V_{PT} pour un coke similaire en utilisant un système d'échantillonnage similaire. Si aucune de ces procédures ne peut être suivie, attribuer une valeur initiale arbitraire de 0,5 pour V_{PT} et la vérifier en utilisant l'une des méthodes décrites dans l'ISO 9411-1, après avoir réalisé la préparation et effectué les essais.

4.4.4 Nombre d'unités à échantillonner

Le nombre de prélèvements élémentaires effectués dans un lot en vue d'atteindre une fidélité donnée est fonction de la variabilité du coke contenu dans le lot, quelle que soit la masse du lot. Lors de l'élaboration des plans d'échantillonnage, la mesure de la variabilité du lot, c'est-à-dire la variance du prélèvement primaire, doit souvent être déterminée à partir des résultats d'échantillonnage d'unités à échantillonner relativement petites. Cela peut conduire à une sérieuse sous-estimation de la variabilité du lot dans son ensemble, par exemple lorsqu'une ségrégation intervient lors du transport de grandes quantités de coke, lors du stockage en tas ou lorsque le coke est expédié ou reçu sur de grandes périodes durant lesquelles des modifications à long terme de la qualité peuvent intervenir. Il convient, par conséquent, de diviser les lots en un nombre convenable d'unités à échantillonner.

Il est recommandé de diviser un lot en un nombre d'unités à échantillonner u supérieur ou égal au nombre indiqué dans le tableau 1.

Tableau 1 — Nombre d'unités à échantillonner par lot

Masse du lot tonne x 10 ³	Nombre d'unités à échantillonner
< 5	1
5 à 20	2
20 à 45	3
45 à 80	4
> 80	5

Ce nombre peut être augmenté de sorte que l'unité à échantillonner corresponde à une masse ou un temps pratique.

Si, avec ce nombre d'unités à échantillonner, le nombre de prélèvements élémentaires requis dans une unité à échantillonner pour atteindre la fidélité souhaitée est trop élevé pour une manipulation aisée, il sera nécessaire d'augmenter le nombre minimal d'unités à échantillonner (voir 4.4.5.1). Il peut également s'avérer nécessaire d'augmenter le nombre d'unités à échantillonner si les conditions ambiantes ou l'état du coke imposent de limiter la durée de collection des échantillons.

La qualité du lot doit être calculée comme la moyenne pondérée des valeurs trouvées pour les unités à échantillonner.

ISO 9411-2:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df103598-cbc1-4f65-88e8->

4.4.5 Nombre de prélèvements élémentaires par unité à échantillonner

4.4.5.1 Généralités

Comme cela est stipulé en 4.4.1, la fidélité est déterminée par la variabilité du coke, le nombre de prélèvements élémentaires et d'unités à échantillonner ainsi que la variance de la préparation et des essais. En transposant les termes de l'équation (1), il est possible de montrer que le nombre de prélèvements élémentaires permettant d'atteindre la fidélité souhaitée dans un lot unique peut être évalué à l'aide de l'équation suivante:

$$n = \frac{4V_I}{u \cdot P_L^2 - 4V_{PT}} \quad \dots(2)$$

Si n est un nombre utilisable, le plan d'échantillonnage initial est établi. Cependant, si n est inférieur à 10, il convient d'effectuer 10 prélèvements élémentaires par unité à échantillonner.