
NORME INTERNATIONALE 3085

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

Minerais de fer — Méthodes expérimentales de contrôle de la fidélité de l'échantillonnage

Iron ores — Experimental methods for checking the precision of sampling

Première édition — 1975-11-01

CDU 553.31.001.4

Réf. n° : ISO 3085-1975 (F)

Descripteurs : minerai de fer, échantillonnage, essai, analyse chimique.

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 3085 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, et soumise aux Comités Membres en mai 1974.

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

| | | |
|-------------------------|------------------|------------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Iran | Royaume-Uni |
| Australie | Italie | Suède |
| Autriche | Japon | Tchécoslovaquie |
| Belgique | Mexique | Thaïlande |
| Bulgarie | Nouvelle-Zélande | Turquie |
| Canada | Pays-Bas | U.R.S.S. |
| Égypte, Rép. arabe d' | Pologne | U.S.A. |
| France | Portugal | Yougoslavie |
| Inde | Roumanie | |

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Minerais de fer — Méthodes expérimentales de contrôle de la fidélité de l'échantillonnage

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie les méthodes expérimentales à appliquer pour contrôler la fidélité de l'échantillonnage des minerais de fer effectué suivant les méthodes prescrites dans l'ISO 3081 ou l'ISO 3082.

NOTE — Ces méthodes peuvent aussi être appliquées partiellement dans le but de contrôler la fidélité de la préparation des échantillons effectuée suivant les méthodes prescrites dans l'ISO 3083.

2 RÉFÉRENCES

Ce document doit être lu en relation avec les Normes Internationales suivantes :

ISO 3081, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements — Méthode manuelle.*

ISO 3082, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements — Méthode mécanique.*¹⁾

ISO 3083, *Minerais de fer — Préparation des échantillons.*

ISO 3084, *Minerais de fer — Méthodes expérimentales d'évaluation de la variation de qualité.*

ISO 3086, *Minerais de fer — Méthodes expérimentales de contrôle de l'erreur systématique de l'échantillonnage.*

ISO 3087, *Minerais de fer — Détermination de l'humidité.*

3 GÉNÉRALITÉS

3.1 Nombre de livraisons pour l'expérimentation

Il est recommandé d'effectuer cette étude sur plus de 20 livraisons du même type de minerai de fer, de manière à obtenir une conclusion satisfaisante; cependant, lorsque cela est irréalisable, cette étude devra couvrir au moins 10 livraisons. Si le nombre de livraisons pour l'expérimentation est insuffisant, chaque livraison peut être divisée en plusieurs parties pour former plus de 20 parties sur les livraisons entières à étudier, et l'étude devrait être effectuée sur chaque partie, en la considérant comme une livraison séparée, conformément à l'ISO 3081 ou à l'ISO 3082.

3.2 Nombre de prélèvements et nombre d'échantillons globaux

Le nombre minimal de prélèvements nécessaires à cette étude doit être égal à deux fois le nombre spécifié dans l'ISO 3081 ou l'ISO 3082. C'est-à-dire que dans le cas où le nombre de prélèvements à effectuer pour l'échantillonnage courant est n et où l'on constitue un échantillon global, le nombre minimal de prélèvements à effectuer pour cette étude doit être égal à $2n$ et il faut constituer deux échantillons globaux.

NOTE — Si cela est irréalisable, le nombre n de prélèvements peut être pris puis divisé en 2 parties, chacune de $n/2$.

3.3 Préparation de l'échantillon et essais

La préparation et les essais de l'échantillon doivent être effectués conformément aux méthodes prescrites dans les Normes Internationales appropriées.

NOTE — Dans le cas de l'analyse chimique, tel que le dosage du fer, il est préférable d'effectuer une série de déterminations sur les échantillons définitifs d'une livraison au cours de différents jours.

3.4 Répétition de l'étude

Il est recommandé, même après qu'une série d'études aura été effectuée, d'exécuter des études de temps en temps, de manière à contrôler une variation de qualité possible dans les livraisons et, de la même façon, contrôler les méthodes d'échantillonnage, de division de l'échantillon et d'essai.

Étant donné l'importance du travail nécessaire à cette méthode, il est recommandé d'effectuer cette étude en même temps que les travaux courants de l'échantillonnage et des essais.

4 MÉTHODE D'ÉTUDE

4.1 Modalités d'échantillonnage

Les modalités d'échantillonnage à suivre doivent être choisies parmi les trois catégories suivantes, selon la méthode de prise des prélèvements dans la livraison

1) En préparation.

conformément au paragraphe correspondant de l'ISO 3081 ou de l'ISO 3082.

a) *Échantillonnage systématique périodique :*

ISO 3081

- Paragraphe 6.2 Échantillonnage sur convoyeurs
- Paragraphe 6.4 Échantillonnage aux accumulateurs de chargement
- Annexe, B.1 Échantillonnage sur bateaux
- Annexe, B.2 Échantillonnage sur tas de stockage

ISO 3082

- Paragraphe 6.8 Méthode de prise de prélèvements

b) *Échantillonnage stratifié :*

ISO 3081

- Paragraphe 6.2 Échantillonnage sur convoyeurs
- Paragraphe 6.3.3(1) Échantillonnage sur wagons
- Paragraphe 6.4 Échantillonnage aux accumulateurs de chargement
- Annexe, B.1 Échantillonnage sur bateaux
- Annexe, B.2 Échantillonnage sur tas de stockage

c) *Échantillonnage en deux temps :*

ISO 3081

- Paragraphe 6.3.3(2) Échantillonnage sur wagons.

4.1.1 *Échantillonnage systématique périodique*

1) Le nombre de prélèvements (n) doit être tiré du tableau 4 de l'ISO 3081 ou de l'ISO 3082, en fonction de la masse de la livraison (tonnes) et de la catégorie de classification du minerai de fer, c'est-à-dire, variation de qualité «grande», «moyenne» ou «petite».

2) L'intervalle d'échantillonnage doit être calculé en divisant le tonnage de la livraison par $2n$, c'est-à-dire, avec des intervalles égaux à la moitié de l'intervalle

de l'échantillonnage de routine. L'intervalle d'échantillonnage en tonnes ainsi calculé doit être arrondi au multiple de 10 tonnes le plus proche.

3) Les prélèvements doivent être effectués à un intervalle d'échantillonnage régulier, calculé en 2), le point de départ étant pris au hasard sur la livraison.

4) Les prélèvements doivent être placés alternativement dans 2 récipients A et B. De ce fait, 2 échantillons globaux A et B sont constitués, chacun étant formé de n prélèvements.

EXEMPLE 1

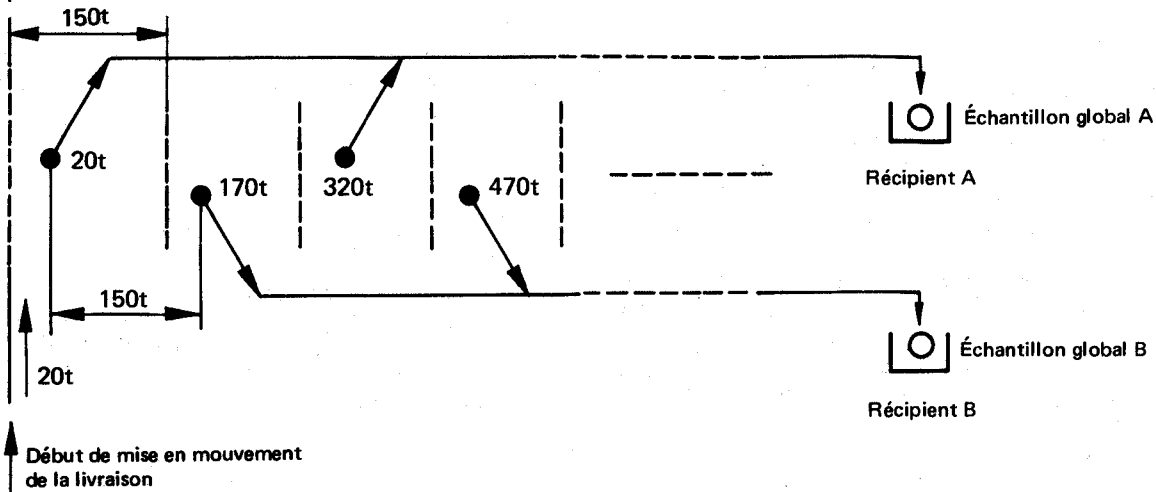
1) Étant donné une livraison de 19 000 tonnes de minerai de fer déchargée sur bandes transporteuses et dont la catégorie de classification est la variation de qualité «moyenne», le nombre minimal (n) de prélèvements à effectuer est 60, ainsi qu'il est indiqué dans le tableau 4 de l'ISO 3081 ou de l'ISO 3082.

2) L'intervalle d'échantillonnage pour la prise des prélèvements est déterminé de la façon suivante :

$$\frac{19\ 000}{60 \times 2} \approx 158 \rightarrow 150 \text{ (tonnes)}$$

3) Ainsi, les prélèvements sont effectués à des intervalles de 150 tonnes. Le point de prise du premier prélèvement dans le premier intervalle d'échantillonnage de 150 tonnes doit être déterminé par une méthode de sélection au hasard. Si le point de prise du premier prélèvement est à 20 tonnes, à partir de la mise en mouvement de la livraison, les prélèvements suivants devront être effectués aux points 170 tonnes (= 20 + 150), 320 tonnes (= 20 + 150 x 2), ... Dans ce cas, la livraison totale étant de 19 000 tonnes, 126 prélèvements seront effectués.

4) Les prélèvements sont placés alternativement dans les récipients A et B, et l'on obtient 2 échantillons globaux A et B, chacun étant composé de 63 prélèvements (voir figure 1).



LÉGENDE : Un point représente un prélèvement et un cercle représente un échantillon global

FIGURE 1 — Schéma relatif à l'exemple 1

4.1.2 Échantillonnage stratifié

- 1) Dans le cas où le nombre de wagons, c'est-à-dire le nombre de strates (k) formant une livraison est inférieur au nombre de prélèvements (n) donné par le tableau 4 de l'ISO 3081, le nombre de prélèvements (\bar{n}) à effectuer sur chaque wagon (strate) doit être obtenu par la formule indiquée en 6.3.3(1) de l'ISO 3081.
- 2) Il faut effectuer sur chaque wagon deux fois \bar{n} prélèvements, c'est-à-dire $2\bar{n}$ prélèvements.
- 3) Les $2\bar{n}$ prélèvements effectués sur chaque wagon doivent être séparés au hasard en deux sous-échantillons a et b de \bar{n} prélèvements chacun.
- 4) Les sous-échantillons a de tous les wagons sont regroupés pour constituer l'échantillon global A, et les sous-échantillons b sont rassemblés pour former l'échantillon global B, chaque échantillon global étant constitué de $n (= k\bar{n})$ prélèvements.

NOTE – Si le tonnage varie d'un wagon à l'autre, le nombre de prélèvements (n_j) à effectuer sur chaque wagon doit être déterminé proportionnellement au tonnage. Cette méthode est appelée «échantillonnage stratifié proportionnel». Le mode opératoire de cette méthode est illustré par l'exemple 3.

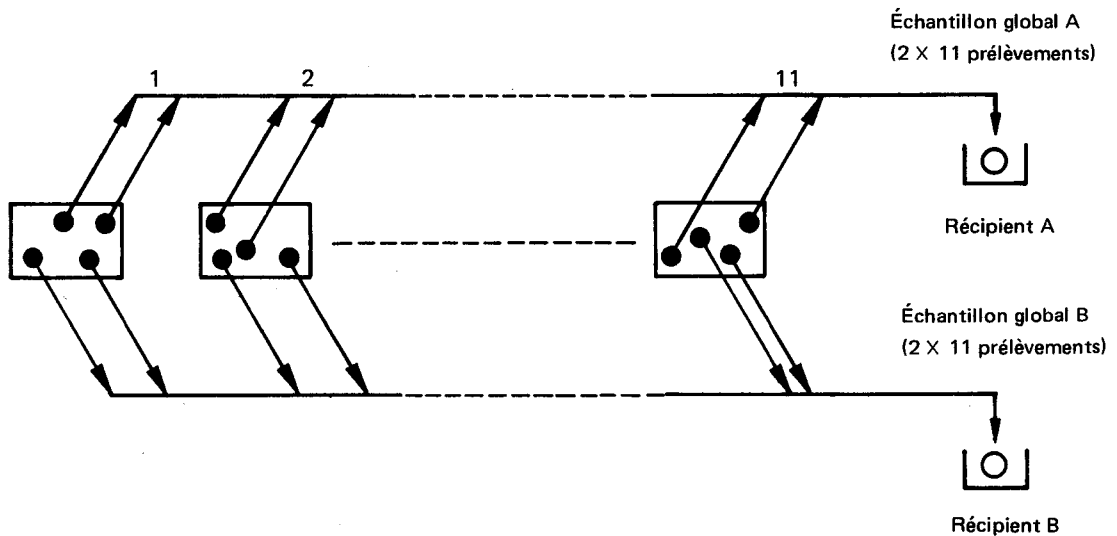
EXEMPLE 2

1) Étant donné une livraison de minerai de fer acheminée par 11 wagons de 60 tonnes, la variation de qualité intra-wagons (σ_w) du minerai étant «moyenne», le nombre minimal de prélèvements à effectuer pour la livraison de 660 tonnes est 20, ainsi qu'il est indiqué au tableau 4 de l'ISO 3081.

En conséquence, le nombre de prélèvements à effectuer sur chaque wagon est égal à

$$\frac{20}{11} \approx 2$$

- 2) Quatre (= 2×2) prélèvements sont effectués sur chaque wagon.
- 3) Les 4 prélèvements sont séparés au hasard en 2 sous-échantillons a et b comprenant chacun 2 prélèvements.
- 4) Les sous-échantillons a des 11 wagons, d'une part, et les sous-échantillons b, d'autre part, sont rassemblés pour constituer 2 échantillons globaux A et B, formés chacun de 22 (= 2×11) prélèvements (voir figure 2).



LÉGENDE : Un rectangle représente un wagon, des points représentent des prélèvements sur un wagon, un cercle représente un échantillon global

FIGURE 2 – Schéma relatif à l'exemple 2.

EXEMPLE 3

1) Étant donné une livraison par wagons, constituée de six wagons de 60 tonnes et de huit wagons de 30 tonnes, c'est-à-dire $(6 \times 60) + (8 \times 30) = 600$ tonnes de minerai de fer dont la catégorie de classification est la variation de qualité «grande», celle-ci correspondant à l'écart-type intra wagons (σ_w), dans ce cas le nombre minimal (n) de prélèvements à effectuer est 40 ainsi qu'il est indiqué au tableau 4 de l'ISO 3081.

Le nombre de prélèvements à effectuer respectivement sur les six wagons de 60 tonnes et sur les huit wagons de 30 tonnes est donc de

$$\frac{40 \times 360}{600} = 24$$

$$\text{et } \frac{40 \times 240}{600} = 16$$

Le nombre de prélèvements à effectuer respectivement sur chaque wagon de 60 tonnes et chaque wagon de 30 tonnes est de

$$\frac{24}{6} = 4$$

$$\text{et } \frac{16}{8} = 2$$

2) Pour cette étude, 8 ($= 2 \times 4$) prélèvements sont pris sur chaque wagon de 60 tonnes et 4 ($= 2 \times 2$) prélèvements sur chaque wagon de 30 tonnes.

3) Les prélèvements effectués selon 2) sont séparés au hasard en deux sous-échantillons a et b.

4) Les sous-échantillons a de tous les wagons sont rassemblés d'une part et les sous-échantillons b de l'autre, pour constituer 2 échantillons globaux A et B, formés chacun de 40 prélèvements.

4.1.3 Échantillonnage en deux temps

1) Si le nombre de wagons (k) constituant une livraison est supérieur au nombre de prélèvements (n) indiqué au tableau 4 de l'ISO 3081, ou s'il est irréalisable d'effectuer des prélèvements sur tous les wagons, m wagons doivent être choisis au hasard dans la livraison conformément au tableau 6 de l'ISO 3081.

2) m wagons supplémentaires doivent être choisis au hasard dans la même livraison, indépendamment du premier choix.

NOTE — Par cette méthode de choix au hasard, il est possible que les mêmes wagons soient compris dans les deux sélections indépendantes.

3) Le nombre de prélèvements nécessaire doit être effectué sur chacun des wagons sélectionnés suivant 6.3.3(2) (b) de l'ISO 3081.

4) Tous les prélèvements effectués sur les wagons sélectionnés selon 1) ci-dessus doivent être rassemblés pour constituer l'échantillon global A.

Tous les prélèvements effectués sur les wagons sélectionnés selon 2) ci-dessus doivent être rassemblés pour constituer l'échantillon global B.

EXEMPLE 4

1) Étant donné une livraison constituée de 80 wagons de 60 tonnes, c'est-à-dire de $80 \times 60 = 4\,800$ tonnes de minerai de fer, la catégorie de classification du minerai étant la variation de qualité «moyenne» correspondant à l'écart-type intra-wagons (σ_w) et la variation de qualité «petite» correspondant à l'écart-type inter-wagons (σ_b), dans ce cas, le nombre de wagons à sélectionner est 15, ainsi qu'il est indiqué au tableau 6 de l'ISO 3081.

2) De la même livraison, 15 wagons supplémentaires sont sélectionnés indépendamment de ceux sélectionnés en 1) ci-dessus.

3) Les 4 prélèvements sont effectués au hasard sur chacun des 15 wagons sélectionnés en 1) ci-dessus et ces 60 prélèvements ($= 4 \times 15$) sont rassemblés pour constituer l'échantillon global A.

Quatre autres prélèvements sont effectués au hasard sur chacun des 15 wagons sélectionnés en 2) ci-dessus et ces 60 autres prélèvements ($= 4 \times 15$) sont rassemblés pour constituer l'échantillon global B.

4.2 Division de l'échantillon et essai

Les 2 échantillons globaux, A et B, composés conformément à 4.1, doivent être divisés séparément et soumis aux essais suivant l'un des types 1, 2 ou 3 tels que décrits en 4.2.1, 4.2.2 ou 4.2.3.

4.2.1 Division-essai, type 1 (voir figure 3)

1) Les deux échantillons globaux A et B doivent être divisés séparément en vue de préparer 2 échantillons définitifs.

2) Les 4 échantillons définitifs, A_1 , A_2 , et B_1 , B_2 , doivent être respectivement soumis aux essais en double. Au total, 8 essais doivent être effectués dans un ordre indifférent.

NOTE — Le type 1 permet d'obtenir séparément chacune des fidélités d'échantillonnage, de division et de mesurage.

4.2.2 Division-essai, type 2 (voir figure 4)

1) L'échantillon global A doit être divisé en vue de préparer 2 échantillons définitifs, A_1 et A_2 , et, à partir de l'échantillon global B, un échantillon définitif doit être préparé.

2) L'échantillon définitif A_1 doit être soumis aux essais en double et les autres échantillons définitifs A_2 et B doivent être soumis individuellement aux essais.

NOTE — Le type 2 permet également d'obtenir séparément chacune des fidélités d'échantillonnage, de division et de mesurage. Cependant les fidélités respectives pour l'estimation des fidélités d'échantillonnage, de division et de mesurage seront plus faibles que celles obtenues suivant le type 1 ci-dessus.

4.2.3 *Division-essai, Type 3* (voir figure 5)

1) À partir de chacun des deux échantillons globaux A et B, un échantillon définitif doit être préparé.

2) Les 2 échantillons définitifs A et B doivent être soumis individuellement aux essais.

NOTE — Le type 3 ne permet d'obtenir que la fidélité globale de l'échantillonnage, de la division et du mesurage.

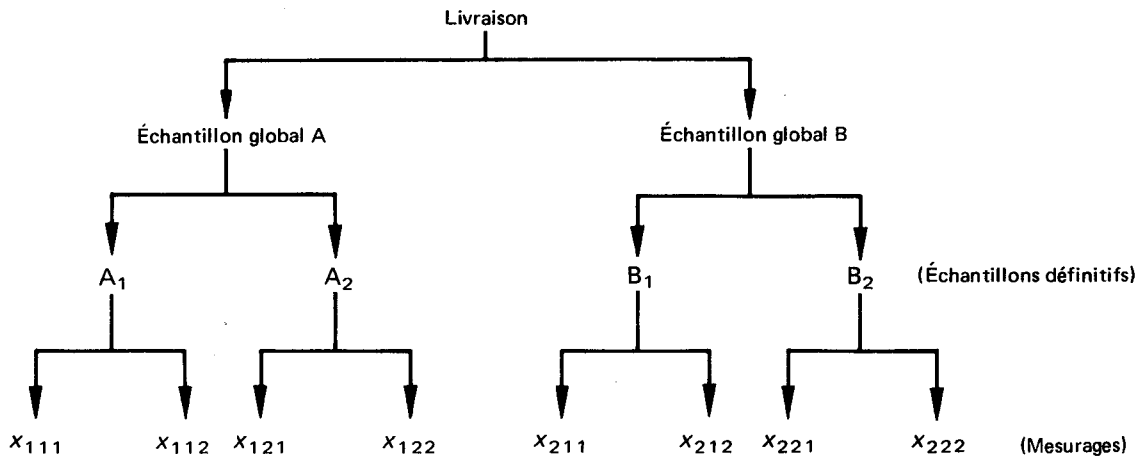


FIGURE 3 — Schéma de division-essai, type 1

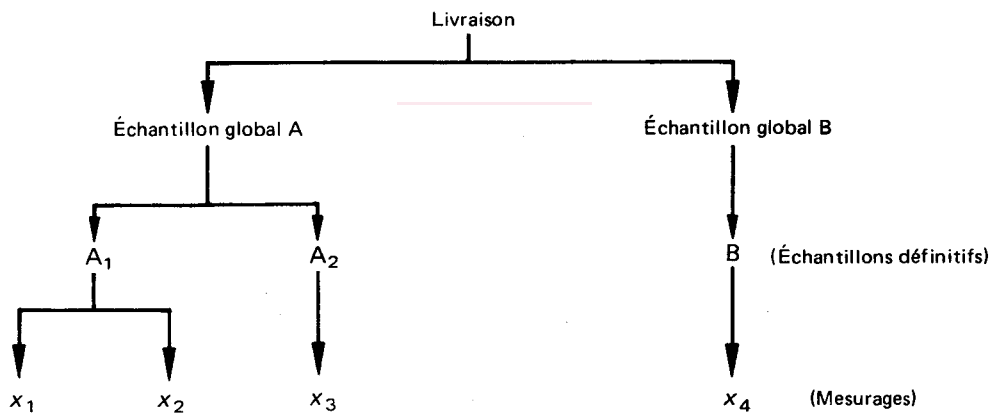


FIGURE 4 — Schéma de division-essai, type 2

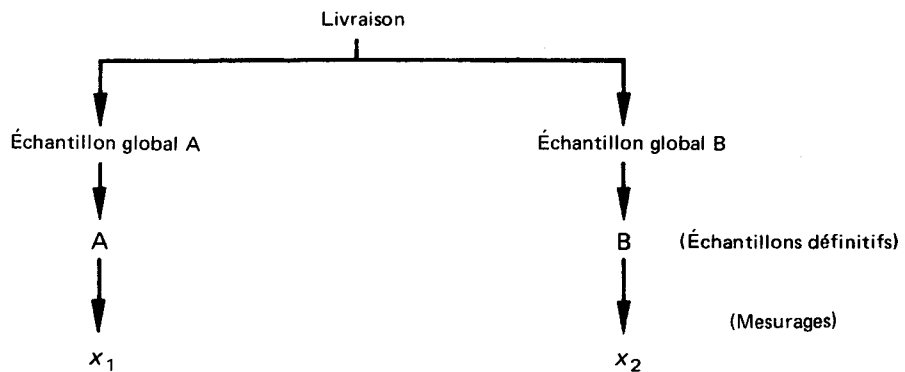


FIGURE 5 — Schéma de division-essai, type 3

5 ANALYSE DES DONNÉES EXPÉRIMENTALES

La méthode d'analyse des données expérimentales doit être celle qui est spécifiée ci-dessous et qui dépend du type de division-essai choisi, mais ne tient pas compte de la méthode d'échantillonnage, que celui-ci soit périodique systématique, stratifié ou en deux temps.

5.1 Division-essai, type 1 (voir figure 3 et tableau 2)

Les estimations, avec une probabilité de 95 %, de la fidélité de l'échantillonnage, de la division et du mesurage doivent être calculées selon les modalités décrites ci-dessous. (Les estimations de la fidélité sont appelées simplement fidélité dans la suite du texte).

1) Repérer par $x_{111}, x_{112}, x_{121}, x_{122}, x_{211}, x_{212}, x_{221}, x_{222}$, la paire des 4 mesures (teneur en fer par exemple) d'une paire de deux échantillons en double, obtenus à partir des 2 échantillons globaux A et B.

2) Calculer la moyenne et l'étendue de chaque paire de mesures faites en double :

$$\bar{x}_{ij.} = \frac{1}{2}(x_{ij1} + x_{ij2}) \quad \dots (1)$$

$$R_1 = |x_{ij1} - x_{ij2}| \quad \dots (2)$$

où

$i = 1$ et 2 représentant A et B;

$j = 1$ et 2 représentant les échantillons définitifs.

3) Calculer la moyenne et l'étendue pour chaque paire d'échantillons en double :

$$\bar{x}_{i..} = \frac{1}{2}(\bar{x}_{i1.} + \bar{x}_{i2.}) \quad \dots (3)$$

$$R_2 = |\bar{x}_{i1.} - \bar{x}_{i2.}| \quad \dots (4)$$

4) Calculer la moyenne et l'étendue de chaque paire d'échantillons globaux, A et B :

$$\bar{\bar{x}} = \frac{1}{2}(\bar{x}_{1..} + \bar{x}_{2..}) \quad \dots (5)$$

$$R_3 = |\bar{x}_{1..} - \bar{x}_{2..}| \quad \dots (6)$$

5) Calculer la moyenne globale et les moyennes des étendues ($\bar{R}_1, \bar{R}_2,$ et \bar{R}_3) :

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

$$\bar{R}_1 = \frac{1}{4k} \sum R_1 \quad \dots (8)$$

$$\bar{R}_2 = \frac{1}{2k} \sum R_2 \quad \dots (9)$$

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

où k est le nombre de livraisons

Pour préparer les graphiques de contrôle des moyennes et des étendues, calculer les limites de contrôle comme suit :

Limites de contrôle pour le graphique de \bar{x} :

$$\bar{\bar{x}} \pm A_2 \bar{R}_1, \quad \bar{\bar{x}} \pm A_2 \bar{R}_2, \quad \bar{\bar{x}} \pm A_3 \bar{R}_3 \quad \dots (11)$$

Limites supérieures de contrôle pour le graphique de R :

$$D_4 \bar{R}_1 \text{ (pour } R_1), D_4 \bar{R}_2 \text{ (pour } R_2), D_4 \bar{R}_3 \text{ (pour } R_3) \quad \dots (12)$$

où $A_2 = 1,880$ et $D_4 = 3,267$ (pour une paire de mesures).

RÉFÉRENCES

— *Base théorique* : E. S. Pearson : Application des méthodes statistiques à la normalisation dans l'industrie et le contrôle de qualité. British Standards Institution (1935).

— *Valeurs numériques* : Manuel de l'ASTM sur le contrôle de qualité des matériaux, American Society for Testing Materials (1951)

6) Calculer les estimations des écarts-types de la mesure ($\hat{\sigma}_M$), de la division ($\hat{\sigma}_D$) et de l'échantillonnage ($\hat{\sigma}_S$) qui sont estimées à partir de l'étendue :

$$\hat{\sigma}_M^2 = (\bar{R}_1/d_2)^2 \quad \dots (13)$$

$$\hat{\sigma}_D^2 = (\bar{R}_2/d_2)^2 - \frac{1}{2} (\bar{R}_1/d_2)^2 \quad \dots (14)$$

$$\hat{\sigma}_S^2 = (\bar{R}_3/d_2)^2 - \frac{1}{2} (\bar{R}_2/d_2)^2 \quad \dots (15)$$

où $1/d_2 = 0,8865$ (pour une paire de mesures)

NOTE — Lorsque n prélèvements ont été effectués et divisés en 2 parties, conformément à la note de 3.2, la valeur de $\hat{\sigma}_S^2$ de la formule (15) doit être divisée par 2 afin d'être comparée à la fidélité spécifiée (β_S). La comparaison décrite en 7) ci-dessous sera faite en utilisant la valeur ainsi obtenue.

7) Calculer les estimations des fidélités de mesurage ($2 \hat{\sigma}_M$), de la division ($2 \hat{\sigma}_D$) et de l'échantillonnage ($2 \hat{\sigma}_S$).

Comparer la valeur de $2 \hat{\sigma}_S$, ainsi obtenue, à la fidélité de l'échantillonnage (β_S) spécifiée au tableau 4 de l'ISO 3081 ou de l'ISO 3082.

NOTES

1 Voir note en 6) ci-dessus.

2 Il est recommandé que les valeurs de σ_M et σ_D obtenues au moyen de cette méthode soient comparées aux valeurs obtenues par une autre méthode.

Ces modalités sont aussi applicables à l'évaluation de la fidélité de la méthode de routine.

3 La fidélité de l'échantillonnage est définie comme ci-dessous :

Échantillonnage stratifié :

$$\beta_S = 2 \sigma_S = 2 (\sigma_w / \sqrt{n})$$

Echantillonnage en deux temps :

$$\beta_S = 2 \sigma_S = 2 \sqrt{\frac{M-m}{M-1} \cdot \frac{\sigma_b^2}{m} + \frac{\sigma_w^2}{m\bar{n}}}$$

où $\bar{n} = 4$

5.2 Division-essai, type 2 (voir figure 4)

L'estimation de la fidélité doit être calculée selon les modalités décrites ci-dessous :

1) Repérer les quatre mesures de la manière suivante :

x_1, x_2 : paire des mesures obtenues en double sur un échantillon définitif A_1 préparé à partir de l'échantillon global A.

x_3 : mesure effectuée sur un échantillon définitif A_2 préparé à partir de l'échantillon global A.

x_4 : mesure effectuée sur un échantillon définitif B préparé à partir de l'échantillon global B.

2) Calculer la moyenne et l'étendue des mesures en double :

$$\bar{x} = \frac{1}{2}(x_1 + x_2) \quad \dots (16)$$

$$R_1 = |x_1 - x_2| \quad \dots (17)$$

3) Calculer la moyenne et l'étendue pour chaque paire choisie de mesures, x_1 et x_3 , ou x_2 et x_3 :

$$\bar{x} = \frac{1}{2}(x_1 + x_3) \text{ ou } \frac{1}{2}(x_2 + x_3),$$

choisie au hasard ... (18)

$$R_2 = |x_1 - x_3| \text{ ou } |x_2 - x_3|,$$

choisie au hasard ... (19)

4) Calculer la moyenne et l'étendue de chaque paire d'échantillons globaux, A et B :

$$\bar{x} = \frac{1}{2}(x_1 + x_4), \frac{1}{2}(x_2 + x_4) \text{ ou } \frac{1}{2}(x_3 + x_4),$$

choisie au hasard ... (20)

$$R_3 = |x_1 - x_4|, |x_2 - x_4| \text{ ou } |x_3 - x_4|,$$

choisie au hasard ... (21)

5) Calculer la moyenne globale et les moyennes des étendues (\bar{R}_1, \bar{R}_2 et \bar{R}_3) :

$$\bar{\bar{x}} = \frac{1}{k} \sum \bar{x} \quad \dots (22)$$

$$\bar{R}_1 = \frac{1}{k} \sum R_1 \quad \dots (23)$$

$$\bar{R}_2 = \frac{1}{k} \sum R_2 \quad \dots (24)$$

$$\bar{R}_3 = \frac{1}{k} \sum R_3 \quad \dots (25)$$

où k est le nombre de livraisons.

Calculer les limites de contrôle pour construire les graphiques de contrôle des moyennes et des étendues.

Limites de contrôle pour le graphique de \bar{x} :

$$\bar{\bar{x}} \pm A_2 \bar{R}_1, \quad \bar{\bar{x}} \pm A_2 \bar{R}_2, \quad \bar{\bar{x}} \pm A_2 \bar{R}_3 \quad \dots (26)$$

Limites supérieures de contrôle pour le graphique de R :

$$D_4 \bar{R}_1, \quad D_4 \bar{R}_2, \quad D_4 \bar{R}_3 \quad \dots (27)$$

où $A_2 = 1,880$ et $D_4 = 3,267$ (pour une paire de mesures).

6) Calculer les estimations des écarts-types de la mesure ($\hat{\sigma}_M$), de la division ($\hat{\sigma}_D$) et de l'échantillonnage ($\hat{\sigma}_S$) :

$$\hat{\sigma}_M^2 = (\bar{R}_1/d_2)^2 \quad \dots (28)$$

$$\hat{\sigma}_D^2 = (\bar{R}_2/d_2)^2 - (\bar{R}_1/d_2)^2 \quad \dots (29)$$

$$\hat{\sigma}_S^2 = (\bar{R}_3/d_2)^2 - (\bar{R}_2/d_2)^2 \quad \dots (30)$$

où $1/d_2 = 0,8865$ (pour une paire de mesures)

NOTE - Voir note en 5.1 (6).

7) Calculer les estimations de la fidélité du mesurage ($2\hat{\sigma}_M$), de la division ($2\hat{\sigma}_D$) et de l'échantillonnage ($2\hat{\sigma}_S$).

Comparer la valeur de $2\hat{\sigma}_S$ ainsi obtenue à la fidélité de l'échantillonnage (β_S) spécifié au tableau 4 de l'ISO 3081 ou de l'ISO 3082.

5.3 Division-essai, type 3 (voir figure 5)

Dans ce cas, les estimations de la fidélité de l'échantillonnage, de la division et du mesurage ne sont pas obtenues séparément. Le type 3 de division-essai permet d'obtenir la fidélité globale ($2\hat{\sigma}_{SDM}$) de ces trois fidélités.

La relation entre ces fidélités est la suivante :

$$\hat{\sigma}_{SDM}^2 = \hat{\sigma}_S^2 + \hat{\sigma}_D^2 + \hat{\sigma}_M^2 \quad \dots (31)$$

L'estimation de la fidélité globale doit être calculée selon les modalités données ci-dessous.

1) Calculer la moyenne et l'étendue pour chaque paire de mesures :

$$\bar{x} = \frac{1}{2}(x_1 + x_2) \quad \dots (32)$$

$$R = |x_1 - x_2| \quad \dots (33)$$

où x_1, x_2 sont les mesures effectuées respectivement sur les échantillons définitifs, A et B.

2) Calculer la moyenne globale et la moyenne de l'étendue.

$$\bar{\bar{x}} = \frac{1}{k} \sum \bar{x} \quad \dots (34)$$

$$\bar{R} = \frac{1}{k} \sum R \quad \dots (35)$$

où k est le nombre de livraisons.

- 3) Calculer les limites de contrôle afin de construire les graphiques de contrôle des moyennes et des étendues.

Limites de contrôle pour le graphique de \bar{x} :

$$\bar{\bar{x}} \pm A_2 \bar{R} \quad \dots (36)$$

Limite supérieure de contrôle pour le graphique de R :

$$D_4 \bar{R} \quad \dots (37)$$

où $A_2 = 1,880$ et $D_4 = 3,267$ (pour une paire de mesures).

- 4) Calculer l'estimation de l'écart-type global ($\hat{\sigma}_{SDM}$) :

$$\hat{\sigma}_{SDM}^2 = (\bar{R}/d_2)^2 \quad \dots (38)$$

où $1/d_2 = 0,886 5$ (pour une paire de mesures)

- 5) Calculer l'estimation de la fidélité globale ($2 \hat{\sigma}_{SDM}$).

6 INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS ET ACTION

6.1 Interprétation

1) Quand toutes les valeurs de R_3 , R_2 et R_1 , calculées conformément à 5.1 et 5.2, se trouvent en dessous de la limite supérieure de contrôle du graphique de R construit conformément à 5.1(5) et 5.2(5), cela signifie que les travaux de routine d'échantillonnage, de division des échantillons et de mesurage ont été effectués dans de bonnes conditions.

Quand toutes les valeurs de R calculées conformément à 5.3 sont au-dessous de la limite supérieure de contrôle du graphique de R construit conformément à 5.3(3), cela signifie que l'ensemble des opérations d'échantillonnage, de division et de mesurage ont été effectuées dans de bonnes conditions.

Par contre, lorsque plusieurs valeurs de R_3 , R_2 , et R_1 venant de 5.1 et 5.2 et de R , venant de 5.3, se trouvent au-dessus de leur limite supérieure de contrôle respective, les opérations étudiées (telles que : échantillonnage, division ou mesurage) n'ont pas été effectuées dans de bonnes conditions et doivent être vérifiées afin d'en déterminer les causes.

2) Quand un plus grand nombre de valeurs de \bar{x}_{ij} ou de \bar{x}_i , venant de 5.1, \bar{x} ou \bar{x} venant de 5.2, ou de \bar{x} venant de 5.3 se trouvent en dehors des limites de contrôle de leur graphique de \bar{x} respectif, cela signifie que la fidélité du mesurage ou que la fidélité de la division est raisonnablement suffisante.

Quand la plupart des valeurs de \bar{x} venant de 5.1 et 5.2, ou de \bar{x} venant de 5.3, se trouvent à l'intérieur des limites de contrôle de leur graphique respectif de \bar{x} , la fidélité de l'échantillonnage est insuffisante et la variation des caractères de qualité des livraisons à étudier ne peut pas être déterminée. Dans de telles circonstances les méthodes d'échantillonnage, de division et de mesurage doivent être soumises à une révision afin d'être modifiées (voir 6.2 ci-dessous).

6.2 Action

Quand les résultats indiquent que la fidélité n'atteint pas la valeur spécifiée au tableau 4 de l'ISO 3081 ou de l'ISO 3082, les opérations d'échantillonnage doivent être modifiées de la manière suivante :

1) Contrôler les changements relatifs aux variations de qualité du minerai de fer conformément à la méthode spécifiée dans l'ISO 3084. Quand il est confirmé qu'il y a un changement significatif de la variation de qualité du minerai de fer en question, les mesures à prendre sont les suivantes :

a) *Échantillonnage systématique périodique ou stratifié :*

Changer le nombre de prélèvements à effectuer sur une livraison en considérant la nouvelle catégorie de variation de qualité conformément au tableau 3 de l'ISO 3081 ou de l'ISO 3082.

b) *Échantillonnage en deux temps :*

Changer le nombre de wagons à sélectionner sur une livraison conformément au tableau 6 de l'ISO 3081.

2) Dans le cas de l'échantillonnage systématique périodique ou stratifié, un nombre plus important (designé par n_1) de prélèvements peuvent être effectués sur une livraison. L'effet de cette action est d'améliorer la fidélité de l'échantillonnage dans une proportion de $\sqrt{n/n_1}$.

3) Augmenter la masse du prélèvement. Cependant, une augmentation de masse supérieure à celle demandée n'apportera pas une amélioration sensible de la fidélité de l'échantillonnage.

7 EXEMPLE D'ÉTUDE

L'exemple d'étude suivant est basé sur l'échantillonnage systématique périodique et la méthode division-essai type 1. Cette étude est effectuée par un consommateur de minerais de fer. Les résultats expérimentaux sont donnés dans les formulaires 1 à 3.

Le formulaire 1 indique les détails de l'étude et les résultats d'analyse des dosages de fer. Le formulaire 2 donne les résultats en pourcentage de fer et le procédé de calcul de $\hat{\sigma}_M$, $\hat{\sigma}_D$, et $\hat{\sigma}_S$.

Le formulaire 3 montre les graphiques de contrôle de la moyenne et de l'étendue pour \bar{x} , \bar{x} , \bar{x} et R_1 , R_2 , R_3 .

Pour éviter les erreurs et les omissions ainsi que pour avoir ultérieurement une référence, il peut être bon de conserver les résultats détaillés de l'étude dans un bulletin normalisé tel que celui qui est utilisé dans cet exemple.

Le nombre de cas où les points des données sont situés en dehors des limites de contrôle de trois sigma est indiqué dans le bas du tableau 2 et les données correspondantes dans le tableau lui-même sont repérées par un astérisque (voir 6.1).