
NORME INTERNATIONALE



1988

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Charbons et lignites durs — Échantillonnage

Hard coal — Sampling

Première édition — 1975-03-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1988:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ab7e019-0acb-451b-a000-27afb4411e42/iso-1988-1975>

CDU 662.66 : 620.11

Réf. N° : ISO 1988-1975 (F)

Descripteurs : charbon, lignite, échantillonnage.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 1988 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*, et soumise aux Comités Membres en juin 1971.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Allemagne	Irlande	Suisse
Autriche	Nouvelle-Zélande	Tchécoslovaquie
Belgique	Pays-Bas	Turquie
Canada	Portugal	U.S.A.
Danemark	Roumanie	Yougoslavie
Egypte, Rép. arabe d'	Royaume-Uni	
Inde	Suède	

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Afrique du Sud, Rép. d'
France

SOMMAIRE

Page

1	Objet et domaine d'application	1
2	Introduction	1
3	Principes fondamentaux de l'échantillonnage	5
4	Échantillonnage sur un courant de charbon	11
5	Échantillonnage sur des wagons	14
6	Échantillonnage sur des navires	17
7	Échantillonnage sur des tas de stockage	20
8	Préparation de l'échantillon pour la détermination de l'humidité totale	21
9	Préparation de l'échantillon pour l'analyse générale	24

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.itteh.ai)

Annexes ISO 1988:1975

<https://standards.itteh.ai/catalog/standards/sist/6ab7e019-0acb-451b-a000-27ab4411e428-1988-1975>

A	Équipement d'échantillonnage	34
B	Exemples d'instructions aux préposés à l'échantillonnage	65
C	Méthodes de vérification de la fidélité au moyen de l'échantillonnage subdivisé.	69
D	Méthode pour vérifier les erreurs de préparation de l'échantillon	76
E	Méthode pour tester les erreurs systématiques	83
F	Théorie du calcul du nombre de prélèvements élémentaires d'après les renseignements expérimentaux	86
G	Théorie de l'échantillonnage subdivisé.	90
H	Théorie de la vérification des erreurs de préparation de l'échantillon	96



Publié 1975-03-01

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION · МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ · ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Charbons et lignites durs — Échantillonnage**ERRATA**

Avant-propos (Page de couverture intérieure). Le Comité Membre de la République d'Afrique du Sud vient de retirer sa désapprobation concernant la présente Norme Internationale. En conséquence, la République d'Afrique du Sud doit figurer dans la liste des pays dont les Comités Membres ont approuvé le document.

Page 84. Paragraphe E.8.1, 8^{ème} ligne : «*p*» doit être remplacé par «*A*».

Page 86. Paragraphe F.3.1, 2^{ème} alinéa : la seconde formule doit être lue comme suit :

$$\text{d'où } V_0 = n_1 \left[V_{n_1} - \left(\frac{n_1 - 1}{n_1} \right) p \right] = n_2 \left[V_{n_2} - \left(\frac{n_2 - 1}{n_2} \right) p \right]$$

Page 88. Chapitre F.4 : l'équation 12 doit être lue comme suit :

$$P = \frac{1}{2a} \sum_{i=1}^q p_i^2 \quad \dots (12)$$

Page 91. Paragraphe G.2.3 : l'équation 13 doit être lue comme suit :

$$\begin{aligned} \sigma &= Wa_r \\ \text{ou } W &= \sigma/a_r \quad \dots (13) \end{aligned}$$

Charbons et lignites durs – Échantillonnage

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie des méthodes pour l'échantillonnage des charbons et lignites durs, à des fins ordinaires et à des fins particulières, de façon à fournir des échantillons pour l'analyse générale et pour la détermination de l'humidité totale. Elle donne également les principes à considérer pour le prélèvement et la préparation de l'échantillon en vue de l'analyse.

Certains principes de la présente Norme Internationale peuvent aussi être utilisés pour le prélèvement des échantillons destinés à la détermination des propriétés physiques, telles que le calibre et la densité, ainsi qu'à la détermination des propriétés rhéologiques. En ce qui concerne les propriétés physiques, il peut être nécessaire de prélever un échantillon global plus important que le minimum spécifié, soit en augmentant la masse de chaque prélèvement individuel, soit en procédant à un plus grand nombre de prélèvements individuels. En ce qui concerne les propriétés rhéologiques, il peut arriver que l'échantillon le plus gros préparé en laboratoire soit différent de ceux destinés à l'analyse générale et à la détermination de l'humidité totale (voir 2.9).

NOTES

1 Les termes «charbons et lignites durs» se rapportent à tous les charbons ainsi définis dans la classification ECE (voir ISO/R 1213).

2 L'attention est attirée sur l'ISO/R 1213, *Vocabulaire des termes relatifs aux combustibles minéraux solides -- Première partie : Termes relatifs à la préparation des charbons*, et *Deuxième partie : Termes relatifs à l'échantillonnage et à l'analyse des charbons*, dont les termes et définitions sont employés dans la présente Norme Internationale.

2 INTRODUCTION

2.1 Guide pour le lecteur : Disposition générale

La présente Norme Internationale est un document de vaste étendue traitant de tous les aspects de l'échantillonnage du charbon; en conséquence il est long. Les observations suivantes sont destinées à servir de guide au sujet de sa disposition générale.

Les chapitres 2 et 3 se réfèrent au problème général qui se pose dans l'échantillonnage du charbon et ils doivent être étudiés complètement. Les chapitres numérotés de 4 à 7, dont chacun correspond à un certain emplacement du charbon, doivent être étudiés pour obtenir des instructions

détaillées en vue d'un échantillonnage, dans le cas particulier de l'emplacement du charbon considéré. L'annexe A décrit les types de pièces d'équipement d'échantillonnage qui peuvent être nécessaires.

Après avoir pris connaissance du chapitre 2, il apparaîtra que certaines décisions doivent être prises avant de pouvoir commencer l'échantillonnage et un schéma des sortes d'instructions qu'il peut falloir élaborer pour le préposé à l'échantillonnage est donné dans l'annexe B.

Le chapitre 3 expose des principes généraux et décrit le procédé de l'échantillonnage subdivisé, qui est employé pour déterminer si la fidélité désirée d'échantillonnage a été obtenue. Une fois que ce procédé a été compris, il est très simple à mettre en œuvre; les vérifications numériques devant être effectuées sur les résultats obtenus sont décrites dans l'annexe C et la théorie sur laquelle est fondé le procédé est expliquée dans l'annexe G.

Tout ce qui précède se rapporte au prélèvement de l'échantillon. Lorsque l'échantillon global a été recueilli, des échantillons pour laboratoire doivent être préparés en partant de lui, les chapitres 8 et 9 donnent des instructions sur les façons de procéder. Un procédé destiné à vérifier les erreurs de la préparation d'échantillons est donné dans l'annexe D, et la théorie servant de base à cette manière d'opérer est expliquée dans l'annexe H. S'il existe un doute sur la façon dont convient la méthode d'échantillonnage, l'annexe E doit être étudiée, étant donné qu'elle donne des instructions pour éprouver les procédés d'échantillonnage en ce qui concerne l'erreur systématique.

2.2 Mode opératoire générale du prélèvement d'un échantillon

L'objet du prélèvement d'un échantillon de charbon est d'obtenir une partie aliquote servant à la détermination des qualités du charbon en cause. Le charbon est normalement constitué de particules de formes et de dimensions diverses, qui peuvent avoir des propriétés physiques et chimiques différentes. Afin que l'échantillon soit aussi représentatif que possible de l'ensemble du charbon duquel il a été prélevé, il doit être constitué en réunissant un nombre défini de parties, appelées prélèvements élémentaires, réparties sur tout l'ensemble du charbon soumis à l'échantillonnage. Le terme de «prélèvement élémentaire» se réfère à la quantité de charbon recueillie par une opération unique de l'instrument d'échantillonnage.

Une condition essentielle de l'échantillonnage est que la totalité du charbon à échantillonner doit être dégagée de façon que toutes les parties soient également accessibles à l'organe d'échantillonnage et qu'elles aient toutes la même chance de faire partie de l'échantillon.

Trois méthodes pour espacer les prélèvements élémentaires ont été proposées, à savoir :

- a) l'échantillonnage systématique; les prélèvements élémentaires sont régulièrement espacés sur l'unité considérée, dans le temps ou dans l'emplacement;
- b) l'échantillonnage au hasard; les prélèvements élémentaires sont espacés au hasard sur l'unité considérée, dans le temps ou dans l'emplacement;
- c) l'échantillonnage stratifié au hasard; l'unité considérée est divisée, dans le temps ou en quantité, en un certain nombre de strates égales et un seul ou plusieurs prélèvements élémentaires sont recueillis au hasard sur chaque strate.

L'échantillonnage systématique aboutirait à une erreur systématique sérieuse s'il y avait une variation périodique de qualité coïncidant avec la fréquence du recueil des prélèvements élémentaires, mais l'expérience de la pratique montre qu'une variation strictement périodique a peu de chances de se produire dans la pratique sans que les techniciens en cause en aient connaissance. La probabilité d'une erreur systématique provenant d'une coïncidence de ce genre est donc très faible.

L'échantillonnage stratifié au hasard et l'échantillonnage au hasard sont difficiles à exécuter à titre de méthodes courantes destinées à être appliquées automatiquement ou manuellement. Elles ne donneraient de meilleurs résultats que si la variation périodique mentionnée ci-dessus se produisait réellement sans que le technicien en cause en ait connaissance.

Les techniques de l'échantillonnage au hasard ont été adoptées dans certains cas, mais la présente Norme Internationale est surtout basée sur le principe de l'échantillonnage systématique. Il faut donc veiller à éviter toute coïncidence possible entre le recueil des prélèvements élémentaires et une variation périodique dans la qualité.

Une erreur systématique dans l'échantillonnage, c'est-à-dire une tendance à obtenir des résultats qui sont, d'une façon persistante, trop élevés ou trop bas, se produit très facilement pendant l'échantillonnage et elle est difficile à déceler; le plus grand soin doit donc être pris pour empêcher son apparition. Les deux causes principales d'erreur systématique sont :

- a) le recueil de prélèvements élémentaires sur une partie non représentative du charbon soumis à l'échantillonnage, par exemple sur un côté seulement d'une courroie;
- b) le recueil de prélèvements élémentaires d'une façon telle qu'ils ne sont pas représentatifs du charbon de leur voisinage immédiat, par exemple en utilisant une pelle d'échantillonneur trop petite pour recevoir les morceaux de charbon assez gros.

Pour éviter une erreur systématique, il est essentiel que les dimensions du matériel d'échantillonnage et le poids du prélèvement élémentaire soient en accord avec les dimensions maxima du charbon (voir 3.3). Si l'on suspecte une erreur systématique, il est possible d'améliorer le degré d'exactitude en changeant la forme et/ou la position de l'instrument d'échantillonnage ou en adoptant un autre système d'échantillonnage; mais il a été constaté que, dans la pratique, on n'obtient que peu d'amélioration du degré d'exactitude et de la fidélité (voir 2.5) lorsqu'on augmente la masse des prélèvements élémentaires au-dessus du minimum spécifié. Une modification de la fidélité de l'échantillonnage peut être obtenue en changeant le nombre des prélèvements élémentaires, mais l'erreur systématique qui est inhérente au système d'échantillonnage restera inchangée.

Le cas le plus favorable, où la totalité du charbon est dégagée pour l'échantillonnage, se produit lorsque le charbon est en cours de transport sur une courroie ou sur un dispositif analogue, de sorte qu'il défile, sous la forme d'un courant, devant le point d'échantillonnage. Si la courroie est alors arrêtée et si une section de longueur convenable est prélevée sur la totalité de la largeur de la courroie, toutes les particules de charbon contenues dans cette section peuvent être recueillies, de sorte qu'il n'y aura pas d'erreur systématique due aux causes a) et b) ci-dessus. L'échantillonnage sur une courroie arrêtée est normalement la façon la plus satisfaisante d'avoir l'assurance que l'échantillon est exempt d'erreur systématique; il est donc recommandé comme étant la méthode de référence la plus digne de confiance, qu'on puisse employer pour la vérification d'une autre méthode.

Dans de nombreuses installations, il n'est pas possible d'arrêter la courroie sans perturber considérablement le fonctionnement de cette installation, et il faut utiliser d'autres méthodes d'échantillonnage. Les méthodes les plus satisfaisantes qui viennent ensuite sont celles dans lesquelles des sections transversales sont prélevées sur un courant en écoulement, mais il est nécessaire de s'assurer que chaque prélèvement élémentaire est une section transversale représentative. Lorsqu'on échantillonne du charbon stationnaire, la condition essentielle, suivant laquelle chaque partie du charbon doit être également accessible à l'organe d'échantillonnage, n'est pas remplie; par exemple, lorsque le charbon est échantillonné dans un wagon, il n'est pas possible, pour les particules situées au fond dans les coins d'être incluses dans l'échantillon. Par conséquent, une distinction est faite dans la présente Norme Internationale entre le charbon situé dans un courant (soit en mouvement, soit arrêté) et le charbon stationnaire.

L'expérience a montré que des échantillons satisfaisants peuvent être prélevés sur des matières stationnaires dans des wagons, des bateaux et même des tas de stockage, à condition que des précautions spéciales soient prises pour éviter une erreur systématique. Étant donné que des matières stationnaires ont tendance à être l'objet d'une forte ségrégation, les points d'échantillonnage doivent être choisis avec soin et le nombre des prélèvements élémentaires recueillis doit être plus grand que lorsqu'on opère sur des matières en mouvement.

Lorsque, dans la présente Norme Internationale, il est question de charbon stationnaire, cela implique du charbon se trouvant dans un wagon, un bateau ou un tas de stockage. Lorsqu'on parle d'un courant en mouvement, cela implique un charbon qui est manutentionné par une courroie de convoyeur ou par un autre convoyeur; que le convoyeur soit en mouvement ou non au moment de l'échantillonnage est sans importance dans cette définition.

Quelle que soit la méthode d'échantillonnage adoptée, il faut attacher une grande attention à trouver un point où l'on peut recueillir avec sécurité et sans contrainte physique inutile, des prélèvements élémentaires exempts d'erreurs systématiques. Il est souvent désirable de prendre des dispositions permanentes, telles que la prévision d'une plateforme spéciale, pour la sécurité et la commodité de l'échantillonneur. Il est également désirable de prendre des dispositions spéciales pour l'enlèvement des échantillons depuis le point à l'air libre où ils ont été prélevés jusqu'à l'endroit clos où se fera leur traitement ultérieur.

Si des prélèvements élémentaires sont recueillis normalement, un échantillonneur qualifié doit être employé et les instructions qui lui sont données doivent être aussi complètes et aussi simples que possible; en particulier, l'emplacement de l'échantillonnage et les instants où les prélèvements élémentaires sont effectués doivent être spécifiés et ne pas être laissés au jugement personnel de l'échantillonneur (voir 2.12). C'est pour cette raison que l'échantillonnage mécanique est préférable à un échantillonnage manuel; mais il est nécessaire, en premier lieu, de vérifier que la machine à échantillonner n'est pas sujette à l'erreur systématique.

2.3 Différences entre fournisseurs et clients

Le producteur manipule toujours le même type ou les mêmes types de charbon dont les caractères généraux sont connus; il est donc habituellement intéressé aux caractères moyens du charbon pendant une certaine période plutôt qu'aux caractères d'une livraison déterminée. Si les fournitures à un consommateur sont chargées au hasard, les analyses moyennes sur une période peuvent constituer une meilleure estimation de la qualité qui lui a été fournie qu'une analyse faite sur une livraison individuelle.

En ce qui concerne l'échantillonnage, un consommateur ne connaît généralement rien d'autre au sujet d'un charbon que la réputation de sa qualité, et il doit considérer le charbon comme étant une livraison isolée dont les caractères ne sont pas connus. S'il reçoit régulièrement le même type de charbon, il peut se trouver dans la même situation que le producteur, bien que, généralement, les conditions seront quelque peu différentes, étant donné que le charbon peut avoir été soumis à une ségrégation ou à un mélange, du fait qu'il a été chargé dans des wagons, des péniches ou des navires pour le transport.

Lorsque le charbon provenant de la même origine est échantillonné régulièrement et qu'il n'existe que des erreurs au hasard, la différence entre les moyennes des valeurs d'échantillon obtenues par le client et le fournisseur devrait tendre vers zéro lorsque le nombre des livraisons échantillonnées augmente.

2.4 Échantillons pour analyse générale et pour détermination de l'humidité

Dans certaines circonstances, il est nécessaire ou il convient de prélever des échantillons séparés¹⁾ pour la détermination de l'humidité totale et pour analyse générale. Dans d'autres cas, il convient mieux de prélever un échantillon commun destiné à la fois à l'analyse de l'humidité et à l'analyse générale; par exemple, il peut être nécessaire de prélever un échantillon commun lorsqu'on utilise un échantillonneur automatique, ou un échantillon pour humidité séparé lorsque le charbon est très humide.

La présente Norme Internationale donne des valeurs numériques pour le prélèvement de deux échantillons séparés, l'un pour cendres, l'autre pour humidité totales. Si l'on désire prélever un échantillon commun, il peut s'avérer nécessaire d'augmenter la masse d'échantillon stipulé pour cendres, conformément à des instructions données plus loin.

2.5 «Degré d'exactitude» et «fidélité»

Aucune méthode d'échantillonnage, de préparation d'échantillon, ou d'analyse ne peut être parfaite, étant donné que la valeur vraie ne peut jamais être connue exactement. Le **degré d'exactitude** des résultats expérimentaux obtenus par une méthode d'échantillonnage est l'étroitesse de leur accord avec la valeur vraie. Mais comme la valeur vraie n'est pas connue, il est nécessaire d'évaluer l'étroitesse de l'accord des valeurs expérimentales entre elles-mêmes. C'est ce qui est connu sous le terme de **fidélité**.

Cela veut dire qu'il n'est pas possible de déterminer le **degré d'exactitude** d'une série de déterminations, mais seulement leur **fidélité**. À condition qu'il n'y ait pas d'erreur systématique dans la méthode, la fidélité sera la même que le degré d'exactitude. Pour la commodité de la présente Norme Internationale, le terme de **fidélité** est utilisé ci-après.

2.6 Fidélité de l'échantillonnage

La présente Norme Internationale est basée sur une norme de fidélité de référence pour l'humidité et les cendres (voir 3.1.4).

L'expérience montre que, lorsqu'un échantillon est prélevé et qu'il fournit ladite fidélité pour les cendres, on obtiendra généralement une fidélité meilleure que celle-ci lorsqu'on déterminera d'autres caractères communs.

1) Dans le reste de la présente Norme Internationale, un échantillon prélevé pour la préparation de l'échantillon destiné à l'analyse générale est appelé, pour la concision et la commodité, un **échantillon pour cendres**; l'autre échantillon est appelé un **échantillon pour humidité**. Si un seul échantillon est recueilli pour la détermination des cendres et de l'humidité, il est appelé un **échantillon commun**.

Dans la présente Norme Internationale, il est admis que, lorsqu'on échantillonne à la norme de référence, la variance de la préparation de l'échantillon et d'analyse sera environ un cinquième de la variance totale et que la variance restante sera due au prélèvement de l'échantillon. Ainsi, pour un charbon ayant un taux de cendres de 10 %, une fidélité de ± 1 point de cendre (95 fois sur 100) est équivalente à une variance d'ensemble de 0,25, formée d'une variance d'échantillonnage de 0,20 et d'une variance de préparation et d'analyse de l'échantillon de 0,05.

Les caractères du charbon varient considérablement, aussi un procédé d'échantillonnage spécifié donnera-t-il des fidélités différentes pour des charbons différents. Par exemple, la fidélité obtenue en recueillant un certain nombre de prélèvements élémentaires sur un courant unique d'un produit uniforme sera bien meilleure que si le même nombre de prélèvements élémentaires était recueilli sur un produit de même qualité moyenne, mais provenant d'un certain nombre de veines différentes. Afin d'avoir l'assurance que les résultats ne sont pas plus mauvais qu'une certaine limite de fidélité, il est donc nécessaire de spécifier le nombre de prélèvements élémentaires convenant aux charbons les plus variables qui seront examinés. Cela signifie que, dans la majorité des cas, la fidélité obtenue sera meilleure que la limite spécifiée. L'emploi de la méthode d'échantillonnage subdivisé (décrite en 3.5) est fortement recommandé pour vérifier la fidélité de l'échantillonnage, afin de pouvoir, si c'est nécessaire, ajuster le nombre des prélèvements élémentaires sur le nombre minimum nécessaire pour obtenir la fidélité désirée (voir annexe F).

2.7 Préparation d'échantillons

Lorsque l'échantillon ou les échantillons ont été recueillis, il est habituellement nécessaire de préparer sur eux deux échantillons pour laboratoire, l'un pour la détermination des cendres et autres caractères chimiques, l'autre pour la détermination de l'humidité totale.

L'objet de la préparation d'échantillon est de traiter les échantillons de façon que le petit échantillon de charbon reçu au laboratoire pour analyse soit représentatif de l'échantillon global original. L'échantillon de laboratoire pour analyse générale devra être constitué d'au moins 60 g de charbon et avoir une dimension maximale ne dépassant pas 0,2 mm. La masse de l'échantillon pour humidité dépend de la méthode de détermination de l'humidité qui doit être employée, mais elle sera de 300 g au moins.

Des instructions pour la préparation de l'échantillon pour humidité sont données dans le chapitre 8 et pour la préparation de l'échantillon pour analyse générale dans le chapitre 9.

2.8 Traitement de l'échantillon

Lorsqu'un échantillon séparé pour humidité est recueilli, les prélèvements élémentaires doivent être placés, aussi rapidement que possible, dans des récipients en métal ou imperméables, pourvus de couvercles s'ajustant bien, qui doivent être remis en place après l'introduction de chaque prélèvement élémentaire. L'échantillon doit être conservé

dans un endroit frais pendant le magasinage, de préférence à une température qui n'est pas supérieure à celle de l'échantillon lors du prélèvement.

Pour un échantillon commun, il y a lieu d'opérer de la même façon jusqu'à ce que l'échantillon pour humidité ait été extrait comme il est décrit au chapitre 8.

Pour un échantillon pour cendres, les prélèvements élémentaires peuvent être conservés dans des sacs; mais ils doivent être protégés contre les contaminations ou les pertes et être traités par les méthodes décrites au chapitre 9.

Une étiquette donnant une description claire et suffisante de l'échantillon doit être attachée au récipient contenant l'échantillon.

2.9 Essais physiques et autres

Un certain nombre d'essais physiques sont fréquemment exécutés sur du charbon, les plus communs étant une analyse aux liqueurs denses et une analyse granulométrique. Les résultats de tous les essais physiques sont affectés par la distribution granulométrique du charbon et, à condition qu'un soin particulier soit pris d'éviter le bris, les façons de procéder indiquées dans la présente Norme Internationale sont applicables aux prélèvements des échantillons destinés aux essais physiques. En particulier, la masse minimale de prélèvement élémentaire nécessaire pour des essais physiques sera la même que la masse minimale du prélèvement élémentaire nécessaire pour la détermination des cendres ou de la teneur en humidité, tel qu'il est spécifié dans la présente Norme Internationale.

Pour tous les essais physiques et autres essais, la masse totale d'échantillon nécessaire dépend de l'essai en cause et sera généralement plus grande que la masse d'échantillon nécessaire pour les cendres ou l'humidité. Ces masses sont (ou seront) données dans les publications ISO appropriées et il faudra s'y référer pour déterminer la masse convenable.

Pour ces essais, l'échantillon doit être prélevé conformément aux dispositions de la présente Norme Internationale, mais soit la masse des prélèvements élémentaires individuels, soit le nombre de prélèvements élémentaires devra être augmenté pour obtenir la plus grande masse d'échantillon. Il est préférable d'augmenter le nombre de prélèvements élémentaires plutôt que la masse des prélèvements élémentaires individuels; mais il peut mieux convenir, dans certaines conditions, de recueillir de grands prélèvements élémentaires.

Pour certains essais, par exemple essais de cokéfaction ou autres essais physiques, il peut être nécessaire d'employer le charbon dans son état original ou sous des dimensions différentes du 0,2 mm dont il a été parlé ci-dessus. Dans de tels cas, le paragraphe 2.7 n'est plus applicable.

2.10 Procès-verbal

L'échantillonneur doit préparer un procès-verbal indiquant le nombre et la taille des prélèvements élémentaires, les détails sur le procédé d'échantillonnage, des détails complets sur le charbon et la fidélité adoptée. Ce

procès-verbal doit être attaché à l'échantillon ou être mis d'une autre façon à la disposition du destinataire des résultats définitifs.

2.11 Théories de l'échantillonnage

Il y a de nombreuses théories de l'échantillonnage, dont quelques-unes, a-t-on constaté, donnent une explication convenable des facteurs en cause dans certaines circonstances, tandis que d'autres sont satisfaisantes dans d'autres circonstances, mais aucune n'est satisfaisante dans toutes les circonstances. C'est pour cette raison que la présente Norme Internationale est basée en premier lieu sur l'expérience pratique relative à un volume important de données expérimentales recueillies dans divers pays. La base théorique des façons d'opérer est étudiée dans les annexes où l'on traite aussi de l'établissement de formules empiriques.

2.12 Instructions pour le personnel préposé à l'échantillonnage

La présente Norme Internationale donne des méthodes et des principes d'échantillonnage qui doivent s'appliquer à tous les problèmes d'échantillonnage susceptibles d'être rencontrés dans le commerce international. Il a donc été nécessaire de décrire un grand nombre de méthodes pouvant se substituer l'une à l'autre; le résultat en est que le présent document est assez long et est trop compliqué pour être remis directement à un échantillonneur. Il est important que le préposé à l'échantillonnage reçoive des instructions qui soient simples, faciles à comprendre et ne peuvent être interprétées que d'une seule façon. Ces instructions, qu'il serait préférable de donner par écrit, doivent être préparées par le surveillant général de l'échantillonnage en partant des renseignements donnés dans la présente Norme Internationale. Ces instructions doivent être établies conformément aux titres énumérés dans le tableau 1, qui énumère aussi les parties du document devant être consultées avant la préparation des instructions aux préposés à l'échantillonnage.

Avant de préparer la feuille d'instruction, le surveillant général doit avoir des renseignements sur les points suivants :

- dans quel but l'échantillon est-il demandé ?
- quelle est la dimension maximale estimée du charbon, sa qualité et sa teneur en cendres ?
- quelles sont les analyses demandées (par exemple : humidité, cendres, essais physiques) ?
- doit-il être prélevé un échantillon séparé pour humidité, ou bien un échantillon commun ?
- sur quoi l'échantillon doit-il être prélevé (sur un courant de charbon, des wagons, un bateau ou un tas de stockage) ?
- le charbon doit-il être traité comme une livraison séparée, ou bien comme une livraison régulière ?

g) quelle est l'importance de la livraison (doit-elle être échantillonnée comme un ensemble ou bien en lots de 1 000 t ?) et quels sont les renseignements disponibles sur son hétérogénéité ?

h) la fidélité normalisée de référence convient-elle, ou bien une fidélité différente est-elle demandée ?

j) la fidélité doit-elle être vérifiée par un échantillonnage subdivisé ou dédoublé ?

Le tableau 1 donne les références aux paragraphes, chapitres et annexes du document nécessaire pour diverses méthodes d'échantillonnage.

Des exemples d'instructions convenables sont donnés dans l'annexe B.

TABLEAU 1 – Références aux renseignements requis

Renseignements requis	Référence : Pour échantillonnage sur			
	courants	wagons	bateaux	tas de stockage
Considérations générales	4.1	5.1	6.1	7.1
Prélèvement de l'échantillon	4.3	5.3	6.3	7.3
Équipement d'échantillonnage	annexe A	annexe A	annexe A	annexe A
Masse de prélèvement élémentaire	3.3	3.3	3.3	3.3
Nombre de prélèvements élémentaires	4.2	5.2	6.2	7.2
Traitement de l'échantillon	2.8	2.8	2.8	2.8
Préparation pour analyse	8 et 9	8 et 9	8 et 9	8 et 9
Fidélité	3.1	3.1	3.1	3.1
Vérification de la fidélité	annexe C	annexe C	annexe C	annexe C

3 PRINCIPES FONDAMENTAUX DE L'ÉCHANTILLONNAGE

3.1 Fidélité

3.1.1 Généralités

Dans la présente Norme Internationale, toutes les références faites à la fidélité se rapportent à une probabilité de 95 %.

Cela signifie que les valeurs déterminées (pour les cendres ou l'humidité par exemple) sur les échantillons prélevés sur un même charbon (c'est-à-dire un charbon de même qualité ou de même origine) seront comprises dans les limites de fidélité spécifiées 95 fois sur 100 : en l'absence d'erreur systématique, ces limites se répartiront uniformément autour de la valeur réelle. Réciproquement, en appliquant ces limites à une valeur simple, il existe une probabilité de 95 % que la répartition renferme la valeur réelle.

3.1.2 Fidélité et nombre de prélèvements élémentaires

La norme de fidélité choisie est, à un certain degré, arbitraire car en recueillant un plus grand nombre de prélèvements élémentaires, on aura une fidélité meilleure. Sous réserve des restrictions étudiées plus loin (voir 3.2.5), toute fidélité désirée peut être atteinte par un ajustement convenable du nombre de prélèvements élémentaires.

Néanmoins, il convient de choisir une norme de fidélité de référence avec laquelle il soit possible de mettre en relation le nombre de prélèvements élémentaires nécessaires pour différents types d'échantillonnage ou différents types de charbon. Les références faites, en 3.2.4 et aux chapitres 4 et 7, à «un nombre initial de prélèvements élémentaires» impliquant le nombre de prélèvements élémentaires nécessaires pour la norme de fidélité de référence qui est indiquée dans le tableau 2. Des instructions sont données en 3.2.4 pour ajuster le nombre initial de prélèvements élémentaires, si une fidélité différente est demandée.

En général, à moins qu'il n'existe de raisons spéciales contraires, il est recommandé d'adopter la norme de fidélité de référence.

3.1.3 Échantillonnage subdivisé

Le procédé de l'échantillonnage subdivisé permet de tester la fidélité atteinte par un plan particulier d'échantillonnage.

En particulier, l'application de l'échantillonnage subdivisé permet d'effectuer des ajustements au nombre des prélèvements élémentaires recueillis. Ainsi qu'il est expliqué en 2.6, le nombre recommandé de prélèvements élémentaires est déterminé par la nécessité imposée d'atteindre la norme de fidélité de référence, lorsqu'on échantillonne les charbons les plus variables. Avec d'autres charbons, par conséquent, ce nombre de prélèvements élémentaires devra donner une fidélité meilleure à celle exigée habituellement. Si l'on a affaire à des livraisons répétées du même charbon, l'application de l'échantillonnage subdivisé permet de réduire progressivement le nombre initial de prélèvements élémentaires pour des livraisons successives jusqu'à ce que la fidélité désirée soit atteinte avec le nombre minimum de prélèvements élémentaires.

Si l'on échantillonne seulement une livraison isolée de charbon, il n'est pas possible de réduire le nombre de prélèvements élémentaires de cette manière, mais on peut déterminer la fidélité effectivement obtenue en appliquant l'échantillonnage subdivisé.

3.1.4 Norme de fidélité de référence

La norme de fidélité de référence pour les charbons de toutes les quantités et toutes les formes d'échantillonnage doit être \pm un dixième de la valeur vraie de taux de cendres pour des valeurs inférieures ou égales à 20 %¹⁾ de cendres et \pm 2 points de cendres pour des valeurs plus élevées. La même norme est utilisée pour la teneur en humidité. Cette norme est indiquée dans le tableau 2. Elle indique la

différence, par rapport à la valeur vraie qui est constituée par la somme des erreurs de prélèvement, de préparation et de l'analyse.

TABEAU 2 — Normes de fidélité de référence pour l'échantillonnage

Caractère	Type de charbon	Norme de fidélité
Cendres	Moins de 20 % de cendres	\pm un dixième* de la vraie teneur en cendres
	Plus de 20 % de cendres	\pm 2 points de cendres**
Humidité	Moins de 20 % d'humidité	\pm un dixième* de la vraie teneur en humidité
	Plus de 20 % d'humidité	\pm 2 points de cendres**

* Par exemple, un charbon à 15 % de cendres ou d'humidité devrait donner un résultat compris entre 13,5 et 16,5 %.

** Par exemple un charbon de 25 % de cendres ou d'humidité devrait donner un résultat compris entre 23,0 et 27,0 %.

3.1.5 Autres normes de fidélité

Si l'on exige une norme de fidélité différente de celle prévue en 3.1.4, le procédé d'échantillonnage indiqué dans la présente Norme Internationale doit être suivi, mais le nombre de prélèvements élémentaires doit être ajusté, comme il est décrit en 3.2.4, et la norme de fidélité doit être annoncée. On ne doit ni augmenter ni réduire la masse des prélèvements élémentaires. Une augmentation n'améliorera pratiquement pas la fidélité et une réduction peut provoquer des erreurs systématiques.

3.2 Nombre de prélèvements élémentaires

3.2.1 Principe

Le nombre de prélèvements élémentaires à recueillir sur une livraison provenant d'une origine unique pour atteindre une certaine fidélité est fonction de la variabilité du charbon dans la livraison, indépendamment de sa masse. Cette variabilité dépend du degré de ségrégation existant et de l'étendue granulométrique et du fait que le charbon est épuré ou non épuré. Les nombres de prélèvements élémentaires spécifiés dans les tableaux 3 et 4 tiennent compte de ces différences ainsi que des différences dans la technique d'échantillonnage. De plus, la variabilité du charbon dans de grosses livraisons est habituellement plus grande que dans de petites livraisons. C'est pour cette raison que le nombre recommandé de prélèvements élémentaires pour les normes de fidélité de référence ne s'applique qu'à des livraisons d'au plus 1 000 tonnes.

3.2.2 Pour la norme de fidélité de référence

Le nombre de prélèvements élémentaires à recueillir pour atteindre la norme de fidélité de référence, lorsqu'on échantillonne pour cendres et humidité sur des courants en mouvement, des wagons, des bateaux et des tas de stockage est donné aux chapitres 4 à 7 respectivement. Pour la commodité, ces nombres sont aussi donnés dans les tableaux 3 et 4.

1) Dans la présente Norme Internationale, toute référence aux cendres s'entend «sur sec.»

TABLEAU 3 – Nombre initial de prélèvements élémentaires pour l'échantillonnage pour cendres

Condition du charbon	Nombre de prélèvements élémentaires : Pour échantillonnages effectués sur			
	convoieur et courants en chute libre	wagons et péniches	navires de mer	tas de stockage
Épuré	16	24	32	32
Non épuré	32	48	64	64

TABLEAU 4 – Nombre initial de prélèvements élémentaires pour l'échantillonnage pour humidité

Condition du charbon	Nombre de prélèvements élémentaires pour toutes méthodes d'échantillonnage
Charbon non lavé ou sec et charbon calibré lavé	16
Menus lavés	32

Le nombre de prélèvements élémentaires donné ci-dessus est le nombre initial de prélèvements élémentaires pour la fidélité normalisée, mais il peut être ajusté pour le poids de la livraison ou pour une norme de fidélité différente (voir 3.2.3 et 3.2.4).

3.2.3 Livraisons plus importantes

Pour des livraisons dépassant 1 000 t, il y a deux manières possibles de procéder, à savoir :

- de préférence, la livraison devrait être divisée en un certain nombre de parties, chacune de 1 000 t au plus, sur chacune desquelles sera prélevé un échantillon séparé ayant le nombre de prélèvements élémentaires spécifié;
- en variante, un seul échantillon peut être prélevé mais le nombre initial de prélèvements élémentaires, pour ce cas particulier, devra être multiplié par le coefficient empirique suivant :

$$\sqrt{\frac{\text{masse de la livraison (en tonnes)}}{1\ 000}}$$

3.2.4 Ajustement des prélèvements élémentaires

Si un échantillonnage subdivisé (ou dédoublé) est effectué, le nombre initial des prélèvements élémentaires peut être réduit en accord avec le test, de façon que la norme désirée soit atteinte avec le nombre minimum de prélèvements élémentaires (voir 3.5).

3.2.5 Avertissement

En 3.1.2, il est spécifié que la norme de fidélité est arbitraire et que toute norme, plus basse ou plus élevée que la norme de référence peut être obtenue par un ajustement convenable du nombre des prélèvements élémentaires, comme il est indiqué en 3.2.4. Les ajustements sont cependant basés sur certaines hypothèses relatives au comportement du charbon (voir annexe F). Des écartements du comportement type n'entraîneront pas d'erreurs importantes pourvu que la fidélité recherchée soit du même ordre que la norme de référence, mais il n'est généralement pas recommandé d'essayer d'atteindre une fidélité numériquement inférieure à 0,5 %, en particulier sur du charbon stationnaire. Si une norme plus élevée est nécessaire, il est à conseiller d'y parvenir en prenant la moyenne des résultats de plusieurs échantillons, de sorte que les résultats moyens sur une semaine ou un mois auront la fidélité « élevée » désirée.

De plus, le nombre initial de prélèvements élémentaires ne devrait jamais être réduit au-dessous de 12, quelle que soit la norme de fidélité désirée.

3.3 Masse minimale de prélèvement élémentaire

3.3.1 Principe

La masse minimale de prélèvement élémentaire est définie d'une telle manière qu'il ne doit pas y avoir d'erreur systématique. La masse de prélèvement élémentaire doit être telle qu'elle soit assez grande pour que l'on ait l'assurance que les grosses particules de charbon ne soient pas exclues et que les particules soient présentes dans la même proportion que dans l'unité de charbon soumise à l'échantillonnage.

La masse minimale de prélèvement élémentaire dépend donc surtout de la dimension du charbon soumis à l'échantillonnage. En général, il n'est pas recommandable de recueillir des prélèvements élémentaires plus grands qu'il n'est spécifié, à moins que ce soit inévitable, comme par exemple lorsqu'on prélève des sections de courants en mouvement ou en chute libre; l'augmentation de masse du prélèvement élémentaire rend plus difficile le problème de sa réduction à l'état d'échantillon pour laboratoire. Les nombres de prélèvements élémentaires **ne doivent pas** être réduits pour la seule raison que l'on a recueilli des prélèvements élémentaires plus grands.

3.3.2 Pour les charbons de dimension maximale jusqu'à 150 mm maximum

- La masse minimale de prélèvement, P kg, doit être déterminée d'après la formule empirique : P (kg) = 0,06 D (mm), où D est la dimension supérieure nominale¹⁾, sauf que P ne doit jamais être inférieur à 0,5 kg.

1) La dimension du tamis à mailles carrées doit être telle que pas plus de 5 % du charbon soit du refus.

2) En plus, les conditions suivantes doivent être remplies :

a) Lorsqu'on échantillonne sur une courroie arrêtée : la largeur minimale de la section transversale prélevée doit avoir 2,5 fois la dimension supérieure du charbon.

b) Lorsqu'on échantillonne sur un courant en mouvement : l'ouverture minimale de l'organe d'échantillonnage doit avoir 2,5 fois la dimension supérieure du charbon.

c) Lorsqu'on échantillonne sur un wagon, un bateau ou un tas de stockage : la largeur minimale de la pelle d'échantillonnage, ou le diamètre minimum de la sonde utilisée doivent être égaux à 2,5 fois le diamètre de la dimension supérieure du charbon.

d) La dimension correspondant à a), b) et c) ne doit **jamais** être inférieure à 30 mm.

3) Un échantillonnage à la main d'un charbon de 80 mm au moins n'est recommandé que lorsque le charbon est stationnaire.

3.3.3 Pour les charbons de dimension maximale supérieure à 150 mm

1) Les exigences de 3.3.2 (alinéas 1 à 3) doivent être satisfaites.

2) La masse minimale de prélèvement élémentaire doit être de 10 kg.

3) En plus, on doit adopter la façon de procéder suivante¹⁾ :

La proportion pondérale de matière dépassant 150 mm dans le charbon doit être estimée ou, de préférence, obtenue par une analyse granulométrique.

Une méthode d'analyse granulométrique est décrite en 5.4.7. Si aucun tamis convenable n'est disponible, l'opérateur doit utiliser un gabarit calibre de 150 mm de diamètre (voir A.4.4 de l'annexe A), de façon qu'il puisse diviser à peu près les morceaux de charbon prélevé en «gros» (> 150 mm) et «petit» (< 150 mm); les deux classes seront ensuite pesées séparément.

Le nombre initial de prélèvements élémentaires nécessaires doit être relevé dans le tableau 3.

Le nombre initial de prélèvements élémentaires doit être multiplié par la proportion ci-dessus pour donner le nombre de prélèvements élémentaires pour le «gros» charbon (c'est-à-dire au-dessus de 150 mm).

Le nombre de prélèvements élémentaires pour le «petit» charbon, (c'est-à-dire au-dessous de 150 mm) est obtenu par soustraction.

Les prélèvements élémentaires provenant du «petit» charbon (c'est-à-dire du charbon au-dessous de 150 mm), chacun étant de 10 kg, doivent être recueillis conformément au système d'échantillonnage utilisé.

La contribution provenant du «gros» charbon est obtenue de la façon suivante. Un nombre convenable de morceaux de plus de 150 mm de dimension doit être recueilli pour donner beaucoup plus que le nombre voulu de prélèvements élémentaires de 10 kg. Ces morceaux doivent être concassés à une dimension inférieure à 80 mm et être mélangés, puis divisés par quartage jusqu'à une masse égale au nombre nécessaire de prélèvements élémentaires multiplié par 10 kg.

3.3.4 Exemple

Un charbon non épuré a 21 % de cendres et doit être échantillonné sur un courant en mouvement. Suivant le tableau 3, trente-deux prélèvements élémentaires doivent être recueillis. On estime que 10 % de la masse du charbon consistent en morceaux dépassant 150 mm. C'est pourquoi 3,2 (soit 3) prélèvements élémentaires sont nécessaires sur les morceaux dépassant 150 mm et le reste est recueilli sur le charbon ayant moins de 150 mm; chacun des prélèvements élémentaires doit être de 10 kg en accord avec 3.3.3.

Ainsi 29 prélèvements de 10 kg sont recueillis sur le charbon de moins de 150 mm, en laissant de côté les morceaux de plus de 150 mm.

En même temps environ 30 morceaux au moins de plus de 150 mm sont recueillis. Le poids de 30 morceaux de ce genre sera d'environ 120 kg. Ces morceaux sont concassés par des coups à angle droit des plans de stratification jusqu'à ce que tout le charbon ait moins de 80 mm de dimension. Le charbon est entièrement mélangé puis quarté pour donner une partie d'environ 30 kg (c'est-à-dire 3 prélèvements).

3.3.5 Subdivision de prélèvements élémentaires de trop grande taille

Lorsque des prélèvements élémentaires consistent en une section transversale complète d'un courant de charbon, ils peuvent être plus lourds que la masse minimale requise, en particulier lorsqu'un échantillonneur automatique est employé, et il est alors admissible d'ajouter seulement une proportion donnée de chaque prélèvement élémentaire à l'échantillon global. La subdivision doit être exécutée par un diviseur d'échantillon convenable et le prélèvement élémentaire doit, de préférence être concassé avant que la division soit effectuée. Il est essentiel que la **même proportion** de chaque prélèvement élémentaire soit prise et la division doit être telle que la quantité ajoutée à l'échantillon ne soit pas, en moyenne, inférieure à la masse minimale de prélèvement élémentaire appropriée à la dimension initiale du charbon.

1) Cette méthode ne convient pas à l'échantillonnage mécanique.

L'appareil pour la division peut être couplé automatiquement à l'équipement d'échantillonnage mécanique, mais l'ensemble des traitements après le prélèvement, y compris le magasinage, doit être effectué dans un endroit clos et à l'abri des courants d'air, pour éviter une perte d'humidité.

3.4 Organisation des plans d'échantillonnage

Lorsque la fidélité demandée pour une quantité donnée de charbon a fait l'objet d'une décision, le nombre de prélèvements élémentaires à recueillir doit être déterminé comme il est décrit en 3.2. Le poids de chaque prélèvement élémentaire doit être déterminé comme il est décrit en 3.3.

3.4.1 Livraison isolée

Si le charbon est à échantillonner sur une livraison isolée, le nombre nécessaire de prélèvements élémentaires, chacun étant de masse appropriée doit être recueilli sur la livraison comme il est décrit aux chapitres 4, 5, 6 ou 7, suivant celui qui convient. Le résultat doit être de la fidélité désirée, mais si l'on en désire la confirmation, le procédé de l'échantillonnage subdivisé décrit en 3.5 doit être appliqué.

3.4.2 Livraisons régulières

Si le charbon à échantillonner fait partie d'une série régulière de livraisons provenant de la même origine, la fidélité demandée sera habituellement relative à une certaine période, par exemple la moyenne hebdomadaire peut être demandée à une fidélité de ± 1 sous forme de pourcentage en cendres. Le charbon manipulé pendant cette période est considéré comme étant constitué d'un certain nombre d'unités de charbon, par exemple une production de poste, une production de journée, une charge de wagon. Ces «unités» peuvent être fixées à volonté. Lorsqu'on échantillonne des livraisons régulières sur un courant, il existe deux méthodes possibles pour organiser le recueil des prélèvements élémentaires durant la période; ils peuvent être recueillis continuellement ou d'une façon intermittente. Toutefois, lorsqu'on échantillonne, sur des wagons, des bateaux ou des tas de stockage, c'est-à-dire un charbon reçu régulièrement, on devrait normalement utiliser un échantillonnage continu.

3.4.3 Échantillonnage continu

Dans l'échantillonnage «continu», chaque unité est échantillonnée et le même nombre de prélèvements élémentaires doit être recueilli sur chaque unité. Ainsi le nombre total de prélèvements élémentaires nécessaire pour obtenir la fidélité désirée doit être divisé par le nombre total d'unités pendant la période pour avoir le nombre de prélèvements élémentaires à effectuer sur chaque unité. Ce nombre de prélèvements élémentaires, dont chacun a la masse appropriée, doit être recueilli sur chaque unité comme il est décrit aux chapitres 4, 5, 6 ou 7, suivant celui de ces chapitres qui est applicable. Les prélèvements élémentaires recueillis sur chaque unité doivent être réunis ensemble et un échantillon pour laboratoire est préparé sur eux, de sorte qu'un seul résultat est obtenu pour chaque unité. Il y a autant de résultats d'échantillon pour chaque période qu'il

y a d'unités. Leur moyenne doit avoir la fidélité désirée, mais si l'on désire vérifier que la fidélité désirée a bien été atteinte avec le nombre minimum de prélèvements élémentaires, il est possible de le faire en employant le procédé de l'échantillonnage dédoublé décrit en 3.5.3.

3.4.4 Échantillonnage intermittent

Il convient souvent de recueillir des prélèvements élémentaires sur certaines des unités de charbon, mais non sur d'autres. Il peut ainsi être désiré de recueillir des échantillons pendant par exemple 2 jours, mais non pendant les autres jours d'une semaine. C'est ce qu'on appelle un échantillonnage «intermittent». Le même nombre de prélèvements élémentaires est recueilli sur chaque unité soumise à l'échantillonnage. Le nombre d'unités à échantillonner doit faire l'objet d'une décision et le nombre total des prélèvements élémentaires nécessaire doit être divisé par ce nombre d'unités pour avoir le nombre de prélèvements élémentaires à recueillir sur chaque unité échantillonnée. Les unités à échantillonner peuvent être choisies au hasard; par exemple, si l'échantillon doit être prélevé seulement 2 jours par semaine, les jours d'échantillonnage devront être différents d'une semaine à l'autre.

Le nombre nécessaire de prélèvements élémentaires, dont chacun a la masse spécifiée, doit être recueilli sur chaque unité choisie, ainsi qu'il est décrit aux chapitres 4 à 7. Les prélèvements élémentaires relatifs à chaque unité sont réunis ensemble et un échantillon pour laboratoire est préparé en partant d'eux, de sorte qu'il n'y ait qu'une seule analyse pour chaque unité échantillonnée. Il y a donc autant de résultats d'échantillons par période qu'il y a d'unités échantillonnées, mais le nombre d'unités dont on dispose est plus grand, parce qu'il y en a un certain nombre qui n'ont pas été échantillonnées. Dans ce cas, il n'est pas possible de dire que la moyenne de ces résultats aura la fidélité demandée, avant le moment où on disposera d'informations au sujet de la variation entre unités. Ceci peut être obtenu en suivant le procédé décrit en C.3.4 de l'annexe C, de préférence en conjonction avec un échantillonnage dédoublé. Si la variation entre unités est trop grande, il peut être nécessaire d'appliquer un échantillonnage «continu» pour obtenir la fidélité désirée.

Un échantillonnage «intermittent» ne peut pas être effectué lorsque l'échantillonnage est fait sur des bateaux ou des tas de stockage et, dans de tels cas, il est improbable qu'un échantillonnage régulier puisse être effectué sous quelque forme car il est habituellement nécessaire de considérer le charbon dans un bateau ou dans un tas de stockage comme constituant une livraison isolée. Néanmoins, les conditions d'un échantillonnage continu peuvent s'appliquer dans certains cas, si du charbon provenant d'une origine unique était régulièrement reçu par navire ou péniche.

3.5 Échantillonnage subdivisé

3.5.1 Généralités

Ainsi qu'il est expliqué en 3.4, une vérification de la fidélité qui a été obtenue peut être effectuée en adoptant le procédé de l'échantillonnage subdivisé. Avec ce procédé, on

recueille le même nombre de prélèvements élémentaires que d'habitude, mais les prélèvements élémentaires successifs sont placés dans un certain nombre de récipients à échantillons différents, afin de pouvoir disposer d'un certain nombre de sous-échantillons. Sur chacun de ces sous-échantillons, un échantillon pour laboratoire séparé est préparé et on exécute un essai sur chacun d'eux, de sorte que, finalement, il y a un certain nombre de différentes valeurs de sous-échantillons pour cendres ou tout autre caractère ayant fait l'objet de l'essai. On remarquera que chaque sous-échantillon se composera d'un nombre plus faible de prélèvements élémentaires que la normale.

Un échantillonnage subdivisé ne peut pas être employé pour tester si une erreur systématique est absente, car si elle existait, tous les chiffres seraient également affectés par elle. La fidélité de l'échantillonnage, telle qu'elle est évaluée d'après un échantillonnage subdivisé, s'applique donc seulement s'il a été établi qu'il n'existe pas d'erreur systématique. Un procédé pour tester un procédé d'échantillonnage pour erreur systématique est donné dans l'annexe E.

À moins qu'on ne considère un grand nombre de sous-échantillons, il y a une grande marge d'erreurs dans le calcul d'une fidélité. Aussi est-il généralement préférable d'appliquer un test pour voir si la fidélité désirée a été atteinte, plutôt que de calculer la fidélité.

Lorsqu'un charbon est régulièrement échantillonné au même point, il est possible de tester si la fidélité désirée a été atteinte et, si elle ne l'a pas été, d'ajuster progressivement le procédé d'échantillonnage, de façon à atteindre le niveau désiré.

Lorsqu'on échantillonne sur un courant de matière, il est nécessaire de faire une distinction entre échantillonnages «continu» et «intermittent» (voir 3.4.3 et 3.4.4). Dans l'échantillonnage continu, un échantillon est prélevé sur chaque livraison ou «unité» de charbon reçue. La qualité moyenne du charbon pendant une certaine période est alors connue, avec une fidélité qui est en relation directe avec la fidélité de chaque échantillon et le nombre des échantillons recueillis. Avec l'échantillonnage intermittent, certaines unités ne sont pas échantillonnées et la fidélité de la moyenne de période dépend alors de la variation de qualité d'une unité à une autre, ainsi que de la fidélité de chaque résultat d'échantillon.

Il est recommandé d'utiliser l'échantillonnage subdivisé :

a) **LORSQU'ON ÉCHANTILLONNE DES LIVRAISONS ISOLÉES :**

afin de fournir une vérification *a posteriori*, du fait que la fidélité désirée a été atteinte et, si elle ne l'a pas été, de calculer la fidélité effective.

b) **LORSQU'ON ÉCHANTILLONNE DES LIVRAISONS RÉGULIÈRES :**

afin de déterminer si la fidélité désirée a été atteinte et, si elle ne l'a pas été, d'ajuster la façon de procéder afin que la fidélité nécessaire soit atteinte dans l'avenir avec

le nombre minimum possible de prélèvements élémentaires.

La façon d'effectuer le test diffère pour les livraisons isolées et pour les livraisons régulières.

3.5.2 Livraisons isolées

1) **PRINCIPE**

Pour une livraison isolée, l'échantillon est recueilli sous la forme de six sous-échantillons provenant d'un échantillonnage et chacun est analysé séparément. Un test de statistique est exécuté sur les six résultats afin de déterminer si la fidélité désirée a été atteinte. Le procédé est décrit dans l'annexe C.

2) **PROCÉDÉ**

Déterminer le nombre initial de prélèvements élémentaires à recueillir en se reportant au tableau 3. Si ce nombre n'est pas divisible par six, augmenter ce nombre jusqu'à ce que le multiple de six le plus proche soit atteint. Vérifier s'il y aura suffisamment de charbon dans chacun des échantillons pour fournir des échantillons pour laboratoire pour cendres (et, si c'est nécessaire, pour humidité); dans le cas contraire, accroître le nombre de prélèvements élémentaires jusqu'à un multiple plus élevé de six, jusqu'à ce qu'il y ait suffisamment de charbon.

Se procurer six récipients à sous-échantillons étiquetés de A à F, puis recueillir les prélèvements élémentaires de la façon ordinaire; placer le premier prélèvement élémentaire dans le récipient étiqueté A, le second prélèvement élémentaire dans le récipient étiqueté B et ainsi de suite. Continuer de cette façon, afin que chacun contienne le même nombre de prélèvements élémentaires.

Lorsque les six sous-échantillons provenant de l'échantillonnage ont été recueillis, préparer les échantillons pour laboratoire sur chacun des récipients, comme indiqué aux chapitres 8 et 9. Déterminer l'humidité, la teneur en cendres et toute autre caractéristique demandée sur chaque sous-échantillon. On obtient ainsi six résultats pour chaque caractéristique.

Dresser un tableau de ces résultats et procéder à l'analyse statistique décrite dans l'annexe C.

3.5.3 Livraisons régulières

1) **PRINCIPE**

Pour des livraisons régulières, chaque échantillon est recueilli sous la forme dédoublée; toutefois, comme le charbon est régulièrement reçu, il y aura un certain nombre d'échantillons dédoublés de ce genre. Sur la série des résultats dédoublés, des tests de statistique sont exécutés pour déterminer si la fidélité désirée a été atteinte. Le procédé est décrit dans l'annexe C.

Bien que les procédés d'échantillonnage pour l'échantillonnage continu et intermittent soient les mêmes, les façons de tester les résultats diffèrent — voir annexe C.

2) PROCÉDÉ

Déterminer le nombre initial de prélèvements élémentaires à recueillir, en se reportant au tableau 3. Se procurer deux récipients à sous-échantillons étiquetés A et B, puis recueillir les prélèvements élémentaires de la façon ordinaire, placer le premier prélèvement élémentaire dans le récipient A, le second dans le récipient B, le troisième dans A, le quatrième dans B et ainsi de suite.

Procéder de cette façon, afin que les prélèvements élémentaires alternatifs soient placés successivement dans les deux récipients. Les prélèvements élémentaires pour B doivent être effectués à peu près à mi-chemin entre deux prélèvements élémentaires destinés à A. Lorsque la totalité de l'échantillon a été recueillie, préparer un échantillon pour laboratoire sur chacun des sous-échantillons comme indiqué aux chapitres 8 et 9. Déterminer l'humidité, la teneur en cendres ou toute autre caractéristique demandée sur chaque sous-échantillon.

Répéter ce procédé d'échantillonnage et d'analyse dédoublé pour 10 livraisons. Dresser un tableau des résultats et effectuer les tests de statistique comme il est indiqué dans l'annexe C.

Une fois qu'un niveau satisfaisant d'échantillonnage a été réalisé, il est nécessaire seulement de recueillir à l'occasion des échantillons dédoublés, comme il est décrit dans l'annexe C.

3.5.4 Détermination d'autres caractéristiques que l'humidité ou les cendres

Pendant l'échantillonnage subdivisé, un certain nombre de sous-échantillons différents sera obtenu. Ces sous-échantillons sont comminés, mélangés et divisés à l'état d'échantillons pour laboratoire qui sont alors essayés séparément pour les cendres et peut-être pour l'humidité, suivant celle des caractéristiques qui est vérifiée.

Habituellement, il ne sera pas nécessaire d'effectuer une vérification statistique sur les autres caractéristiques et, par conséquent, tous les échantillons pour laboratoire peuvent être réunis ensemble et complètement mélangés afin d'obtenir un seul échantillon pour la détermination des autres caractéristiques.

4 ÉCHANTILLONNAGE SUR UN COURANT DE CHARBON

4.1 Objet

Le présent chapitre décrit la méthode d'échantillonnage sur un courant de matières, qu'il soit en mouvement ou arrêté. Elle comprend la méthode de référence qui consiste à enlever une section sur une courroie arrêtée, pouvant servir de méthode de vérification pour toute autre méthode qu'il y a lieu de vérifier.

4.2 Nombre de prélèvements élémentaires

4.2.1 Livraisons isolées

Le nombre initial de prélèvements élémentaires destinés à un échantillon pour cendres ou humidité, relatifs à des livraisons allant jusqu'à 1 000 t provenant d'une origine unique (par exemple une certaine veine d'une houillère) est indiqué dans le tableau 5. Pour des livraisons plus grandes, voir 3.2.3. S'il existe quelque doute en ce qui concerne la condition du charbon, il faut admettre qu'il appartient à la classe qui exige le nombre maximum de prélèvements élémentaires.

TABLEAU 5 – Nombre initial de prélèvements élémentaires pour l'échantillonnage sur un courant de matière

Condition du charbon	Nombre de prélèvements élémentaires pour l'échantillonnage pour cendres	Condition du charbon	Nombre de prélèvements élémentaires pour l'échantillonnage pour humidité
Épuré	16	Charbons non lavés ou secs et charbons calibrés lavés	16
Non épuré	32	Fines lavées	32

ISO 1988:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ab7e019-0acb-451b-a000-27afb4411e42/iso-1988-1975>

4.2.2 Livraisons régulières

Pour l'échantillonnage, tant continu qu'intermittent (voir 3.4.2), il faut recueillir un nombre suffisant de prélèvements élémentaires sur chaque unité, pour l'échantillonnage intermittent, sur les unités choisies, pour que le nombre total de prélèvements élémentaires qui a été recueilli pendant la période que l'échantillon doit représenter soit celui donné par le tableau 5.

Pour un échantillonnage continu, la fidélité spécifiée au chapitre 3 s'appliquera alors à la période choisie. Il est fortement recommandé que la méthode de l'échantillonnage subdivisé, décrite en 3.5 soit appliquée et que le nombre de prélèvements élémentaires de la livraison suivante soit ajusté si c'est nécessaire.

Pour l'échantillonnage intermittent, il est essentiel d'employer les méthodes décrites en 3.5. À moins que ces méthodes soient employées, on n'aura pas d'information sur la variation d'une unité à l'autre, les résultats obtenus auront toujours une fidélité moindre que celle spécifiée au chapitre 3 et la fidélité atteinte ne sera pas connue.

4.2.3 Échantillon commun

Lorsqu'un échantillon pour humidité doit être extrait d'un échantillon commun, le nombre initial de prélèvements élémentaires recueillis doit être celui requis pour les cendres ou l'humidité, en adoptant le plus élevé des deux. S'il n'y a pas suffisamment de charbon restant pour l'échantillon pour cendres, après l'enlèvement de l'échantillon pour