

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9499

Première édition
1995-12-15

**Spaths fluor — Méthode de détermination
de la fidélité de l'échantillonnage et de la
préparation des échantillons**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Fluorspar — Method of determining the precision of sampling and sample
preparation*

ISO 9499:1995

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9319e582-d485-49f6-98d0-
b20e2b3c2f98/iso-9499-1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9319e582-d485-49f6-98d0-b20e2b3c2f98/iso-9499-1995)



Numéro de référence
ISO 9499:1995(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 9499 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 175, *Spath fluor*.

[ISO 9499:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9319e582-d485-49f6-98d0-b20e2b3c2f98/iso-9499-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9319e582-d485-49f6-98d0-b20e2b3c2f98/iso-9499-1995>

© ISO 1995

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

Imprimé en Suisse

Spaths fluor — Méthode de détermination de la fidélité de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la fidélité de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons du spath fluor effectués suivant les 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 Nombre de lots

Il est recommandé d'effectuer la détermination de la fidélité sur plus de 20 lots du même type de spath fluor en provenance de la même source, de manière à garantir un résultat fiable; cependant, lorsque cela est irréalisable, au moins 10 lots doivent être échantillonnés. Si le nombre de lots disponibles est insuffisant, chaque lot peut être divisé en plusieurs parties-lots pour former plus de 10 parties sur les lots entiers à étudier, et la détermination devrait être effectuée sur chaque partie-lot, en la considérant comme un lot séparé, conformément à l'ISO 8868.

3.2 Nombre de prélèvements et nombre d'échantillons globaux

Le nombre minimal de prélèvements nécessaires à cette détermination de précision doit être égal au double du nombre prescrit dans l'ISO 8868. C'est-à-dire que, dans le cas où le nombre de prélèvements à effectuer pour l'échantillonnage courant est n , le tout se regroupant pour constituer un échantillon global, le nombre minimal de prélèvements à effectuer pour cette détermination de fidélité doit être égal à $2n$, et il faut les regrouper séparément en deux échantillons globaux, chacun de n prélèvements.

NOTE 1 Si cela est irréalisable, le nombre n de prélèvements peut être pris et chacun peut être divisé en deux parties, chacune étant formée de $n/2$ prélèvements. (Voir article 6.)

3.3 Préparation de l'échantillon

La préparation de l'échantillon doit être effectuée conformément à l'ISO 8868.

3.4 Fréquence de détermination

Il est recommandé, même après qu'une série de déterminations de fidélité aura été effectuée préalablement aux opérations courantes d'échantillonnage, de procéder à une détermination de fidélité de temps en temps afin de contrôler une éventuelle variation de fidélité d'échantillonnage, de préparation de l'échantillon et d'essai.

3.5 Modèle de méthode

Étant donné l'importance du travail nécessaire à cette détermination, il est recommandé de l'effectuer parallèlement aux travaux courants de l'échantillonnage et aux essais.

4 Méthode

4.1 Modalités d'échantillonnage

Les modalités d'échantillonnage doivent être choisies parmi les trois catégories de l'échantillonnage définies dans l'ISO 8868, c'est-à-dire échantillonnage systématique, échantillonnage stratifié et échantillonnage en deux temps.

4.1.1 Échantillonnage systématique

4.1.1.1 Le nombre de prélèvements n doit être tiré du tableau 3 de l'ISO 8868:1989, en fonction de la masse du lot et du grade de spath fluor.

4.1.1.2 L'intervalle d'échantillonnage doit être calculé en divisant le tonnage du lot par $2n$, donc avec un intervalle égal à la moitié de l'intervalle de l'échantillonnage courant. L'intervalle d'échantillonnage, en tonnes, ainsi calculé doit être arrondi par défaut au nombre entier le plus proche.

4.1.1.3 Les prélèvements doivent être effectués à un intervalle d'échantillonnage régulier calculé en 4.1.1.2, le point de départ étant pris au hasard sur le lot.

4.1.1.4 Les prélèvements doivent être placés alternativement dans deux récipients A et B. De ce fait, deux échantillons globaux A et B sont constitués, chacun étant formé de n prélèvements.

EXEMPLE 1

a) Étant donné une livraison de 2 000 t de spath fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique déchargée sur bandes transporteuses, le nombre minimal n de prélèvements à effectuer est 15, ainsi qu'il est indiqué dans le tableau 3 de l'ISO 8868.

b) L'intervalle d'échantillonnage pour la prise de prélèvements est donné par l'équation

$$\frac{2\,000}{15 \times 2} = 66,7 \rightarrow 66 \text{ t}$$

c) Ainsi, les prélèvements sont effectués à des intervalles de 66 t. Le point de prise du premier prélèvement dans le premier intervalle d'échantillonnage est déterminé par sélection au hasard. Si ce point est à 20 t à partir du début des opérations de déchargement, les prélèvements suivants seront effectués aux points de 86 t (= 20 + 66), 152 t (= 20 + 66 × 2), etc. Dans ce cas, le lot total étant de 2 000 t, 30 prélèvements seront effectués.

d) Les prélèvements sont placés alternativement dans les récipients A et B, et l'on obtient deux échantillons globaux A et B, chacun étant composé de 15 prélèvements (voir figure 1).

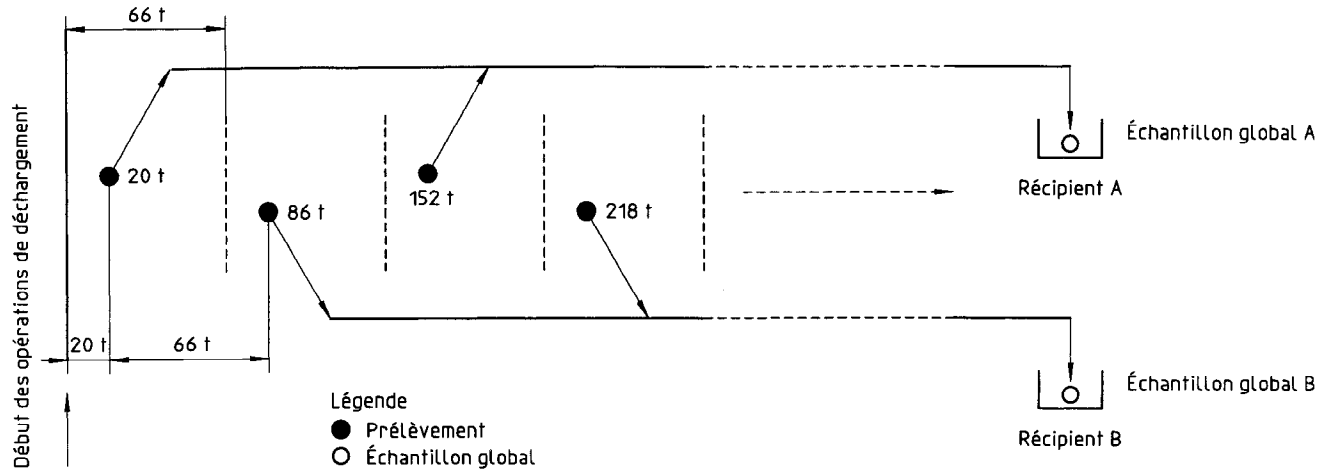


Figure 1 — Schéma relatif à l'exemple 1

4.1.2 Échantillonnage stratifié

4.1.2.1 Dans le cas où le nombre de wagons ou conteneurs [ci-après désignés simplement par «wagon(s)»], c'est-à-dire le nombre de strates k formant un lot, est inférieur au nombre de prélèvements n donné dans le tableau 3 de l'ISO 8868, le nombre de prélèvements n_w à effectuer sur chaque wagon (strate) doit être obtenu par l'équation $n_w = n/k$ et doit être arrondi par excès au nombre entier le plus proche.

4.1.2.2 Dans tous les autres cas, deux fois n_w prélèvements, c'est-à-dire $2n_w$, doivent être effectués sur chaque wagon.

4.1.2.3 Les $2n_w$ prélèvements effectués sur chaque wagon doivent être séparés au hasard en deux échantillons partiels, chacun étant formé de n_w prélèvements (voir figure 2).

4.1.2.4 Les deux échantillons partiels de chacun des wagons doivent être regroupés séparément pour constituer deux échantillons globaux, A et B respectivement, chacun étant formé de $n (= kn_w)$ prélèvements.

EXEMPLE 2

a) Étant donné une livraison d'un lot de gravier de spath fluor utilisable dans l'industrie métallurgique acheminée par 11 wagons de 60 t, le nombre minimal de prélèvements à effectuer pour le lot de 660 t est 30, ainsi qu'il est indiqué dans le tableau 3 de l'ISO 8868. Le nombre minimal de prélèvements à effectuer sur chaque wagon lors de l'échantillonnage courant est calculé et arrondi par excès au nombre entier le plus proche, en utilisant l'équation suivante:

$$\frac{30}{11} = 2,7 \rightarrow 3$$

- b) Ainsi, six ($= 3 \times 2$) prélèvements sont effectués sur chaque wagon lors de la détermination de la fidélité.
- c) Les six prélèvements sont séparés au hasard en deux échantillons partiels, chacun étant formé de trois prélèvements.
- d) Les deux échantillons partiels de chacun des 11 wagons sont regroupés séparément pour constituer deux échantillons globaux, A et B respectivement, chacun étant formé de 33 ($= 3 \times 11$) prélèvements (voir figure 2).

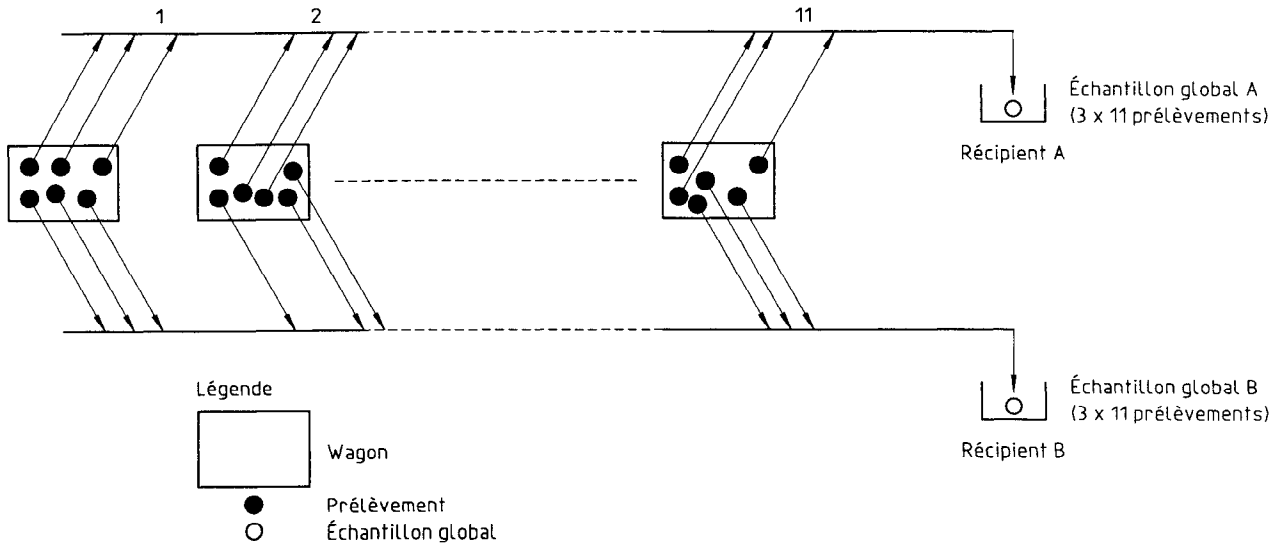


Figure 2 — Schéma relatif à l'exemple 2

4.1.3 Échantillonnage en deux temps

4.1.3.1 Si le nombre de wagons constituant un lot est supérieur au nombre de prélèvements n indiqué dans le tableau 3 de l'ISO 8868, n wagons doivent être choisis au hasard dans le lot.

4.1.3.2 Indépendamment, n wagons supplémentaires doivent être choisis au hasard dans le même lot. Il est possible que les mêmes wagons se retrouvent dans les deux sélections indépendantes.

4.1.3.3 Un prélèvement doit être effectué sur chacun des wagons sélectionnés.

4.1.3.4 Tous les prélèvements effectués sur les wagons sélectionnés conformément à 4.1.3.1 doivent être regroupés pour constituer l'échantillon global A.

Tous les prélèvements effectués sur les wagons sélectionnés conformément à 4.1.3.2 doivent être regroupés pour constituer l'échantillon global B.

4.2 Préparation de l'échantillon et essai

Les deux échantillons globaux A et B, composés conformément à 4.1, doivent être divisés séparément et soumis aux essais suivant l'une des procédures de type 1, 2 ou 3 telles que décrites respectivement en 4.2.1, 4.2.2 et 4.2.3.

4.2.1 Procédure de préparation/essai de type 1 (voir figure 3)

4.2.1.1 Les deux échantillons globaux A et B doivent être préparés séparément en vue d'obtenir quatre échantillons pour essai, A_1 , A_2 et B_1 , B_2 .

4.2.1.2 Chacun des quatre échantillons pour essai doit être soumis aux essais en double, le total des huit essais étant effectué dans un ordre indifférent.

NOTE 2 La procédure de type 1 donne séparément la fidélité d'échantillonnage, la fidélité de préparation et la fidélité de mesurage.

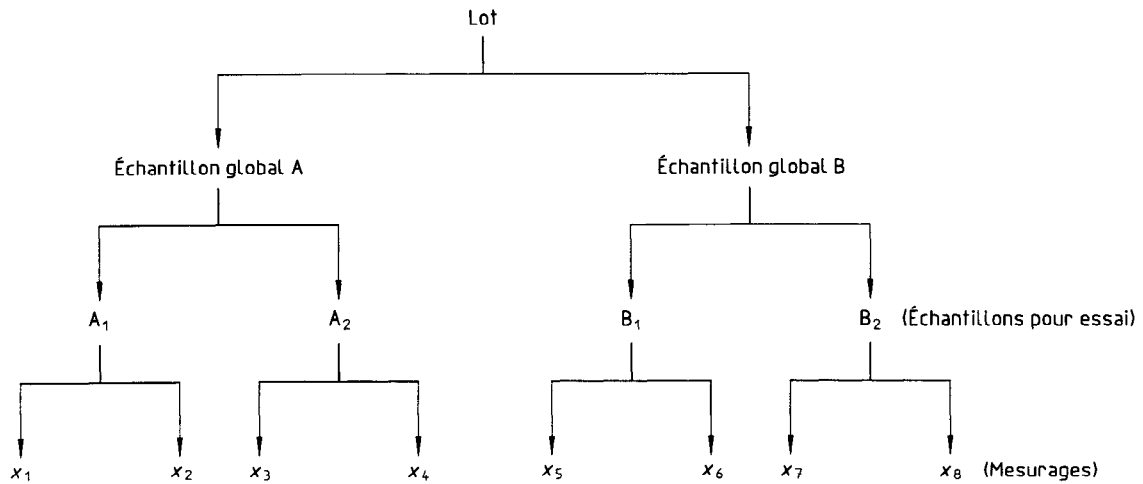


Figure 3 — Schéma de procédure de préparation/essai de type 1

4.2.2 Procédure de préparation/essai de type 2 (voir figure 4)

4.2.2.1 L'échantillon global A doit être préparé en vue d'obtenir deux échantillons pour essai, A₁ et A₂, et, à partir de l'échantillon global B, un échantillon pour essai doit être préparé.

4.2.2.2 L'échantillon A₁ doit être soumis aux essais en double et les autres échantillons pour essai, A₂ et B, doivent être soumis individuellement aux essais.

NOTE 3 La procédure de type 2 donne également séparément la fidélité d'échantillonnage, la fidélité de préparation et la fidélité de mesurage. Cependant, les fidélités respectives pour la préparation et le mesurage sont plus faibles que celles obtenues suivant la procédure de type 1.

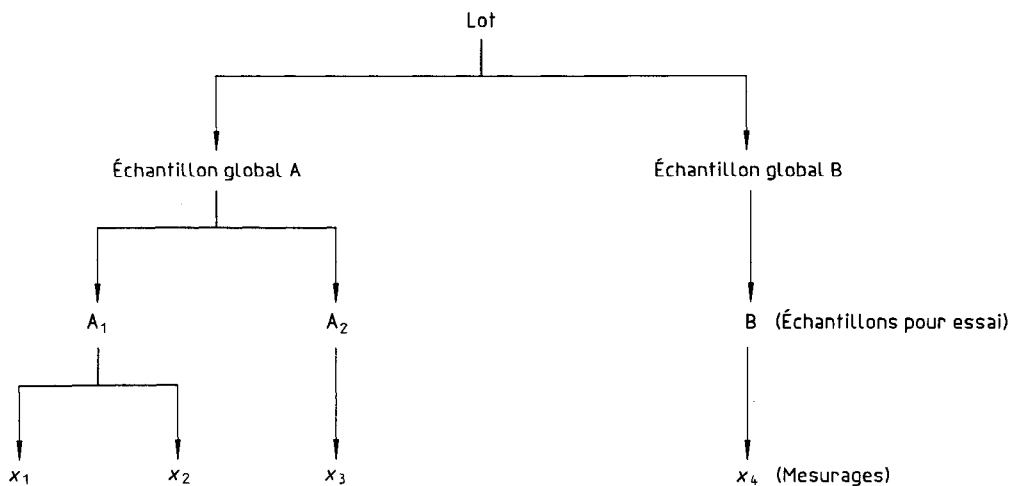


Figure 4 — Schéma de procédure de préparation/essai de type 2

4.2.3 Procédure de préparation/essai de type 3 (voir figure 5)

4.2.3.1 À partir de chacun des deux échantillons globaux A et B, un échantillon pour essai doit être préparé.

4.2.3.2 Les deux échantillons pour essai A et B doivent être soumis individuellement aux essais.

NOTE 4 La procédure de type 3 donne uniquement la fidélité globale de l'échantillonnage, de la préparation et du mesurage.

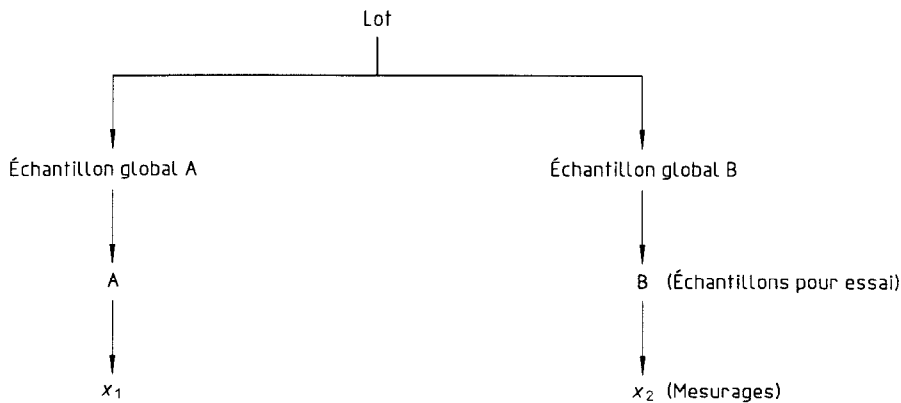


Figure 5 — Schéma de procédure de préparation/essai de type 3

5 Analyse des données expérimentales

ISO 9499:1995

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9319e582-d485-49f6-98d0-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9319e582-d485-49f6-98d0-b20e2b3c2f98/iso-9499-1995)

[b20e2b3c2f98/iso-9499-1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9319e582-d485-49f6-98d0-b20e2b3c2f98/iso-9499-1995)

Les données d'essai obtenues doivent être analysées comme prescrit ci-après suivant le type de procédure de préparation/essai choisi, mais ne tient pas compte de la méthode d'échantillonnage utilisée (échantillonnage systématique, échantillonnage stratifié ou échantillonnage en deux temps).

5.1 Procédure de préparation/essai de type 1 (voir figure 3)

Les valeurs, avec une probabilité de 95 %, de la fidélité d'échantillonnage, de la fidélité de préparation et de la fidélité de mesurage (appelées simplement «fidélité» dans la suite du texte) doivent être calculées selon les modalités décrites en 5.1.1 à 5.1.7.

5.1.1 Désigner par $x_1, x_2, x_3, x_4, x_5, x_6, x_7$ et x_8 les huit mesures (par exemple teneur en CaF_2) sur les échantillons pour essai obtenus à partir des échantillons globaux A et B.

5.1.2 Calculer la moyenne et l'étendue de chaque série de mesures faites en double, à l'aide des jeux d'équations, respectivement (1) et (2):

$$\left. \begin{aligned} \bar{x}_1 &= \frac{1}{2} (x_1 + x_2) \\ \bar{x}_3 &= \frac{1}{2} (x_3 + x_4) \\ \bar{x}_5 &= \frac{1}{2} (x_5 + x_6) \\ \bar{x}_7 &= \frac{1}{2} (x_7 + x_8) \end{aligned} \right\} \dots (1)$$

$$\left. \begin{aligned} R_{11} &= |x_1 - x_2| \\ R_{13} &= |x_3 - x_4| \\ R_{15} &= |x_5 - x_6| \\ R_{17} &= |x_7 - x_8| \end{aligned} \right\} \dots (2)$$

5.1.3 Calculer la moyenne et l'étendue pour chaque paire d'échantillons en double, à l'aide des jeux d'équations, respectivement (3) et (4):

$$\left. \begin{aligned} \bar{\bar{x}}_1 &= \frac{1}{2} (\bar{x}_1 + \bar{x}_3) \\ \bar{\bar{x}}_5 &= \frac{1}{2} (\bar{x}_5 + \bar{x}_7) \end{aligned} \right\} \dots (3)$$

$$\left. \begin{aligned} R_{21} &= |\bar{x}_1 - \bar{x}_3| \\ R_{25} &= |\bar{x}_5 - \bar{x}_7| \end{aligned} \right\} \dots (4)$$

5.1.4 Calculer la moyenne et l'étendue de chaque paire d'échantillons globaux A et B, à l'aides des équations, respectivement (5) et (6):

$$\bar{\bar{x}} = \frac{1}{2} (\bar{\bar{x}}_1 + \bar{\bar{x}}_5) \dots (5)$$

$$R_3 = |\bar{\bar{x}}_1 - \bar{\bar{x}}_5| \dots (6)$$

5.1.5 Calculer la moyenne globale $\bar{\bar{\bar{x}}}$ et les moyennes des étendues $\bar{\bar{R}}_1$, $\bar{\bar{R}}_2$ et $\bar{\bar{R}}_3$ pour tous les lots sujets à la détermination de la fidélité, à l'aide des équations, respectivement (7) à (10):

$$\bar{\bar{\bar{x}}} = \frac{1}{k} \sum \bar{\bar{x}} \dots (7)$$

$$\bar{\bar{R}}_1 = \frac{1}{4k} \sum (R_{11} + R_{13} + R_{15} + R_{17}) \dots (8)$$

$$\bar{\bar{R}}_2 = \frac{1}{2k} \sum (R_{21} + R_{25}) \dots (9)$$

$$\bar{\bar{R}}_3 = \frac{1}{k} \sum R_3 \dots (10)$$

où k est le nombre de lots et Σ comprend tous les lots appropriés.

Pour préparer les cartes de contrôle des moyennes et des étendues, calculer les limites de contrôle à l'aide des jeux de formules (11) et (12).

Limites de contrôle pour la carte de $\bar{\bar{\bar{x}}}$

$$\left. \begin{aligned} \bar{\bar{\bar{x}}} \pm A_2 \bar{\bar{R}}_1 \\ \bar{\bar{\bar{x}}} \pm A_2 \bar{\bar{R}}_2 \\ \bar{\bar{\bar{x}}} \pm A_2 \bar{\bar{R}}_3 \end{aligned} \right\} \dots (11)$$