

---

---

**Houille et coke — Échantillonnage  
mécanique —**

Partie 7:

**Méthodes pour la détermination de la  
fidélité de l'échantillonnage, de la  
préparation de l'échantillon et de l'essai**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Hard coal and coke — Mechanical sampling —*

*Part 7: Methods for determining the precision of sampling, sample  
preparation and testing*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-f1acb8223d05/iso-13909-7-2001>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 13909-7:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-f1acb8223d05/iso-13909-7-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-f1acb8223d05/iso-13909-7-2001>

© ISO 2005

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Version française parue en 2005

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction .....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	1
4 <b>Généralités</b> .....	2
5 <b>Équations relatives aux facteurs affectant la fidélité</b> .....	3
6 <b>Estimation de la variance des prélèvements élémentaires primaires</b> .....	5
7 <b>Méthodes d'estimation de la fidélité</b> .....	6
8 <b>Calcul de la fidélité</b> .....	12
9 <b>Méthodes de vérification de la préparation des échantillons et des erreurs d'essai</b> .....	13
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Méthode du «variogramme» pour la détermination de la variance</b> .....	28
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Méthode des estimateurs de Grubbs pour la détermination de la fidélité de l'échantillonnage</b> .....	36
<b>Bibliographie</b> .....	45

[ISO 13909-7:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-f1acb8223d05/iso-13909-7-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-f1acb8223d05/iso-13909-7-2001>

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente partie de l'ISO 13909 peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 13909-7 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*, sous-comité SC 4, *Échantillonnage*.

L'ISO 13909 annule et remplace l'ISO 9411-1:1994, *Combustibles minéraux solides — Échantillonnage mécanique sur minéraux en mouvement — Partie 1: Charbon* et l'ISO 9411-2:1993, *Combustibles minéraux solides — Échantillonnage mécanique sur minéraux en mouvement — Partie 2: Coke*, dont elle constitue une révision technique. Elle remplace également les méthodes d'échantillonnage mécanique du charbon et du coke données dans l'ISO 1988:1975, *Charbons et lignites durs — Échantillonnage* et l'ISO 2309:1980, *Coke — Échantillonnage*.

L'ISO 13909 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Houille et coke — Échantillonnage mécanique*:

- *Partie 1: Introduction générale*
- *Partie 2: Charbon — Échantillonnage en continu*
- *Partie 3: Charbon — Échantillonnage sur lots statiques*
- *Partie 4: Charbon — Préparation des échantillons pour essai*
- *Partie 5: Coke — Échantillonnage en continu*
- *Partie 6: Coke — Préparation des échantillons pour essai*
- *Partie 7: Méthodes pour la détermination de la fidélité de l'échantillonnage, de la préparation de l'échantillon et de l'essai*
- *Partie 8: Méthodes de détection du biais*

Les Annexes A et B de la présente partie de l'ISO 13909 sont données uniquement à titre d'information.

## Introduction

Deux situations différentes sont envisagées lorsqu'il faut mesurer la fidélité. Dans le premier cas, la fidélité pouvant être attendue d'un programme d'échantillonnage est estimée et, si elle est différente de celle souhaitée, des ajustements sont faits pour la corriger. Dans le second cas, la fidélité atteinte sur un lot particulier est estimée à partir des résultats réellement obtenus à l'aide d'un programme d'échantillonnage conçu à cet effet.

Les équations développées dans la présente partie de l'ISO 13909 reposent sur l'hypothèse selon laquelle la qualité du combustible varie de manière aléatoire dans toute la masse échantillonnée et les observations respectent une distribution normale. Aucune de ces hypothèses n'est rigoureusement correcte. Bien que l'hypothèse selon laquelle les observations respecteront une distribution ne soit pas tout à fait correcte pour certains paramètres du combustible, cet écart par rapport aux conditions présumées n'affectera pas matériellement la validité des formules développées pour la vérification de la fidélité étant donné que les statistiques utilisées ne sont pas très sensibles à la non normalité. À strictement parler, les seuils de confiance ne seront pas toujours distribués symétriquement par rapport à la moyenne. Les erreurs ne sont cependant pas significatives pour la plupart des utilisations pratiques de la fidélité.

NOTE Dans le présent document, le terme «combustible» est employé lorsque le charbon et le coke sont tous deux concernés dans le contexte, et «charbon» ou «coke» sera utilisé si ce terme s'applique exclusivement.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13909-7:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-f1acb8223d05/iso-13909-7-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-f1acb8223d05/iso-13909-7-2001>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 13909-7:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-f1acb8223d05/iso-13909-7-2001>

# Houille et coke — Échantillonnage mécanique —

Partie 7:

## Méthodes pour la détermination de la fidélité de l'échantillonnage, de la préparation de l'échantillon et de l'essai

### 1 Domaine d'application

Dans la présente partie de l'ISO 13909 sont développées des équations reliant les variables qui contribuent à la fidélité globale de l'échantillonnage. Des méthodes sont décrites pour une estimation de la fidélité globale et le calcul de valeurs pour la variance des prélèvements élémentaires primaires pouvant être utilisées pour modifier la fidélité. Des méthodes de vérification de la variance de la préparation d'échantillons et des essais sont également détaillées.

### 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 13909. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 13909 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 13909-1:2001, *Houille et coke — Échantillonnage mécanique — Partie 1: Introduction générale*

ISO 13909-2:2001, *Houille et coke — Échantillonnage mécanique — Partie 2: Charbon — Échantillonnage en continu*

ISO 13909-3:2001, *Houille et coke — Échantillonnage mécanique — Partie 3: Charbon — Échantillonnage sur lots statiques*

ISO 13909-4:2001, *Houille et coke — Échantillonnage mécanique — Partie 4: Charbon — Préparation des échantillons pour essai*

ISO 13909-5:2001, *Houille et coke — Échantillonnage mécanique — Partie 5: Coke — Échantillonnage en continu*

ISO 13909-6:2001, *Houille et coke — Échantillonnage mécanique — Partie 6: Coke — Préparation des échantillons pour essai*

ISO 13909-8:2001, *Houille et coke — Échantillonnage mécanique — Partie 8: Méthodes de détection du biais*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 13909, les termes et définitions donnés dans l'ISO 13909-1 s'appliquent.

## 4 Généralités

Lors de la conception d'un programme d'échantillonnage visant à satisfaire à une fidélité requise des résultats, des équations reliant certaines caractéristiques du combustible et de l'échantillonnage à cette fidélité sont nécessaires. Les principaux facteurs à prendre en compte sont la variabilité des prélèvements élémentaires primaires, les erreurs de préparation et d'essai, le nombre de prélèvements et d'échantillons collectés pour représenter le lot ainsi que la masse des échantillons. Tant pour l'échantillonnage continu que pour l'échantillonnage intermittent, ces équations sont calculées dans l'Article 5. Des méthodes d'estimation des paramètres utilisés dans ces équations sont détaillées dans l'Article 6.

Une fois qu'un système d'échantillonnage a été conçu et installé, il convient de vérifier la fidélité atteinte de façon systématique. Une estimation de la fidélité peut être obtenue à partir de la variance des prélèvements élémentaires primaires,  $V_1$ , du nombre de prélèvements élémentaires,  $n$ , et de sous-lots,  $u$ , (voir Article 5) ainsi que de la variance de la préparation et de l'essai,  $V_{PT}$ .

La variance de l'échantillonnage est fonction de la variabilité du produit. Le même nombre de prélèvements élémentaires et de sous-lots ainsi que les erreurs de préparation et d'essai généreront une fidélité différente avec des combustibles qui présentent une variabilité différente.

En fonction de la portée de l'existence d'une corrélation propre et de la méthode d'estimation de la variance des prélèvements élémentaires primaires utilisée, une telle estimation peut représenter une surévaluation considérable de la valeur numérique de la fidélité (c'est-à-dire indiquant des résultats moins favorables que la réalité). En outre, pour que les résultats aient une signification, il serait nécessaire de préparer et d'analyser de grandes quantités de prélèvements élémentaires (en double) pour l'estimation de  $V_1$  et  $V_{PT}$ .

Les variations de qualité obtenues sous forme de variances des prélèvements élémentaires primaires sur des systèmes existants ne sont pas absolues. Par conséquent, il convient que les concepteurs fassent preuve de prudence en utilisant de tels résultats dans une situation différente. Il convient que la valeur estimée de la variance des prélèvements élémentaires primaires,  $V_1$ , soit calculée de manière expérimentale pour chaque combustible et à chaque emplacement de l'échantillonnage.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-19c8223d0780/iso-13909-7-2001>

Chaque fois qu'un programme d'échantillonnage est utilisé pour déterminer la variance des prélèvements, les conditions d'utilisation doivent être aussi similaires que possible aux conditions connues, ou anticipées, qui prévaudront au cours de l'échantillonnage pour lequel la variance des prélèvements est requise, qu'il soit effectué par un système d'échantillonnage identique ou différent.

Une estimation de la fidélité réellement atteinte peut être obtenue en prenant l'échantillon dans un certain nombre de parties et en comparant les résultats obtenus avec ces parties. Il existe plusieurs méthodes pour y parvenir. Elles dépendent de

- a) l'objectif de l'essai, et
- b) des limites pratiques imposées par les modes opératoires et le matériel d'échantillonnage disponibles.

Lorsqu'un système d'échantillonnage existe, l'objectif de l'essai est de vérifier que le programme parvient effectivement à la fidélité requise (voir Article 7). Dans le cas contraire, il se peut qu'il doive être modifié et contrôlé à nouveau jusqu'à ce qu'il puisse satisfaire à la fidélité requise. Pour ce faire, un programme de contrôle spécifique devra être imaginé. Il peut être différent du programme habituel mais doit mesurer la fidélité de ce dernier.

En ce qui concerne les programmes d'échantillonnage habituels, l'approche la plus rigoureuse est celle de l'échantillonnage dédoublé de sous-lots. Toutefois, dans de nombreux systèmes d'échantillonnage mécanique existants, la capacité des composants individuels et l'intervalle entre les prélèvements élémentaires dans le programme habituel ne suffisent pas pour permettre de prendre des prélèvements supplémentaires. Dans de tels cas, les échantillons dédoublés peuvent être constitués à partir du nombre normal de prélèvements élémentaires. Le résultat peut être ajusté pour le plus petit nombre de prélèvements dans chaque échantillon (voir 7.3).



Il peut s'avérer nécessaire d'échantillonner un lot particulier et de calculer la fidélité du résultat obtenu (voir Article 8). Une fois de plus, un programme de contrôle spécial doit être mis au point, mais dans ce cas, c'est la fidélité obtenue par ce programme sur le lot en question qui est requise. Pour mesurer la fidélité atteinte pour un lot particulier, l'échantillonnage subdivisé est la meilleure méthode.

Des méthodes de vérification détaillée des erreurs de préparation et d'essai sont indiquées dans l'Article 9. Les résultats peuvent également servir à fournir des données pour les équations utilisées dans l'Article 5.

## 5 Équations relatives aux facteurs affectant la fidélité

### 5.1 Généralités

La fidélité est une mesure de l'étroitesse des écarts entre les résultats obtenus en répétant plusieurs fois un mode opératoire de mesure dans des conditions spécifiques. Elle est caractéristique de la méthode utilisée. Moins une méthode présente des erreurs aléatoires, plus elle est précise. Un indice de fidélité largement répandu est le double de l'estimation de l'écart-type de la population de l'échantillon. Cet indice est utilisé dans toute la présente partie de l'ISO 13909.

Si un grand nombre d'échantillons subdivisés,  $j$ , sont pris sur un sous-lot de combustible pour être préparés et analysés séparément, la fidélité estimée,  $P$ , d'une seule observation est donnée par l'Équation (1):

$$P = 2s = 2\sqrt{V_{\text{SPT}}} \quad (1)$$

où

$s$  est l'estimation de l'écart-type de la population de l'échantillon;

$V_{\text{SPT}}$  est la variance totale.

[ISO 13909-7:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-100000000000/iso-13909-7-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-100000000000/iso-13909-7-2001>

La variance totale,  $V_{\text{SPT}}$ , dans l'Équation (1) est fonction de la variance des prélèvements élémentaires primaires, du nombre de prélèvements élémentaires et des erreurs associées à la préparation de l'échantillon et à l'essai.

NOTE Les composants de la variance des prélèvements élémentaires sont la variance due au prélèvement et la variance à laquelle contribue à l'hétérogénéité du produit. Celle-ci est souvent, mais pas toujours, la principale source de variance dans l'échantillonnage.

Pour un échantillon, cette relation est exprimée par l'Équation (2):

$$V_{\text{SPT}} = \frac{V_1}{n} + V_{\text{PT}} \quad (2)$$

où

$V_1$  est la variance des prélèvements élémentaires primaires;

$V_{\text{PT}}$  est la variance de préparation et d'essai;

$n$  est le nombre de prélèvements élémentaires primaires dans l'échantillon.

## 5.2 Échantillonnage continu

Lorsque le résultat est une moyenne arithmétique d'un nombre d'échantillons découlant de la division du lot en une série de sous-lots et en prenant un échantillon de chacun d'entre eux, l'Équation (2) devient:

$$V_{SPT} = \frac{V_1}{mn} + \frac{V_{PT}}{m} \quad (3)$$

où  $m$  est le nombre de résultats de l'échantillon utilisés pour obtenir la moyenne.

Étant donné qu'un échantillon équivaut à une unité d'un ensemble d'échantillons subdivisés, il est possible de montrer ce qui suit en combinant les Équations (1) et (3):

$$P = 2\sqrt{\frac{V_1}{mn} + \frac{V_{PT}}{m}} \quad (4)$$

L'Équation (4) donne une estimation de la fidélité pouvant être attendue lorsqu'un programme d'échantillonnage donné est utilisé pour soumettre à l'essai un combustible précis dont la variabilité est connue ou peut être estimée d'une manière ou d'une autre. Par ailleurs, l'Équation (4) permet au concepteur du programme d'échantillonnage de déterminer respectivement, pour la fidélité souhaitée et avec le combustible dont la variabilité est connue ou estimée, la combinaison du nombre de prélèvements élémentaires et d'échantillons qui sera la plus favorable si l'on tient compte des capacités relatives du matériel d'échantillonnage et des installations du laboratoire en question. À cette fin, il sera toutefois plus commode d'utiliser les Équations (5) et (6), lesquelles découlent toutes deux d'un réarrangement de l'Équation (4).

$$n = \frac{4V_1}{mP^2 - 4V_{PT}} \quad (5)$$

$$m = \frac{4(V_1 + nV_{PT})}{nP^2} \quad (6)$$

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

ISO 13909-7:2001

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-7b131071e132/iso-13909-7-2001)

NOTE Les résultats obtenus à partir de combustibles minéraux solides présents dans un écoulement afficheront fréquemment une corrélation qui leur est propre. Ainsi, des combustibles en mouvements proches auront plus tendance à dégager une constitution proche que des livraisons éloignées. Dans ce cas, les estimations de la fidélité des résultats d'un simple échantillon sur la base de la variance des prélèvements élémentaires primaires et de la variance de la préparation et de l'essai afficheront une fidélité moins favorable, c'est-à-dire numériquement plus élevée, que celle réellement atteinte. L'effet d'une corrélation propre peut être pris en compte à l'aide de la méthode «variographique» de détermination de la variance donnée dans l'Annexe A.

## 5.3 Échantillonnage intermittent

Tandis que la valeur utilisée pour la variance des prélèvements élémentaires primaires est considérée comme étant cohérente pour tous les sous-lots dans un lot, il peut y avoir des variations entre les moyennes des sous-lots. Pour autant que tous les sous-lots soient échantillonnés et soumis à l'essai, il ne s'agit pas d'une source de variance supplémentaire. Cependant, si seuls certains sous-lots sont échantillonnés et soumis à l'essai, par échantillonnage intermittent, un terme de correction pour la variance du sous-lot doit alors être introduit dans l'Équation (3) et dans les équations qui en découlent, comme suit:

$$V_{SPT} = \frac{V_1}{un} + \frac{V_{PT}}{u} + \left(1 - \frac{u}{m}\right)V_m \quad (7)$$

où

$m$  est le nombre total de sous-lots;

$u$  est le nombre de sous-lots échantillonnés;

$V_m$  est la variance du sous-lot.

Le terme  $(1 - u/m) V_m$  compense le fait que, au fur et à mesure que la proportion des sous-lots échantillonnés et soumis à l'essai augmente, l'influence de la variance du sous-lot diminue jusqu'à la disparition lorsque  $u = m$ .

L'équivalent de l'Équation (4) peut être calculé à partir de la combinaison des Équations (1) et (7) à partir desquelles les équations équivalentes aux Équations (5) et (6) peuvent être obtenues par réarrangement.

## 6 Estimation de la variance des prélèvements élémentaires primaires

### 6.1 Détermination directe des prélèvements élémentaires primaires individuels

L'estimation directe de la variance des prélèvements élémentaires primaires peut être réalisée avec un programme d'échantillonnage dédoublé composé de plusieurs niveaux hiérarchiques permettant à la fois l'estimation de la variance globale et de la variance de la préparation et de l'essai. La variance estimée des prélèvements élémentaires primaires peut alors être obtenue en soustrayant la variance de la préparation et de l'essai de la variance globale estimée. Un certain nombre de prélèvements élémentaires primaires sont systématiquement collectés et soit divisés en deux parties, soit préparés de sorte que des échantillons dédoublés puissent être pris au premier stade de la division. Chaque partie est préparée et soumise à l'essai pour caractériser la qualité souhaitée, à l'aide des mêmes méthodes que celles devant être utilisées dans des opérations de routine. La moyenne des deux résultats et la différence entre les deux résultats sont calculées pour chaque paire.

Il est recommandé que 50 prélèvements au moins soient collectés, de préférence sur tout le lot ou même sur plusieurs lots du même type de combustible.

Le mode opératoire est le suivant: ([standards.iteh.ai](https://standards.iteh.ai))

- a) Calculer la variance de la préparation et de l'essai,  $V_{PT}$ .

$$V_{PT} = \frac{\sum d^2}{2n_p} \quad (8)$$

où

$d$  est la différence entre les éléments de paires;

$n_p$  est le nombre de paires.

- b) Calculer la variance des prélèvements élémentaires primaires,  $V_1$ .

$$V_1 = \frac{\sum x^2 - \frac{1}{n_p} (\sum x)^2}{(n_p - 1)} - \frac{V_{PT}}{2} \quad (9)$$

où  $x$  est la moyenne des deux mesures pour chaque prélèvement.

Une méthode alternative pour estimer la variance des prélèvements élémentaires primaires,  $V_1$ , est la suivante:

$$V_1 = \frac{\sum D^2}{2h} - \frac{V_{PT}}{2} \quad (10)$$

où

$D$  est la différence entre les moyennes de paires successives;

$h$  est le nombre de paires successives.

Cette méthode permet d'éviter une surestimation de la variance lorsqu'il y a une corrélation propre (voir la Note en 5.2), mais elle peut uniquement être utilisée si l'intervalle d'échantillonnage des prélèvements élémentaires primaires auquel les prélèvements sont recueillis est supérieur ou égal à l'intervalle d'échantillonnage des prélèvements élémentaires primaires utilisé lorsque le programme est implémenté dans le cadre d'opérations d'échantillonnage de routine.

Le traitement le plus strict de la corrélation propre est d'utiliser la méthode «variographique» expliquée dans l'Annexe A. Celle-ci prend en compte à la fois les effets de l'intervalle d'échantillonnage et ceux de la corrélation propre, ce qui permet donc d'éviter une surestimation de la variance de l'échantillonnage et du nombre de prélèvements élémentaires primaires dus à ces facteurs.

## 6.2 Détermination à l'aide de l'estimation de la fidélité

La variance des prélèvements élémentaires primaires peut être calculée à partir de l'estimation de la fidélité obtenue, soit à l'aide de la méthode de l'échantillonnage dédoublé expliquée en 7.2, soit avec la méthode de l'échantillonnage subdivisé expliquée à l'Article 8 en fonction de l'Équation (11) provenant d'un réarrangement des termes de l'Équation (4).

$$V_1 = \frac{mnP^2}{4} - nV_{PT} \quad (11)$$

Cette valeur peut alors être utilisée ajuster le programme d'échantillonnage au besoin.

## 7 Méthodes d'estimation de la fidélité

### 7.1 Généralités

Les symboles et définitions suivantes s'appliquent à toutes les méthodes décrites dans cet article.

$n_0$  est le nombre de prélèvements élémentaires dans un sous-lot pour le programme habituel;

$m_0$  est le nombre de sous-lots dans un lot pour le programme habituel;

$P_0$  est la fidélité souhaitée pour le programme habituel;

$P_W$  est la fidélité la moins favorable (valeur absolue la plus haute) autorisée.

Dans tous les cas, les mêmes méthodes de préparation des échantillons doivent être utilisées pour ce qui est du programme habituel.

### 7.2 Échantillonnage dédoublé avec le double du nombre de prélèvements élémentaires

Le double du nombre normal de prélèvements élémentaires ( $2n_0$ ) est effectué sur chaque sous-lot; ceux-ci sont combinés pour former des échantillons dédoublés (voir Figure 1) et chacun contient  $n_0$  prélèvements élémentaires. Ce processus est répété au besoin sur plusieurs lots du même combustible, jusqu'à ce qu'au moins 10 paires d'échantillons dédoublés aient été collectées.

Un paramètre du combustible est choisi pour être analysé. Il peut s'agir, par exemple, des cendres (base sèche) pour le charbon ou de l'indice Micum pour le coke. L'écart-type au sein des échantillons dédoublés pour le paramètre de l'essai est calculé à l'aide de l'Équation (12):

$$s = \sqrt{\frac{\sum d^2}{2n_p}} \quad (12)$$

où

$d$  est la différence entre les échantillons dédoublés;

$n_p$  est le nombre de paires d'échantillons dédoublés qui sont examinées.

Les résultats classiques obtenus pour les cendres de charbon sont indiqués dans le Tableau 1.

Le nombre de paires  $n_p$  est de 10. La variance des cendres est donc:

$$\begin{aligned} s^2 &= \frac{\sum d^2}{2n_p} \\ &= \frac{2,78}{20} = 0,139 \end{aligned}$$

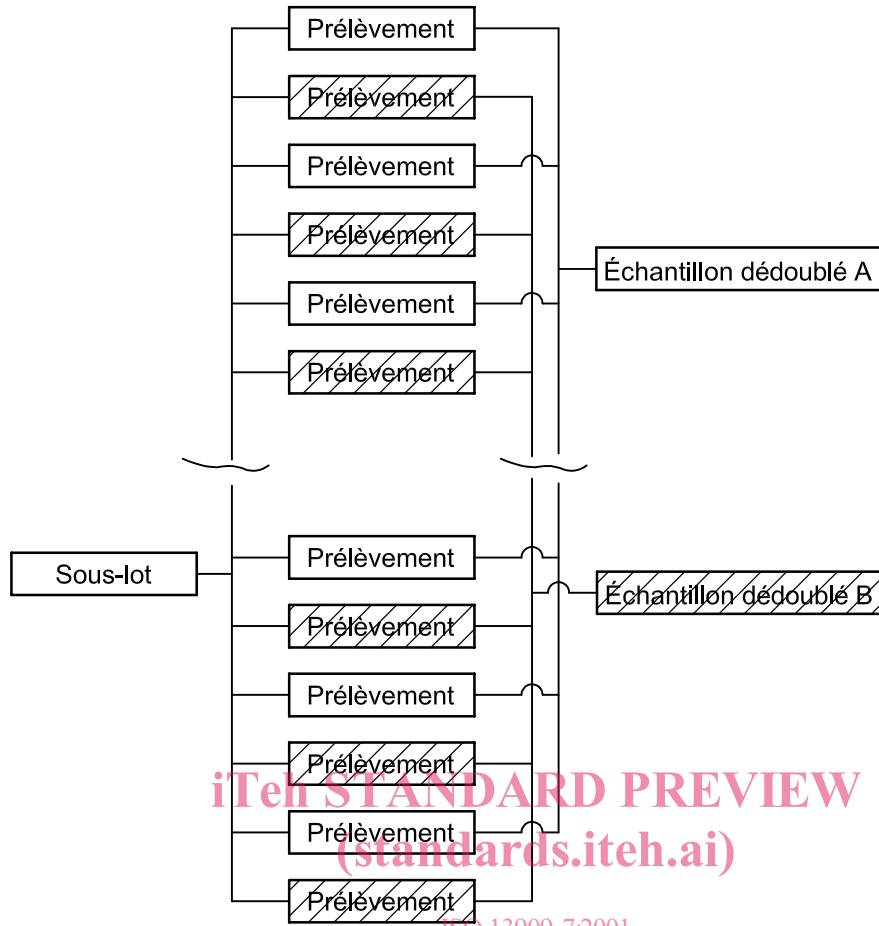
et l'écart-type est:

$$s = \sqrt{0,1390} = 0,373$$

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

[ISO 13909-7:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-f1acb8223d05/iso-13909-7-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-f1acb8223d05/iso-13909-7-2001>



ISO 13909-7:2001  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb8847b-4b21-4a55-8af8-f1acb8223d05/iso-13909-7-2001>

**Légende**

- Prélèvement élémentaire d'un programme habituel
- Prélèvement élémentaire supplémentaire pour un programme de contrôle de fidélité

**Figure 1 — Exemple de plan d'échantillonnage dédoublé**

La fidélité du résultat pour un seul sous-lot est donc la suivante:

$$P = 2s$$

$$= 2(0,373) = 0,75 \%$$

La fidélité atteinte pour la moyenne des cendres d'un lot normal échantillonné sous forme de  $m$  sous-lots découle de  $2s/\sqrt{m}$ . Par exemple, si  $m = 10$ , alors:

$$P = \frac{2(0,373)}{\sqrt{10}} = 0,2359 \%$$

Ces valeurs de  $P$  ont été calculées à l'aide d'estimations ponctuelles pour l'écart-type; elles représentent la meilleure estimation pour la fidélité.

Tableau 1 — Résultats d'un échantillonnage dédoublé, % de cendres, base sèche

Paire d'échantillon N°	Valeurs des échantillons dédoublés %		Différence entre les échantillons dédoublés	
	A	B	$ A - B  = d$	$d^2$
1	11,1	10,5	0,6	0,36
2	12,4	11,9	0,5	0,25
3	12,2	12,5	0,3	0,09
4	10,6	10,3	0,3	0,09
5	11,6	12,5	0,9	0,81
6	11,8	12,0	0,2	0,04
7	11,8	12,2	0,4	0,16
8	10,8	10,0	0,8	0,64
9	7,9	8,2	0,3	0,09
10	10,8	10,3	0,5	0,25
Total				2,78

Si l'estimation d'un intervalle est utilisée pour l'écart-type, à un seuil de confiance de 95 %, la fidélité se situe alors dans un intervalle comportant des limites inférieures et supérieures. Celles-ci peuvent être calculées à partir de l'estimation ponctuelle de la fidélité et des facteurs qui dépendent des degrés de liberté utilisés pour le calcul de l'écart-type (voir Tableau 2).

Tableau 2 — Facteurs utilisés pour le calcul des intervalles de précision

f - nombre d'observations	5	6	7	8	9	10	15	20	25	50
Limite inférieure	0,62	0,64	0,66	0,68	0,69	0,70	0,74	0,77	0,78	0,84
Limite supérieure	2,45	2,20	2,04	1,92	1,83	1,75	1,55	1,44	1,38	1,24

NOTE Les facteurs du Tableau 2 proviennent de l'estimation de  $s^2$  obtenue à partir des différences au carré de  $n$  paires d'observations. Étant donné qu'il n'y a pas de contrainte dans le cas présent, l'estimation ainsi que  $d^2$  auront  $n$  degrés de liberté. Les valeurs du Tableau 2 sont calculées à partir de la relation:

$$\frac{ns^2}{X^2_{n,0,025}} < s^2 < \frac{ns^2}{X^2_{n,0,0975}}$$

La partie principale du Tableau 2 indique les valeurs pour  $\sqrt{n}/X^2$  qui sont multipliées par  $s$  pour obtenir les limites de confiance.

Ainsi, pour le lot de 10 sous-lots repris dans l'exemple ci-dessus:

$$\text{Limite supérieure} = 1,75 (0,235 9) = 0,41 \%$$

$$\text{Limite inférieure} = 0,70 (0,235 9) = 0,17 \%$$

où les facteurs sont obtenus à partir du Tableau 2 à l'aide de  $f = n_p$ , soit 10. La fidélité se situe entre 0,17 % et 0,41 % à un seuil de confiance de 95 %.