
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

Deuxième édition — 1986-11-15

CDU 553.31.001.4

Réf. n° : ISO 3085-1986 (F)

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

Prix basé sur 13 pages

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3085 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, dont elle constitue une révision mineure.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

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 3082 ou l'ISO 3083.

2 Références

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

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

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

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 d'échantillonnage.*¹⁾

ISO 4701, *Minerais de fer — Détermination de la granulométrie par tamisage.*

3 Généralités

3.1 Nombre de livraisons pour l'expérimentation

Il est recommandé d'effectuer cette expérimentation 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 expérimentation 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 expérimentation 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_1 , et où l'on constitue un échantillon global, le nombre minimal de prélèvements à effectuer pour cette expérimentation doit être égal à $2n_1$, et il faut constituer deux échantillons globaux.

NOTE — Si cela est irréalisable, le nombre n_1 de prélèvements peut être pris puis divisé en deux parties, chacune de $n_1/2$.

3.3 Préparation de l'échantillon et essais

La préparation de l'échantillon, puis les essais 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 total, il est préférable d'effectuer une série de dosages sur les échantillons pour essai d'une livraison au cours de différents jours.

3.4 Répétition de l'expérimentation

Il est recommandé, même après qu'une série d'expérimentations aura été effectuée préalablement aux opérations courantes d'échantillonnage, de procéder à des expérimentations de temps en temps, de manière à contrôler une éventuelle 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 expérimentation parallèlement aux travaux courants de l'échantillonnage et aux essais.

4 Méthode d'expérimentation

4.1 Modalités d'échantillonnage

Les modalités d'échantillonnage à suivre doivent être choisies parmi les trois catégories de l'échantillonnage, c'est-à-dire

1) Actuellement au stade de projet.

échantillonnage systématique périodique, échantillonnage stratifié et échantillonnage en deux temps, selon la méthode de prise des prélèvements dans la livraison conformément aux chapitres correspondants de l'ISO 3081 ou de l'ISO 3082.

4.1.1 Échantillonnage systématique périodique

4.1.1.1 Le nombre de prélèvements, n_1 , doit être tiré du tableau 4 de l'ISO 3081 ou de l'ISO 3082, en fonction de la masse de la livraison et de la catégorie de classification du minerai de fer, c'est-à-dire, variation de qualité «grande», «moyenne» ou «petite».

4.1.1.2 L'intervalle d'échantillonnage, Δm , en tonnes, doit être calculé en divisant le tonnage, m_1 , de la livraison par $2n_1$, c'est-à-dire avec des intervalles égaux à la moitié de l'intervalle de l'échantillonnage de routine. L'intervalle d'échantillonnage ainsi calculé doit être arrondi par défaut au multiple de 10 t le plus proche.

4.1.1.3 Les prélèvements doivent être effectués à un intervalle d'échantillonnage régulier calculé (voir 4.1.1.2), le point de départ étant pris au hasard sur la livraison.

4.1.1.4 Les prélèvements doivent être placés alternativement dans deux récipients A et B. De ce fait, deux échantillons globaux A et B sont constitués, chacun étant formé de n_1 prélèvements.

Exemple 1

Étant donné une livraison de 19 000 t de minerai de fer déchargée sur bandes transporteuses et dont la catégorie de classification est la variation de qualité «moyenne», le nombre minimal, n_1 , de prélèvements à effectuer est 60, ainsi qu'il est indiqué dans le tableau 4 de l'ISO 3081 ou de l'ISO 3082.

L'intervalle d'échantillonnage, Δm , en tonnes, pour la prise de prélèvements est donné par l'équation

$$\Delta m = \frac{m_1}{2n_1} = \frac{19\,000}{60 \times 2} \approx 158 \rightarrow 150$$

Ainsi, les prélèvements sont effectués à des intervalles de 150 t. Le point de prise du premier prélèvement dans le premier intervalle d'échantillonnage de 150 t doit être déterminé par une méthode de sélection au hasard. Si le point de prise du premier prélèvement est à 20 t, à partir de la mise en mouvement de la livraison, les prélèvements suivants devront être effectués aux points de $20 + i\Delta m$, où $i = 1, 2, \dots, 2n_1$ (170 t, 320 t et ainsi de suite). Dans ce cas, la livraison totale étant de 19 000 t, 126 prélèvements seront effectués.

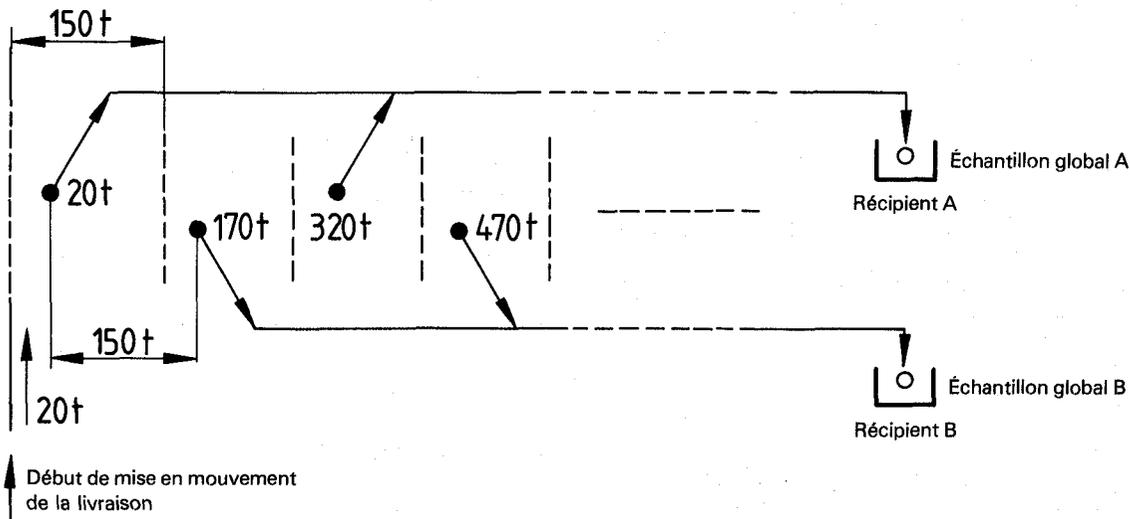
Les prélèvements sont placés alternativement dans les récipients A et B, et l'on obtient deux échantillons globaux A et B, chacun étant composé de 63 prélèvements (voir figure 1).

4.1.2 Échantillonnage stratifié

4.1.2.1 Dans le cas où le nombre de wagons ou conteneurs,¹⁾ c'est-à-dire le nombre de strates, n_4 , formant une livraison, est inférieur au nombre de prélèvements, n_1 , donné dans le tableau 4 de l'ISO 3081, le nombre de prélèvements, n_3 , à effectuer sur chaque wagon (strate) doit être obtenu par l'équation indiquée en 8.2.2 de l'ISO 3081.

4.1.2.2 $2n_3$ prélèvements doivent être effectués sur chaque wagon.

4.1.2.3 Les $2n_3$ prélèvements effectués sur chaque wagon doivent être séparés au hasard en deux sous-échantillons, chacun de n_3 prélèvements.



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

Figure 1 — Schéma relatif à l'exemple 1

1) Ci-après désignés simplement par « wagons ».

4.1.2.4 Les deux sous-échantillons de chacun doivent être des wagons regroupés pour constituer deux échantillons globaux A et B, respectivement, chaque échantillon global étant constitué de n_1 ($= n_3 n_4$) prélèvements.

NOTE — Si le tonnage varie d'un wagon à l'autre, le nombre de prélèvements 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

Étant donné une livraison de minerai de fer acheminée par 11 wagons de 60 t, la variation de qualité intra-wagons, σ_w , du minerai étant « moyenne », le nombre minimal de prélèvements, n_1 , à effectuer pour la livraison de 660 t 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 donné par l'équation

$$n_3 = \frac{n_1}{n_4} = \frac{20}{11} \approx 2$$

Quatre ($2n_3 = 2 \times 2$) prélèvements sont effectués sur chaque wagon.

Les quatre prélèvements sont séparés au hasard en deux sous-échantillons comprenant chacun deux prélèvements.

Les deux sous-échantillons de chacun des 11 wagons, doivent être regroupés pour constituer deux échantillons globaux, A et B, respectivement, chacun de 22 ($2n_4 = 2 \times 11$) prélèvements (voir figure 2).

Exemple 3

Étant donné une livraison par wagons, constituée de six wagons de 60 t et de huit wagons de 30 t, c'est-à-dire $m_1 = (6 \times 60) + (8 \times 30) = 600$ t 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_1 , de prélèvements à effectuer est 40 ainsi qu'il est indiqué au tableau 4 de l'ISO 3081.

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

$$\frac{n_1 \times 6 \times 60}{m_1} = \frac{40 \times 360}{600} = 24$$

$$\frac{n_1 \times 8 \times 30}{m_1} = \frac{40 \times 240}{600} = 16$$

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

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

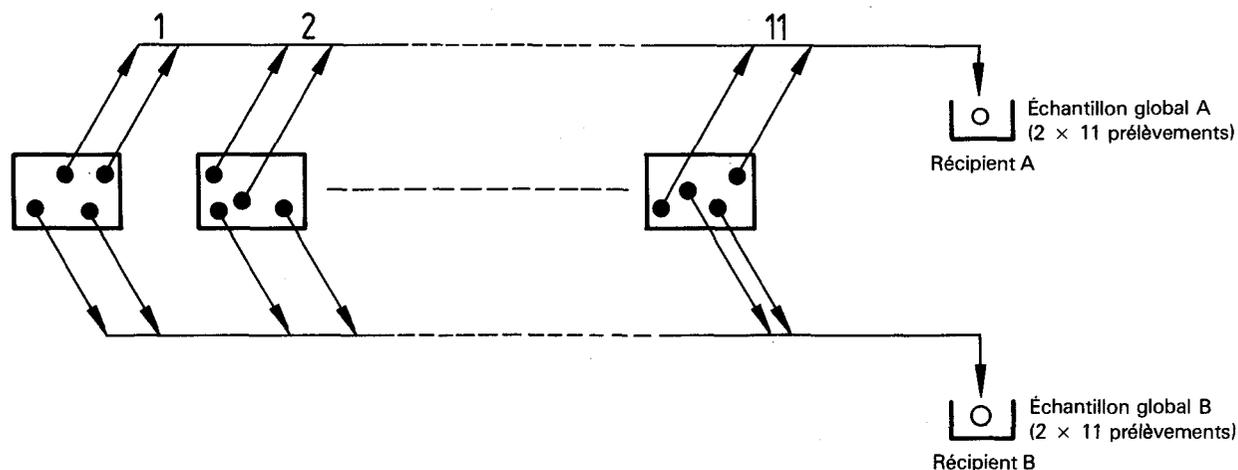
$$\frac{16}{8} = 2$$

Pour cette expérimentation, huit ($= 2 \times 4$) prélèvements sont effectués sur chaque wagon de 60 t et quatre ($= 2 \times 2$) prélèvements sur chaque wagon de 30 t. Les prélèvements ainsi effectués sont séparés au hasard en deux sous-échantillons.

Les deux sous-échantillons ainsi obtenus de tous les wagons sont regroupés séparément pour constituer deux échantillons globaux, A et B respectivement formés chacun de 40 prélèvements.

4.1.3 Échantillonnage en deux temps

4.1.3.1 Si le nombre de wagons, n_4 , constituant une livraison est supérieur au nombre de prélèvements, n_1 , indiqué au tableau 4 de l'ISO 3081, ou s'il est irréalisable d'effectuer des prélèvements sur tous les wagons, n_2 wagons doivent être choisis au hasard dans la livraison conformément au tableau 5 de l'ISO 3081.



Légende: Les rectangles, les points et les cercles représentent respectivement les wagons, les prélèvements effectués sur les wagons, et les échantillons globaux.

Figure 2 — Schéma relatif à l'exemple 2

4.1.3.2 Indépendamment, n_2 wagons supplémentaires doivent être choisis au hasard dans la même livraison.

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

4.1.3.3 Les prélèvements nécessaires doivent être effectués sur chacun des wagons sélectionnés suivant 8.2.3 de l'ISO 3081.

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

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

Exemple 4

Étant donné une livraison constituée de 80 wagons de 60 t, c'est-à-dire $m_1 = 80 \times 60 = 4\,800$ t 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, n_2 , est 15, ainsi qu'il est indiqué au tableau 5 de l'ISO 3081.

De la même livraison, 15 wagons supplémentaires sont sélectionnés indépendamment de ceux sélectionnés préalablement.

Le nombre de prélèvements à effectuer au hasard sur chacun des 15 wagons sélectionnés, n_3 , est quatre, et les 60 prélèvements ($n_2 n_3 = 4 \times 15$) sont regroupés pour constituer l'échantillon global A.

Quatre autres prélèvements sont effectués au hasard sur chacun des 15 wagons sélectionnés ci-dessus, et ces 60 autres prélèvements sont regroupés pour constituer l'échantillon global B.

4.2 Division de l'échantillon et essai

Les deux échantillons globaux, A et B, composés conformément à 4.1, doivent être divisés séparément et soumis aux essais suivant l'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)

4.2.1.1 Les deux échantillons globaux A et B doivent être divisés séparément en vue de préparer deux échantillons pour essai.

4.2.1.2 Les quatre échantillons pour essai A_1 , A_2 , et B_1 , B_2 , doivent être respectivement soumis aux essais en double. Au total, huit essais doivent être effectués dans un ordre indifférent.

NOTE — Le type 1 permet d'obtenir séparément la fidélité d'échantillonnage, la fidélité de division et la fidélité de mesurage.

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

4.2.2.1 L'échantillon global A doit être divisé en vue de préparer deux échantillons pour essai, A_1 , A_2 , et, à partir de l'échantillon global B, un échantillon pour essai doit être préparé.

4.2.2.2 L'échantillon pour essai A_1 doit être soumis aux essais en double et les autres échantillons pour essai A_2 et B doivent être testés individuellement.

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

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

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

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

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

5 Analyse des données expérimentales

La méthode d'analyse des données expérimentales doit être celle qui est spécifiée dans le présent chapitre et qui dépend du type de division-essai choisi, mais ne tient pas compte de la méthode d'échantillonnage, que celui-ci soit périodiquement 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 en 5.1.1 à 5.1.7. (Les estimations de la fidélité sont appelées simplement fidélité dans la suite du texte).

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

5.1.2 Calculer la moyenne, \bar{x}_{ij} , et l'étendue, R_1 , de chaque série de mesures faites en double, à l'aide des équations, respectivement (1) et (2).

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

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

où

$i = 1$ et 2 représentant A et B;

$j = 1$ et 2 représentant les échantillons pour essai.

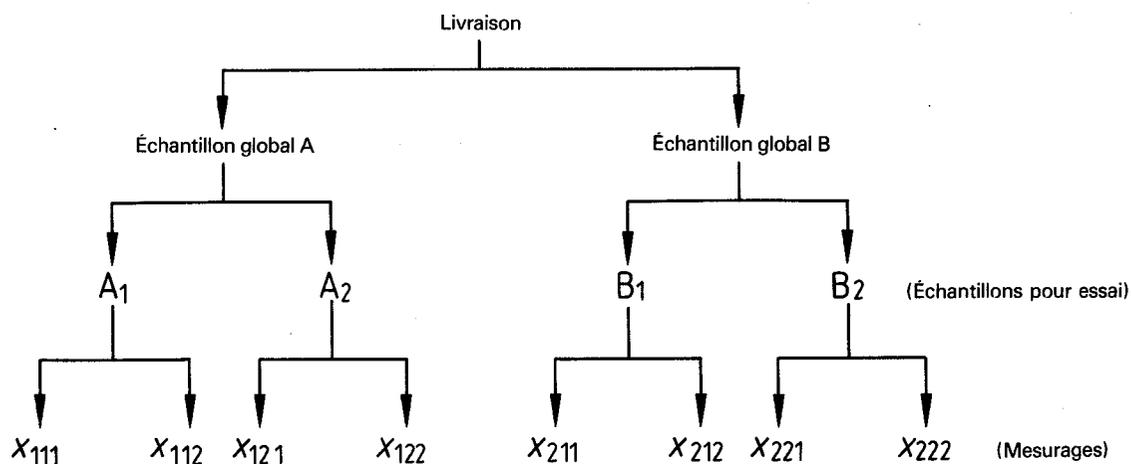


Figure 3 — Schéma de division-essai, type 1

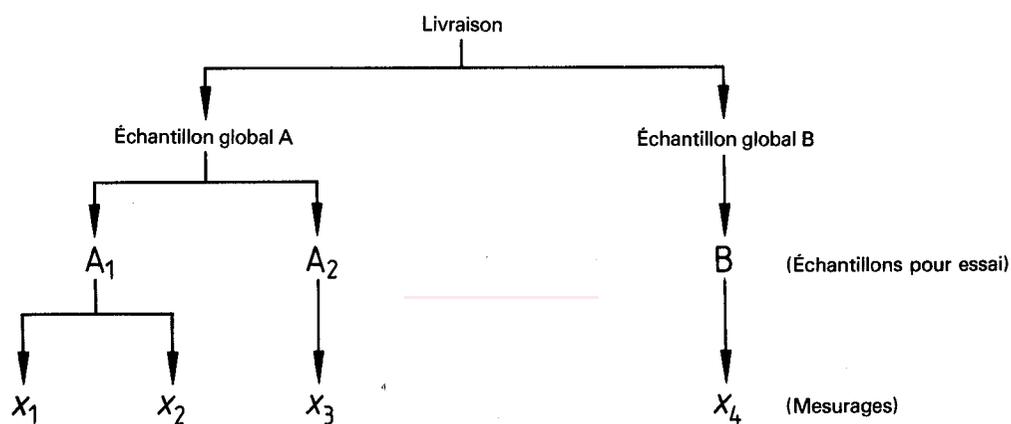


Figure 4 — Schéma de division-essai, type 2

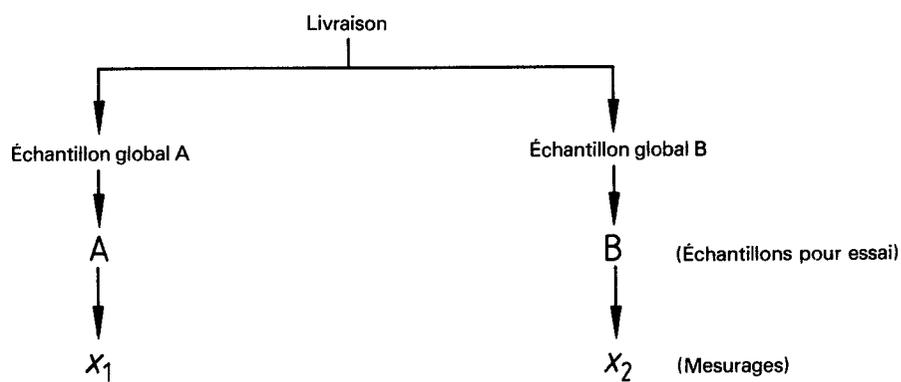


Figure 5 — Schéma de division-essai, type 3

5.1.3 Calculer la moyenne, $\bar{x}_{i..}$, et l'étendue, R_2 , pour chaque paire d'échantillons en double, à l'aide des équations, respectivement (3) et (4).

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

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

5.1.4 Calculer la moyenne, $\bar{\bar{x}}$, l'étendue, R_3 , de chaque paire d'échantillons globaux A et B, à l'aide des équations, respectivement (5) et (6).

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

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

5.1.5¹⁾ Calculer la moyenne globale, $\bar{\bar{\bar{x}}}$, et les moyennes des étendues, \bar{R}_1 , \bar{R}_2 , et \bar{R}_3 , à l'aide des équations (7) à (10).

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

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

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

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

où n est le nombre de livraisons.

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

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

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

Limites supérieures de contrôle pour le graphique de R

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

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

5.1.6 Calculer les estimations des écarts-types de la mesure, $\hat{\sigma}_M$, de la division, $\hat{\sigma}_D$, et de l'échantillonnage, $\hat{\sigma}_S$, à l'aide des équations, respectivement (13) à (15).

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

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

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

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

NOTE — Lorsque n_1 prélèvements ont été effectués et divisés en deux parties, conformément à la note de 3.2, la valeur de $\hat{\sigma}_S^2$ de l'équation (15) doit être divisée par deux afin d'être comparée à la fidélité spécifiée, β_S .

La comparaison décrite en 5.1.7 sera faite en utilisant la valeur ainsi obtenue.

5.1.7 Calculer les estimations de la fidélité de mesure, $2\hat{\sigma}_M$, de la fidélité de la division, $2\hat{\sigma}_D$ et de la fidélité d'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 la note en 5.1.6.
- 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

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

Échantillonnage en deux temps

$$\beta_S = 2\sigma_S = 2 \sqrt{\left(\frac{n_4 - n_2}{n_2 - 1}\right) \frac{\sigma_b^2}{n_2} + \frac{\sigma_w^2}{n_2 n_3}}$$

où $n_3 = 4$.

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

L'estimation de la fidélité doit être calculée selon les modalités décrites en 5.2.1 à 5.2.7.

5.2.1 Repérer les quatre mesures de la manière suivante:

x_1, x_2 sont les paires des mesures obtenues en double sur un échantillon pour essai A₁ préparé à partir de l'échantillon global A;

x_3 est la mesure effectuée sur un échantillon pour essai A₂ préparé à partir de l'échantillon global A;

x_4 est la mesure effectuée sur un échantillon pour essai B préparé à partir de l'échantillon global B.

5.2.2 Calculer la moyenne, \bar{x} , et l'étendue, R_1 , des mesures en double, à l'aide des équations (16) et (17).

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

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

1) Références:

[1] Base théorique: PEARSON E.S. *The Application of Statistical Methods to Industrial Standardization and Quality Control*. London, British Standards Institution, 1935.

[2] Valeurs numériques: *ASTM Manual on Quality Control of Materials*. Philadelphia, American Society for Testing and Materials, 1951.

5.2.3 Calculer la moyenne, \bar{x} , et l'étendue, R_2 , pour chaque paire choisie de mesures, x_1 et x_3 , ou x_2 et x_3 , à l'aide des équations (18) et (19).

$$\bar{x} = \begin{cases} \frac{1}{2} (x_1 + x_3) \\ \text{ou} \\ \frac{1}{2} (x_2 + x_3) \end{cases} \quad \text{choisie au hasard} \quad \dots (18)$$

$$R_2 = \begin{cases} |x_1 - x_3| \\ \text{ou} \\ |x_2 - x_3| \end{cases} \quad \text{choisie au hasard} \quad \dots (19)$$

5.2.4 Calculer la moyenne, $\bar{\bar{x}}$, et l'étendue, R_3 , chaque paire d'échantillons globaux, A et B à l'aide des équations (20) et (21).

$$\bar{\bar{x}} = \begin{cases} \frac{1}{2} (x_1 + x_4) \\ \text{ou} \\ \frac{1}{2} (x_2 + x_4) \\ \text{ou} \\ \frac{1}{2} (x_3 + x_4) \end{cases} \quad \text{choisie au hasard} \quad \dots (20)$$

$$R_3 = \begin{cases} |x_1 - x_4| \\ \text{ou} \\ |x_2 - x_4| \\ \text{ou} \\ |x_3 - x_4| \end{cases} \quad \text{choisie au hasard} \quad \dots (21)$$

5.2.5 Calculer la moyenne globale, \bar{x} , et les moyennes des étendues, \bar{R}_1 , \bar{R}_2 et \bar{R}_3 , à l'aide des équations, respectivement (22) à (25).

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

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

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

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

où n est le nombre de livraisons.

Calculer les limites de contrôle pour établir les graphiques de contrôle des moyennes et des étendues, à l'aide des formules (26) et (27).

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).

5.2.6 Calculer les estimations de l'écart-type de la mesure, $\hat{\sigma}_M$, de l'écart-type de la division, $\hat{\sigma}_D$, et de l'écart-type de l'échantillonnage, $\hat{\sigma}_S$, à l'aide des équations, respectivement (28) à (30).

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

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

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

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

NOTE – Voir la note en 5.1.6.

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

Comparer la valeur de $2\hat{\sigma}_S$ ainsi obtenus 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 en 5.3.1 à 5.3.5.

5.3.1 Calculer la moyenne, \bar{x} , et l'étendue, R , pour chaque paire de mesures à l'aide des équations (32) et (33).

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

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

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

5.3.2 Calculer la moyenne globale, $\bar{\bar{x}}$, et la moyenne de l'étendue, \bar{R} , à l'aide des équations (34) et (35).

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

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

où n est le nombre de livraisons.

5.3.3 Calculer les limites de contrôle afin de construire les graphiques de contrôle des moyennes et des étendues, à l'aide des équations (36) et (37).

Limite 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).

5.3.4 Calculer l'estimation de l'écart-type global, $\hat{\sigma}_{SDM}$, à l'aide de l'équation (38).

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

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

5.3.5 Calculer l'estimation de la fidélité globale, $2\hat{\sigma}_{SDM}$.

6 Interprétation des résultats et action

6.1 Interprétation

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 établi 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 établi 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 calculées conformément à 5.1 et 5.2 et de R , calculées conformément à 5.3 se trouvent au-dessus de leur limite supérieure de contrôle respective, les opérations (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. Dans le cas où l'on peut déterminer les causes de certaines valeurs aberrantes, les moyennes des étendues doivent être calculées sans tenir compte de ces valeurs.

Il est recommandé d'utiliser les limites de contrôle obtenues par l'expérimentation précitée, pour interpréter les résultats expérimentaux ultérieurs.

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 conformément à 6.2.1 à 6.2.3.

6.2.1 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:

6.2.1.1 Échantillonnage systématique périodique ou stratifié

Changer le nombre de prélèvements à effectuer sur une livraison, n_1 , en considérant la nouvelle catégorie de variation de qualité conformément au tableau 3 de l'ISO 3081 ou de l'ISO 3082.

6.2.1.2 Échantillonnage en deux temps

Changer le nombre de wagons à sélectionner sur une livraison, n_2 , conformément au tableau 6 de l'ISO 3081.

6.2.2 Dans le cas de l'échantillonnage systématique périodique ou stratifié, un nombre plus important, 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 $\sqrt{n_1/n'_1}$.

6.2.3 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'expérimentation

L'exemple d'expérimentation 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 tableaux 1 et 2 et à la figure 6.

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

La figure 6 montre les graphiques de contrôle de la moyenne et de l'étendue pour \bar{x} , $\bar{\bar{x}}$, \bar{R} , 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).

Les estimations de l'écart-type de l'analyse, de l'écart-type de la division et de l'échantillonnage sont, pour cet exemple, les suivants:

$$\text{écart-type de l'analyse:} \quad \hat{\sigma}_M = 0,077 (\% \text{ Fe})$$

$$\text{écart-type de la division:} \quad \hat{\sigma}_D = 0,11 (\% \text{ Fe})$$

$$\text{écart-type de l'échantillonnage:} \quad \hat{\sigma}_S = 0,23 (\% \text{ Fe})$$

De ces trois estimations, $\hat{\sigma}_S$ est la plus grande et l'estimation de la fidélité de l'échantillonnage est $2\hat{\sigma}_S = 2 \times 0,23 = 0,46 \%$ de fer. Cette valeur satisfait à la fidélité de l'échantillonnage, β_S , indiquée au tableau 4 de l'ISO 3081 ou de l'ISO 3082.