

NORME  
INTERNATIONALE

**ISO**  
**9498**

Première édition  
1993-07-01

---

---

**Spaths fluor — Méthodes expérimentales  
pour la vérification du biais de  
l'échantillonnage et de la préparation des  
échantillons**

iTeh STANDARD PREVIEW

**(standards.iteh.ai)**

*Fluorspar — Experimental methods for checking the bias of sampling and  
sample preparation*

ISO 9498:1993

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8601f326-3fb6-4e1a-af47-  
270597458c25/iso-9498-1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8601f326-3fb6-4e1a-af47-270597458c25/iso-9498-1993)



Numéro de référence  
ISO 9498:1993(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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9498 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 175, *Spath fluor*.

[ISO 9498:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8601f326-3fb6-4e1a-af47-270597458c25/iso-9498-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8601f326-3fb6-4e1a-af47-270597458c25/iso-9498-1993>

© ISO 1993

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

# Spaths fluor — Méthodes expérimentales pour la vérification du biais de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes expérimentales pour la vérification du biais de l'échantillonnage et la préparation des échantillons de spaths fluor de type semblable effectué conformément aux méthodes prescrites dans l'ISO 8868.

## 2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 8868:1989, *Spaths fluor — Échantillonnage et préparation des échantillons*.

## 3 Généralités

**3.1** Dans les méthodes expérimentales données ici, les résultats obtenus à partir d'une méthode à contrôler (appelée méthode B) sont comparés aux résultats d'une méthode de référence (appelée méthode A) considérée, pour toute fin pratique, comme donnant des résultats pratiquement sans erreur du point de vue technique et empirique.

**3.2** Dans le cas où il n'y a pas de différence significative, du point de vue statistique, entre les résultats obtenus par la méthode B et la méthode A, la méthode B peut être alors adoptée comme méthode de routine, sous réserve d'un accord entre les parties concernées.

NOTE 1 Dans la présente Norme internationale, le biais est déterminé par application du test  $t$  de Student (unilatéral) à un niveau de signification de 5 %, en déterminant si la différence entre les résultats de la méthode A et de la méthode B est due à des variations aléatoires.

**3.3** Le nombre de lots ne doit pas être inférieur à 20. Le nombre d'essais requis dépend de l'écart-type des différences calculées sur 20 essais et de la valeur du biais,  $\delta$ , à déterminer conformément à 5.2.

La valeur du biais,  $\delta$ , à déterminer doit être convenue par accord entre les parties concernées, en tenant compte, du point de vue économique et du point de vue technique, des fidélités des méthodes diverses retenues pour l'expérimentation, c'est-à-dire l'échantillonnage, la préparation des échantillons et le mesurage. À titre indicatif et sauf accord contraire, on peut adopter comme valeur du biais la moitié de la fidélité prescrite dans le tableau 1 de l'ISO 8868:1989.

**3.4** Les caractères de qualité peuvent être la teneur en fluorure de calcium ( $\text{CaF}_2$ ), la teneur en silice ( $\text{SiO}_2$ ), l'humidité, la distribution granulométrique et autres.

## 4 Méthodes d'échantillonnage et de préparation des échantillons

### 4.1 Échantillonnage

La méthode de référence (méthode A) pour la vérification du biais de l'échantillonnage est la méthode sur bande transporteuse arrêtée. La méthode à contrôler (méthode B) doit être comparée à cette méthode de référence sur le même matériau. Des exemples d'expérimentation sont donnés ci-dessous.

EXEMPLE 1: Échantillonnage sur convoyeurs

Méthode A: Effectuer chaque prélèvement sur le convoyeur arrêté, à un endroit prescrit, pour toute la largeur de la bande et sur toute l'épaisseur de la couche du spath fluor; la largeur minimale de la coupe doit être supérieure à trois fois la granulométrie maximale nominale du spath fluor et doit dépasser la largeur de la plus petite pelle de prélèvement comme indiquée dans le tableau 4 de l'ISO 8868:1989.

Méthode B (la méthode à contrôler): Effectuer chaque prélèvement en un point à chaque fois choisi au hasard dans le courant de spath fluor conformément à 4.4 de l'ISO 8868:1989.

EXEMPLE 2: Échantillonnage mécanique

Méthode A: Effectuer chaque prélèvement conformément à la méthode A de l'exemple 1.

Méthode B: Effectuer chaque prélèvement sur le convoyeur en mouvement au moyen d'un échantillonneur mécanique à un endroit près du prélèvement effectué conformément à la méthode A.

EXEMPLE 3: Échantillonnage sur wagons

Méthode A: Effectuer chaque prélèvement conformément à la méthode A de l'exemple 1.

Méthode B: Effectuer chaque prélèvement au hasard sur la surface de spath fluor nouvellement mise à jour pendant le chargement ou le déchargement du wagon.

EXEMPLE 4: Échantillonnage sur réserves

Méthode A: Effectuer chaque prélèvement conformément à la méthode A de l'exemple 1.

Méthode B: Effectuer chaque prélèvement sur la surface de spath fluor nouvellement mise à jour pendant l'enrichissement.

### 4.2 Préparation des échantillons

Les méthodes de constitution d'une paire d'échantillons globaux, de préparation des échantillons et d'essai doivent être telles qu'indiquées ci-dessous.

- a) Les prélèvements effectués sur un lot, conformément à la méthode A et la méthode B, sont regroupés respectivement de manière à constituer une paire d'échantillons globaux A et B.
- b) Les prélèvements globaux A et B sont préparés séparément conformément à l'ISO 8868 et sont soumis aux essais conformément aux Normes internationales correspondantes.
- c) Les modalités définies ci-dessus sont exécutées sur 20 lots ou davantage (voir 3.3).

NOTE 2 Le biais de l'échantillonnage peut être vérifié sur des paires de prélèvements ou sur des paires d'échantillons globaux. Il est recommandé de répéter cet essai sur plusieurs types de spath fluor.

## 5 Analyse des résultats expérimentaux

La méthode d'analyse des résultats expérimentaux doit être comme indiquée ci-dessous.

### 5.1 Détermination de l'écart-type des différences

- a) Désigner les mesures individuelles obtenues conformément aux méthodes A et B par  $x_{Ai}$ ,  $x_{Bi}$  respectivement.  
 b) Calculer la différence,  $d_i$ , entre  $x_{Bi}$  et  $x_{Ai}$  à l'aide de l'équation suivante:

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

où  $k$  est le nombre de paires de mesures.

- c) Calculer la moyenne des différences,  $\bar{d}$ , avec une décimale de plus que pour les mesures elles-mêmes:

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

- d) Calculer la somme des carrés,  $SS_d$ , et l'écart-type,  $s_d$ , de la différence:

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

$$s_d = \sqrt{SS_d / (k - 1)} \quad \dots (4)$$

ISO 9498:1993  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8601f326-3fb6-4e1a-a47-270597458c25/iso-9498-1993>

### 5.2 Détermination du nombre de lots, $n_r$ , requis pour l'expérimentation

Calculer la valeur de la différence normalisée,  $D$ , comme suit:

$$D = \frac{\bar{d}}{s_d} \quad \dots (5)$$

Puis déterminer, à partir du tableau 1, la valeur de  $n_r$  correspondant à la valeur de  $D$ .

Si  $n_r$  est 20 ou inférieur à 20, procéder de la manière indiquée en 5.3. Si  $n_r$  est supérieur à 20, continuer l'expérimentation sur  $(n_r - 20)$  lots supplémentaires.

Répéter la même procédure jusqu'à ce que le nombre de paires de données soit inférieur ou égal à la valeur de  $n_r$  prescrite dans le tableau 1.

### 5.3 Test statistique

Calculer la valeur de  $t_0$  de Student avec quatre décimales, en arrondissant au plus près la troisième décimale:

$$t_0 = \frac{\bar{d}}{s_d / \sqrt{k}} \quad \dots (6)$$

Si la valeur absolue de  $t_0$  est inférieure à la valeur de  $t$  correspondant à  $k$  comme indiqué dans le tableau 2, il faut en conclure que la différence n'est pas significative et que la méthode B peut être adoptée comme méthode de routine.

**Tableau 1 — Nombre requis de paires de données,  $n_r$ , déterminé en fonction de la valeur de la différence normalisée,  $D$**

Étendue de la différence normalisée, $D$	Nombre requis de paires de données, $n_r$	Étendue de la différence normalisée, $D$	Nombre requis de paires de données, $n_r$
$0,30 \leq D < 0,35$	122	$1,1 \leq D < 1,2$	11
$0,35 \leq D < 0,40$	90	$1,2 \leq D < 1,3$	10
$0,40 \leq D < 0,45$	70	$1,3 \leq D < 1,4$	8
$0,45 \leq D < 0,50$	55	$1,4 \leq D < 1,5$	8
$0,50 \leq D < 0,55$	45	$1,5 \leq D < 1,6$	7
$0,55 \leq D < 0,60$	38	$1,6 \leq D < 1,7$	6
$0,60 \leq D < 0,65$	32	$1,7 \leq D < 1,8$	6
$0,65 \leq D < 0,70$	28	$1,8 \leq D < 1,9$	6
$0,70 \leq D < 0,75$	24	$1,9 \leq D < 2,0$	5
$0,75 \leq D < 0,80$	21	$2,0 \leq D$	5
$0,80 \leq D < 0,85$	19		
$0,85 \leq D < 0,90$	17		
$0,90 \leq D < 0,95$	15		
$0,95 \leq D < 1,00$	14		
$1,00 \leq D < 1,10$	13		

NOTE — Le tableau 1 est extrait de DAVIES, O.L. (Ed.) *The Design and Analysis of Industrial Experiments*, 1956, p. 606-607. Il reprend les valeurs de  $n_r$  pour  $D$  à  $\alpha = 0,05$  et  $\beta = 0,05$ , où  $\alpha$  est le risque de supposer une différence statistique là où il n'y en a pas (c'est-à-dire le niveau de confiance du test  $t$  unilatéral), et  $\beta$  est le risque de ne pas supposer de différence statistique lorsqu'il y a une erreur systématique  $\delta$ .

ISO 9498:1993

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8601f326-3fb6-4e1a-af47-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8601f326-3fb6-4e1a-af47-270597458c25/iso-9498-1993)

270597458c25/iso-9498-1993

**Tableau 2 — Valeur de  $t$  au niveau de signification de 5% (test unilatéral)**

Nombre de paires de mesures $k$	$t$	Nombre de paires de mesures $k$	$t$
20	1,729	40	1,685
21	1,725	41	1,684
22	1,721	42	1,683
23	1,717	43	1,682
24	1,714	44	1,681
25	1,711	45	1,680
26	1,708	46	1,679
27	1,706	47	1,679
28	1,703	48	1,678
29	1,701	49	1,677
30	1,699	50	1,677
31	1,697	51	1,676
32	1,696	61	1,671
33	1,694	81	1,664
34	1,692	121	1,658
35	1,691	241	1,651
36	1,690	$\infty$	1,645
37	1,688		
38	1,687		
39	1,686		

iteh STANDARD PREVIEW  
 (standards.iteh.ai)  
 NOTE — Le tableau 2 est extrait de JSA *Statistical Tables and Formulas with Computer Applications*, Tokyo, Japanese Standards Association, 1972.  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8601f326-3fb6-4e1a-af47-270597458c25/iso-9498-1993>

## 6 Exemples numériques d'expérimentation

### 6.1 Exemple numérique 1 du gravier de spath fluor utilisable dans l'industrie métallurgique ( $\delta$ : 0,50 % CaF<sub>2</sub>)

Le tableau 3 donne les résultats d'une expérimentation menée sur un échantillonneur mécanique conformément à l'exemple 2 donné en 4.1.

Le biais à déterminer par expérimentation est de 0,50 % de la teneur en fluorure de calcium (CaF<sub>2</sub>) par accord entre les parties concernées.

Tableau 3 — Exemple numérique 1

Lot n°	Source du spath fluor	Teneur en fluorure de calcium (CaF <sub>2</sub> ), %			
		x <sub>Bi</sub>	x <sub>Ai</sub>	d <sub>i</sub> = x <sub>Bi</sub> - x <sub>Ai</sub>	d <sub>i</sub> <sup>2</sup>
1	F	72,26	72,96	- 0,70	0,490 0
2	E	74,92	74,07	0,85	0,722 5
3	C	81,85	80,93	0,92	0,846 4
4	B	85,45	86,03	- 0,58	0,336 4
5	B	86,43	87,05	- 0,62	0,384 4
6	E	74,45	73,47	0,98	0,960 4
7	B	86,31	85,47	0,84	0,705 6
8	A	76,23	76,86	- 0,63	0,396 9
9	E	75,80	75,13	0,67	0,448 9
10	D	74,94	75,52	- 0,58	0,336 4
11	D	76,98	76,18	0,80	0,640 0
12	E	75,73	74,84	0,89	0,792 1
13	F	73,66	74,10	- 0,44	0,193 6
14	C	79,09	78,41	0,68	0,462 4
15	F	73,99	73,15	0,84	0,705 6
16	A	76,20	76,76	- 0,56	0,313 6
17	B	86,23	85,37	0,86	0,739 6
18	E	74,56	73,78	0,78	0,608 4
19	B	85,45	86,21	- 0,76	0,577 6
20	A	76,53	75,75	0,78	0,608 4
Somme			5,02	11,269 2	

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = + 5,02/20 = + 0,251$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} \left( \sum d_i \right)^2 = 11,269,2 - \frac{(5,02)^2}{20} = 10,009$$

ISO 9498:1993  
http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8601f326-3fb6-4e1a-af47-270597458c25/iso-9498-1993

$$s_d = \sqrt{SS_d/(k-1)} = \sqrt{10,009/19} = 0,726$$

Par conséquent,

$$D = \frac{\delta}{s_d} = \frac{0,50}{0,726} = 0,689$$

Le tableau 1 donne n<sub>r</sub> = 28 et donc k = 20 n'est pas suffisant pour l'expérimentation. Une autre série de huit paires d'expérimentations doit donc être entreprise conformément à 5.2. Ces séries de données sont prescrites dans le tableau 4.

Tableau 4 — Exemple numérique 1 — Données additionnelles

Lot n°	Source du spath fluor	Teneur en fluorure de calcium (CaF <sub>2</sub> ), %			
		x <sub>Bi</sub>	x <sub>Ai</sub>	d <sub>i</sub> = x <sub>Bi</sub> - x <sub>Ai</sub>	d <sub>i</sub> <sup>2</sup>
21	A	75,31	75,85	- 0,54	0,291 6
22	A	76,14	75,33	0,81	0,656 1
23	C	79,43	79,92	- 0,49	0,240 1
24	B	82,36	81,62	0,74	0,547 6
25	E	74,52	73,59	0,93	0,864 9
26	F	72,81	73,43	- 0,62	0,384 4
27	F	74,19	74,76	- 0,57	0,324 9
28	B	84,86	84,13	0,73	0,532 9
Somme			6,01	15,111 7	



$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = +6,01/28 = +0,215$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} \left( \sum d_i \right)^2 = 15,1117 - \frac{(6,01)^2}{28} = 13,8217$$

$$s_d = \sqrt{SS_d/(k-1)} = \sqrt{13,8217/27} = 0,715$$

Par conséquent,

$$D = \frac{\delta}{s_d} = \frac{0,50}{0,715} = 0,699$$

Le tableau 1 donne  $n_r = 28$  et donc  $k = 28$  est suffisant pour l'expérimentation.

$$t_0 = \frac{\bar{d}}{s_d/\sqrt{k}} = \frac{0,215}{0,715/\sqrt{28}} = 1,591$$

$t = 1,703$  pour  $k = 28$  dans le tableau 2.

$$t_0 < t$$

Par conséquent, le biais n'est pas significatif et la méthode B est adoptée comme méthode de routine.

## 6.2 Exemple numérique 2 pour les spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique ( $\delta$ : 0,25 % $\text{CaF}_2$ )

Le tableau 5 donne les résultats d'une expérimentation menée conformément à l'exemple 3 donnée en 4.1.

Le biais à déterminer par expérimentation est de 0,25 % de la teneur en fluorure de calcium ( $\text{CaF}_2$ ) par accord entre les parties concernées.

ISO 9498:1993  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/8601837-2fb6-4e1a-af47-270597458c25/iso-9498-1993>  
**Tableau 5 — Exemple numérique 2**

Lot n°	Source du spath fluor	Teneur en fluorure de calcium ( $\text{CaF}_2$ ), %			
		$x_{Bi}$	$x_{Ai}$	$d_i = x_{Bi} - x_{Ai}$	$d_i^2$
1	A	96,65	96,92	- 0,27	0,072 9
2	A	98,01	98,15	- 0,14	0,019 6
3	A	97,33	97,24	0,09	0,008 1
4	A	98,99	98,60	0,39	0,152 1
5	A	98,79	99,12	- 0,33	0,108 9
6	A	97,92	97,48	0,44	0,193 6
7	A	99,05	99,18	- 0,13	0,016 9
8	A	97,65	97,34	0,31	0,096 1
9	A	97,86	97,93	- 0,07	0,004 9
10	A	97,90	97,53	0,37	0,136 9
11	A	97,94	97,88	0,06	0,003 6
12	A	98,03	97,62	0,41	0,168 1
13	A	96,70	96,99	- 0,29	0,084 1
14	A	97,86	97,44	0,42	0,176 4
15	A	96,82	96,78	0,04	0,001 6
16	A	97,57	97,81	- 0,24	0,057 6
17	A	98,05	97,70	0,35	0,122 5
18	A	97,77	97,88	- 0,11	0,012 1
19	A	98,97	99,06	- 0,09	0,008 1
20	A	97,92	97,64	0,28	0,078 4
Somme				1,49	1,522 5