

NORME INTERNATIONALE

ISO
3713

Première édition
1987-12-15



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

Ferro-alliages — Échantillonnage et préparation des échantillons — Règles générales

Ferroalloys — Sampling and preparation of samples — General rules

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3713:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf77a074-3d19-4149-850b-019c18d2546d/iso-3713-1987>

Numéro de référence
ISO 3713 : 1987 (F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est normalement 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 3713 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 132, *Ferro-alliages*.

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.

ISO 3713:1987

Sommaire

	Page
1 Objet et domaine d'application	1
2 Références	1
3 Définitions	1
4 Généralités	2
4.1 Hétérogénéité d'une livraison	2
4.2 Fidélité globale	2
4.3 Échantillonnage et préparation des échantillons	3
5 Échantillonnage	3
5.1 Types d'échantillonnage	3
5.2 Masse d'un prélèvement élémentaire	3
5.3 Nombre de prélèvements élémentaires	5
5.4 Méthode mécanique de prise de prélèvements élémentaires	5
5.5 Méthode manuelle de prise de prélèvements élémentaires	6
5.6 Échantillonnage d'une livraison sous emballage	7
5.7 Méthode de combinaison des prélèvements élémentaires	7
6 Préparation des échantillons	7
6.1 Ordre de la préparation des échantillons	7
6.2 Fidélité de la préparation des échantillons	7
6.3 Concassage	7
6.4 Homogénéisation	8
6.5 Division	8
6.6 Préparation des échantillons pour la détermination de la granulométrie ...	9
7 Principaux appareils et instruments utilisés pour l'échantillonnage et la préparation des échantillons	9
8 Échantillon pour essai	10
8.1 Mesure de protection contre la contamination	10

8.2 Échantillon permettant de déterminer la composition chimique d'une livraison	10
8.3 Échantillon permettant de déterminer la composition granulométrique	11
9 Bibliographie	11
Annexes	
A Diviseur à lames	12
B Exemple de méthode pour le choix de l'écope de prélèvement	14

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3713:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf77a074-3d19-4149-850b-019c18d2546d/iso-3713-1987>

Ferro-alliages — Échantillonnage et préparation des échantillons — Règles générales

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale est applicable à tous les types de ferro-alliages et établit les règles générales de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons.

Les méthodes données dans la présente Norme internationale s'appliquent à l'échantillonnage des livraisons fournies en vrac ou sous emballage, en cours de chargement ou de déchargement, aussi bien qu'à l'échantillonnage des livraisons en cours de stockage.

La présente Norme internationale spécifie les méthodes à la fois de l'échantillonnage manuel et de l'échantillonnage mécanique.

Elle doit être lue conjointement avec les Normes internationales correspondantes pour les divers types de ferro-alliages.

2 Références

ISO 4551, *Ferro-alliages — Echantillonnage et analyse par tamisage*.

ISO 7087, *Ferro-alliages — Méthodes expérimentales d'évaluation de la variation de qualité et méthodes de contrôle de la fidélité de l'échantillonnage*.

ISO 7347, *Ferro-alliages — Méthodes expérimentales de contrôle de l'erreur systématique d'échantillonnage et de préparation des échantillons*.

3 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

3.1 lot: Quantité d'un ferro-alliage obtenue et traitée dans des conditions présumées uniformes.

3.2 livraison: Quantité d'un ferro-alliage livrée en une seule fois. Une livraison peut être composée d'un ou plusieurs lots ou parties de lots.

3.3 unité d'emballage: Partie d'une livraison choisie précisément et placée dans une boîte, un fût, un conteneur, etc.

3.4 prélèvement élémentaire: Quantité d'un ferro-alliage extraite en une seule fois d'une livraison emballée ou en vrac à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage; également quantité d'un ferro-alliage prélevée par la méthode de division alternée.

3.5 sous-échantillon: Quantité d'un ferro-alliage constituée de plusieurs prélèvements élémentaires pris dans une partie de la livraison, ou bien quantité d'un ferro-alliage comprenant plusieurs prélèvements élémentaires au besoin concassés et/ou divisés individuellement.

3.6 échantillon global: Quantité d'un ferro-alliage constituée de tous les prélèvements élémentaires provenant d'une livraison; également ensemble de tous les prélèvements élémentaires ou de tous les sous-échantillons ayant été au besoin concassés et/ou divisés individuellement.

3.7 échantillon divisé: Échantillon obtenu par une méthode de division.

3.8 échantillon pour essai: Échantillon permettant de déterminer la composition chimique ou la distribution granulométrique d'une livraison ou d'une partie de la livraison, préparé à partir de chaque prélèvement élémentaire, de chaque sous-échantillon ou de l'échantillon global par une méthode spécifiée pour le type d'échantillon considéré.

3.9 caractère représentatif de qualité: Teneur en un élément (ou en des éléments) ou composition granulométrique dont la variation de qualité détermine les paramètres d'échantillonnage d'un ferro-alliage donné et qui est soumis à paiement selon les spécifications techniques de ce type de ferro-alliage.

3.10 division: Processus de réduction de la masse d'un échantillon conformément aux règles établies afin d'obtenir la masse requise d'échantillon pour essai.

3.11 fidélité: Erreur maximale admissible sur l'estimation de la valeur moyenne du caractère représentatif de qualité, égale au double de l'écart-type de ce caractère, exprimée en pourcentage.

3.12 échantillonnage au hasard: Méthode d'échantillonnage des prélèvements élémentaires selon laquelle chaque partie d'un ferro-alliage à échantillonner a une probabilité égale d'être choisie.

3.13 échantillonnage systématique: Méthode pratique d'échantillonnage au hasard selon laquelle les prélèvements élémentaires sont effectués à intervalles réguliers spécifiés de masse ou de temps; le premier prélèvement doit être effectué arbitrairement dans le premier intervalle.

3.14 échantillonnage à deux degrés: Méthode pratique d'échantillonnage au hasard en deux temps. On prélève d'abord les unités d'échantillonnage primaires (par exemple, unités d'emballage ou parties de la livraison) parmi lesquelles on prélève dans un deuxième stade des unités d'échantillonnage secondaires.

3.15 dimension granulométrique supérieure nominale: Limite supérieure des gammes granulométriques établie conformément aux Normes internationales sur les spécifications techniques et les conditions de livraison des divers types de ferro-alliages.

3.16 dimension granulométrique supérieure: Dimension d'ouverture de tamis sur lequel est retenu environ 1 % de la masse de l'échantillon.

4 Généralités

4.1 Hétérogénéité d'une livraison

4.1.1 Une livraison de ferro-alliage objet d'échantillonnage est caractérisée par son hétérogénéité, exprimée par l'écart-type σ_i du caractère représentatif de qualité entre les prélèvements élémentaires.

4.1.2 L'hétérogénéité (variation de qualité) d'une livraison doit être déterminée expérimentalement pour chaque type de ferro-alliage, pour chaque type d'échantillonnage et pour chaque méthode de constitution de la livraison selon l'ISO 7087.

4.1.3 La méthode de constitution d'une livraison est indiquée dans les Normes internationales relatives aux conditions techniques de livraison des ferro-alliages.

4.2 Fidélité globale

4.2.1 La fidélité globale ($\beta_{SDM} = 2\sigma_{SDM}$) de l'estimation du caractère représentatif de qualité d'une livraison est une mesure de la fidélité combinée de l'échantillonnage ($\beta_S = 2\sigma_S$), de la préparation des échantillons ($\beta_D = 2\sigma_D$) et de la mesure ($\beta_M = 2\sigma_M$).

4.2.2 La valeur vraie du caractère représentatif de qualité d'une livraison au niveau de confiance de 95 % doit se situer dans l'intervalle $(\bar{x} \pm \beta_{SDM})$, où $\bar{x}$ est la moyenne arithmétique des paires de mesures.

4.2.3 Les caractères représentatifs de qualité selon lesquels la fidélité est déterminée doivent être indiqués dans les Normes internationales relatives à l'échantillonnage de types particuliers ou de groupes de ferro-alliages.

4.2.4 Lorsqu'un échantillon est prélevé dans une livraison par échantillonnage au hasard et que cet échantillon est préparé et analysé par des méthodes normalisées, la fidélité globale de la détermination du caractère représentatif de qualité d'une livraison, β_{SDM} , peut s'exprimer de l'une des façons suivantes.

Détermination de la composition chimique:

a) Lorsqu'un échantillon global est constitué et si l'analyse est faite en double:

$$\beta_{SDM} = 2 \sqrt{\frac{\sigma_i^2}{n} + \sigma_D^2 + \frac{\sigma_M^2}{2}} \quad \dots (1)$$

où

σ_i est la mesure de l'hétérogénéité de l'écart-type du caractère de qualité entre les prélèvements élémentaires pris au hasard dans une livraison;

n est le nombre minimal de prélèvements élémentaires pris dans une livraison;

σ_D est l'écart-type de la préparation des échantillons;

σ_M est l'écart-type de la méthode d'analyse du caractère de qualité.

b) Lorsque K sous échantillons sont constitués (composés en moyenne de n/K prélèvements élémentaires) et si chacun est analysé une seule fois, alors:

$$\beta_{SDM} = \frac{1}{\sqrt{K}} 2 \sqrt{\frac{\sigma_i^2}{n/K} + \sigma_D^2 + \sigma_M^2} \quad \dots (2)$$

où K est le nombre de sous-échantillons prélevés dans une livraison.

c) Si chaque prélèvement élémentaire est analysé une fois, alors:

$$\beta_{SDM} = \frac{1}{\sqrt{n}} 2 \sqrt{\sigma_i^2 + \sigma_D^2 + \sigma_M^2} \quad \dots (3)$$

Détermination de la composition granulométrique:

Lorsqu'un échantillon global est constitué, divisé et tamisé une seule fois, alors:

$$\beta_{SDM} = 2 \sqrt{\frac{\sigma_i^2}{n} + \sigma_{DM}^2} \quad \dots (4)$$

où σ_{DM} est l'écart-type combiné de la division et du tamisage.

4.2.5 La valeur de la fidélité globale de la détermination de la qualité moyenne d'une livraison doit être indiquée dans les Normes internationales appropriées relatives à l'échantillonnage de types particuliers ou de groupes de ferro-alliages. Elle doit satisfaire aux exigences des consommateurs de ferro-alliages et en même temps garantir un échantillonnage acceptable du point de vue économique.

4.3 Échantillonnage et préparation des échantillons

4.3.1 L'échantillonnage et la préparation des échantillons doivent être effectués selon les Normes internationales relatives à l'échantillonnage de types particuliers ou de groupes de ferro-alliages.

Par accord entre les deux parties concernées, d'autres méthodes d'échantillonnage et de préparation des échantillons peuvent être utilisées, à condition que la fidélité de ces méthodes soit conforme aux Normes internationales. L'estimation de la fidélité des méthodes d'échantillonnage doit être obtenue expérimentalement conformément aux exigences de l'ISO 7087.

4.3.2 Il est nécessaire de s'assurer que les méthodes d'échantillonnage n'entraînent pas d'erreur systématique. L'estimation de l'erreur systématique s'effectue expérimentalement suivant les exigences de l'ISO 7347.

4.3.3 L'échantillonnage d'une livraison d'un ferro-alliage s'effectue respectivement comme suit (voir figure 1):

- a) identification de la livraison ou partie de la livraison à échantillonner;
- b) détermination de la dimension granulométrique supérieure nominale du type considéré de ferro-alliage suivant la commande;
- c) détermination de la masse du prélèvement élémentaire;
- d) détermination du nombre de prélèvements élémentaires;
- e) détermination de l'endroit et de la méthode de prise des prélèvements élémentaires;
- f) constitution d'un échantillon global ou de sous-échantillons;
- g) concassage et division de l'échantillon global, des sous-échantillons ou des prélèvements élémentaires dans un ordre défini pour former l'échantillon pour essai pour la détermination de la composition chimique.

5 Échantillonnage

5.1 Types d'échantillonnage

5.1.1 Selon l'état de la livraison, l'échantillonnage peut se faire

- a) sur une livraison en vrac;
- b) sur une livraison sous emballage.

5.1.2 Selon la méthode employée, l'échantillonnage s'effectue

- a) par voie mécanique;
- b) manuellement.

5.1.3 Les prélèvements élémentaires doivent être effectués au cours du chargement ou du déchargement ou au cours de n'importe quel autre transfert de la livraison.

Il est admis d'effectuer les prélèvements élémentaires en des postes fixes dans des livraisons, parties de livraison ou unités d'emballage de petite masse. Dans ce cas, il est nécessaire de s'assurer à l'avance que la totalité du ferro-alliage est accessible pour la prise des prélèvements élémentaires.

5.1.4 Dans le cas des ferro-alliages non concassables, les prélèvements élémentaires doivent être effectués par forage ou rabotage. La description détaillée de ces méthodes doit être donnée dans les Normes internationales sur l'échantillonnage de ces types de ferro-alliages.

5.2 Masse d'un prélèvement élémentaire

5.2.1 La masse minimale d'un prélèvement élémentaire doit être indiquée dans les Normes internationales sur l'échantillonnage de types particuliers ou de groupes de ferro-alliages.

5.2.2 Dans le cas d'un échantillonnage manuel, la masse minimale d'un prélèvement élémentaire doit être établie selon la dimension granulométrique supérieure de la livraison pour éviter toute erreur systématique.

5.2.3 Dans le cas d'un échantillonnage effectué sur un courant de ferro-alliage au moyen d'un échantillonneur mécanique, la masse d'un prélèvement élémentaire peut être calculée par l'équation:

$$m_i = \frac{q_m b}{3,6 v} \quad \dots (5)$$

où

m_i est la masse d'un prélèvement élémentaire, en kilogrammes;

q_m est le débit moyen, en kilogrammes par seconde;

b est la largeur du préleveur, en mètres;

v est la vitesse de déplacement du préleveur, en mètres par seconde.

5.2.4 Les masses des prélèvements élémentaires effectués sur une livraison doivent être quasi-constantes.

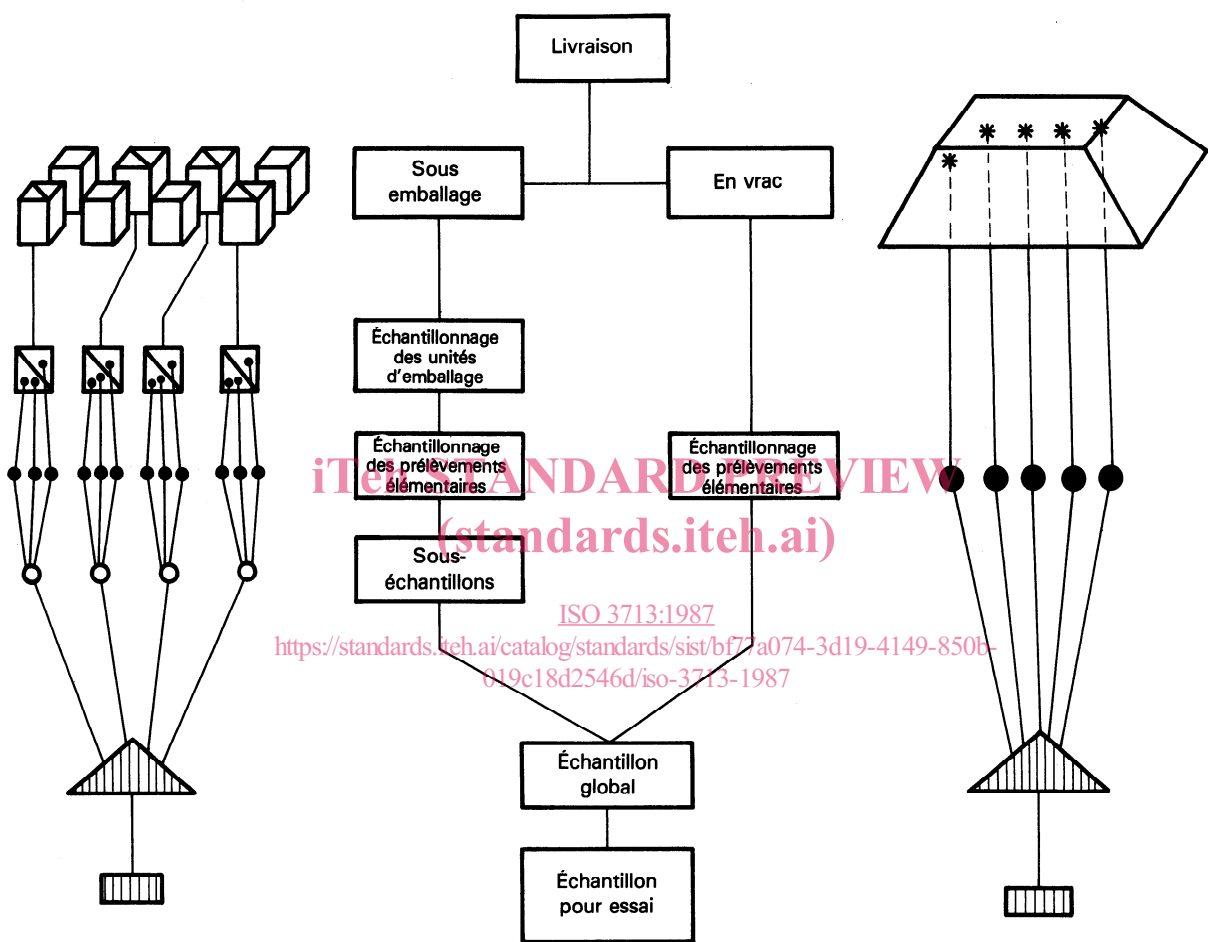


Figure 1 — Schéma d'échantillonnage

NOTE — L'expression «masses quasi-constantes» signifie que le coefficient de variation de la masse des prélèvements élémentaires effectués sur une même livraison ne doit pas dépasser 20 %.

5.2.5 Lorsqu'il est difficile d'effectuer des prélèvements élémentaires de masses constantes, par exemple, sur un courant de ferro-alliage, l'échantillon global ou les sous-échantillons doivent être composés d'échantillons divisés dont les masses sont sensiblement constantes.

5.2.6 Dans le cas d'un échantillonnage à temps constant, les masses des prélèvements effectués dans une livraison doivent être proportionnelles au débit.

5.2.7 Lorsque chaque prélèvement élémentaire est analysé individuellement, les masses de ces prélèvements peuvent ne pas être constantes.

5.3 Nombre de prélèvements élémentaires

5.3.1 Le nombre minimal de prélèvements élémentaires à prendre dans une livraison doit être établi en fonction de la fidélité requise de l'échantillonnage β_S et de l'hétérogénéité de la livraison σ_i .

5.3.2 La fidélité de l'échantillonnage β_S doit être établie en fonction de la méthode de la préparation de la livraison et de sa masse et doit être indiquée dans les Normes internationales relatives à l'échantillonnage de types particuliers ou de groupes de ferro-alliages.

5.3.3 Pour une livraison en vrac, le nombre minimal de prélèvements élémentaires est déterminé par l'équation

$$n = \left(\frac{2\sigma_i}{\beta_S} \right)^2 \frac{N - n}{N - 1} \quad \dots (6)$$

où N est le nombre de prélèvements élémentaires constituant la livraison.

NOTES

1 L'équation (6) est dérivée de l'équation suivante:

$$\left(\frac{\beta_S}{2} \right)^2 = \frac{\sigma_i^2}{n} \frac{N - n}{N - 1} \quad \dots (7)$$

2 Si $n/N < 0,1$, la valeur de $\frac{N - n}{N - 1}$ sera supposée égale à 1.

5.3.4 Dans le cas d'une livraison sous emballage, le nombre minimal d'unités d'emballage à prendre au premier stade d'un échantillon à deux degrés est déterminé par l'équation suivante:

$$M_p = \frac{M_t \sigma_b^2 + (M_t - 1) \times \sigma_b \times \sigma_w}{(M_t - 1) \times (\beta_S/2)^2 + \sigma_b^2} \quad \dots (8)$$

où

M_p est le nombre d'unités d'emballage à prélever dans la livraison au premier stade de l'échantillonnage (unités primaires d'échantillonnage);

M_t est le nombre d'unités d'emballage dans la livraison;

σ_b est l'écart-type entre les unités d'emballage d'une même livraison;

σ_w est l'écart-type entre les prélèvements élémentaires dans une unité d'emballage.

Si les valeurs de σ_w et σ_b sont connues, le nombre minimal de prélèvements élémentaires à prendre dans une unité d'emballage est déterminé par l'équation suivante:

$$n_s = \frac{\sigma_w}{\sigma_b} \quad \dots (9)$$

où n_s est le nombre de prélèvements élémentaires à prendre dans une unité d'emballage prélevée (unités secondaires d'échantillonnage);

NOTES

1 L'équation (8) est dérivée de l'équation suivante:

$$\left(\frac{\beta_S}{2} \right)^2 = \frac{M_t - M_p}{M_t - 1} \times \frac{\sigma_b^2}{M_p} + \frac{\sigma_w^2}{M_p n_s} \quad \dots (8a)$$

2 Si $\frac{M_p}{M_t} = 0,1$, la valeur de $\frac{M_t - M_p}{M_t - 1}$ sera supposée égale à 1.

$$\left(\frac{\beta_S}{2} \right)^2 = \frac{\sigma_b^2}{M_p} + \frac{\sigma_w^2}{M_p n_s} \quad \dots (8b)$$

3 Si $M_t = M_p$, la valeur de β_S^2 sera déterminée par la formule suivante:

$$\left(\frac{\beta_S}{2} \right)^2 = \frac{\sigma_w^2}{M_p n_s} = \frac{\sigma_w^2}{n} \quad \dots (8c)$$

5.3.5 Dans les Normes internationales relatives à l'échantillonnage de types particuliers ou de groupes de ferro-alliages, le nombre minimal d'unités d'emballage et/ou de prélèvements élémentaires à prendre est indiqué sous forme de tableaux ou graphiques obtenus par les équations (6) ou (8).

5.4 Méthode mécanique de prise de prélèvements élémentaires

5.4.1 Lorsque le chargement ou le déchargement des wagons, bateaux, trémies de dépôts, etc., s'effectue au moyen d'installations de transports en continu, le prélèvement des échantillons doit intervenir dans la chute de ferro-alliage à l'aide d'échantillonneurs mécaniques travaillant à masse constante ou à temps constant.

5.4.2 Avec un échantillonneur mécanique, le nombre de coupes de constitution de l'échantillon global ne doit pas être inférieur au nombre de prélèvements élémentaires fixé.

5.4.3 Les intervalles entre prélèvements élémentaires doivent être réguliers pour toute la livraison; ils sont calculés en temps ou en masse de ferro-alliage en fonction de la masse de la livraison et du nombre de prélèvements élémentaires.

5.4.4 L'intervalle de masse est calculé par l'équation

$$\Delta m_i < \frac{m_C}{n} \quad \dots (10)$$

où

Δm_i est l'intervalle de masse du matériau entre deux prises de prélèvements élémentaires, en kilogrammes;

m_C est la masse de la livraison, en kilogrammes.

NOTE — Si l'échantillonnage systématique de toute la livraison donne une erreur systématique, il faut diviser la livraison en un nombre de parties égal au nombre de prélèvements élémentaires, chaque prélèvement élémentaire devant être pris au hasard dans chaque partie.

5.4.5 L'intervalle de temps est calculé par l'équation

$$\Delta t = \frac{60 m_C}{q_m n} \quad \dots (11)$$

où

Δt est l'intervalle de temps, en minutes, entre deux prises de prélèvements élémentaires.

q_m est tel que défini en 5.2.3.

NOTE — L'intervalle de temps entre deux prises de prélèvements élémentaires n'est calculé en temps que lorsque le débit de ferro-alliage est constant dans le temps.

5.4.6 Le premier prélèvement élémentaire du premier intervalle doit être choisi au hasard.

5.4.7 Si le nombre de prélèvements élémentaires est le nombre fixé mais que le transfert de la livraison n'est pas terminé, l'échantillonnage doit être poursuivi jusqu'à la fin du transfert de la livraison.

5.4.8 Dans le cas où la prise des échantillons s'effectue sur convoyeur arrêté, le prélèvement élémentaire doit être extrait en un endroit déterminé dans le sens du courant de ferro-alliage. L'échantillonneur doit prélever sur toute la largeur et l'épaisseur du débit sur une longueur déterminée.

NOTE — Cette longueur doit être suffisante pour obtenir un prélèvement élémentaire de masse minimale au moins trois fois supérieure à la dimension granulométrique supérieure nominale d'un ferro-alliage.

5.5 Méthode manuelle de prise de prélèvements élémentaires

5.5.1 Dans le cas d'un échantillonnage manuel, le prélèvement élémentaire doit être effectué en une seule fois et en un seul mouvement au moyen d'une pelle spéciale (voir 7.2.1), permettant la prise d'échantillons de masse constante.

Lorsqu'il est difficile de prendre un échantillon en un seul mouvement, on peut le prendre en plusieurs mouvements sur un même point choisi au hasard. Pour que les masses des prélèvements élémentaires soient quasi-constantes, il est nécessaire d'utiliser un récipient spécial pour la prise de prélèvements élémentaires (voir 7.2.2).

5.5.2 Dans le cas de l'échantillonnage d'une livraison en poste fixe dont la dimension granulométrique est inférieure à 10 mm, il est admissible de prendre les prélèvements élémentaires au moyen d'une sonde. Dans ce cas, la masse de ferro-alliage extraite par la sonde en un seul mouvement ne doit pas être inférieure à la masse minimale fixée d'un prélèvement élémentaire.

5.5.3 Dans le cas d'échantillonnage pour la détermination de la composition chimique d'une livraison de ferro-alliage composée de morceaux de dimension granulométrique supérieure à 100 mm, le prélèvement élémentaire est effectué par détachage de petits fragments ayant, de préférence, les surfaces supérieure ou inférieure d'un lingot. Ces fragments doivent être pris dans au moins quatre gros morceaux, pris au hasard au point d'échantillonnage et servent à constituer le prélèvement élémentaire de masse prévue. Il est recommandé d'utiliser un récipient spécial pour la prise des prélèvements élémentaires (voir 7.2.2). L'emploi de cette méthode est subordonnée à la vérification qu'elle n'introduise pas d'erreur systématique.

5.5.4 Dans le cas de l'échantillonnage pour la détermination de la composition chimique d'une livraison de ferro-alliage composée de particules de dimensions différentes, la granulométrie du prélèvement élémentaire doit correspondre à celle de la granulométrie connue de la livraison soumise à une analyse par tamisage (voir l'ISO 4551) ou par l'expérience acquise.

5.5.5 Dans le cas de l'échantillonnage manuel d'un ferro-alliage en poste fixe, les points de prise d'échantillons doivent être disposés en un ordre défini sur la surface. Un cratère est creusé en chaque point d'échantillonnage et le prélèvement élémentaire est effectué à l'aide d'une pelle remontant en ligne droite le long des parois du cratère. Le matériau ne doit pas déborder de la pelle. L'emploi de cette méthode est subordonnée à la vérification qu'elle n'introduise pas d'erreur systématique.

5.5.6 Dans le cas de chargement ou de déchargement du ferro-alliage au moyen d'installations à action cyclique, les prélèvements élémentaires doivent être effectués manuellement sur la surface nouvellement formée ou dans le ferro-alliage versé sur le fond spécial d'une pince à grappin.

5.5.6.1 Le nombre de pinces à grappin où sont pris les échantillons ne doit pas être inférieur au nombre prévu de prélèvements élémentaires.

5.5.6.2 L'intervalle entre les pinces à grappin où sont prélevés les échantillons est calculé par l'équation

$$r = \frac{m_C}{m_g n} \quad \dots (12)$$

où

r est l'intervalle calculé par le nombre de pinces à grappin;

m_g est la masse de ferro-alliage transféré par une seule pince à grappin en un cycle, en kilogrammes.

5.6 Echantillonnage d'une livraison sous emballage

5.6.1 L'échantillonnage d'une livraison sous emballage s'effectue en deux temps (échantillonnage à deux degrés). Au premier degré, il faut prélever le nombre prévu d'unités d'emballage, M_p . Au second degré, dans chaque unité d'emballage prélevée, il faut prendre le nombre prévu de prélèvements élémentaires, n_s (voir 5.3.5).

5.6.2 Les unités d'emballage doivent être prélevées par échantillonnage systématique ou par échantillonnage au hasard en utilisant des tables de nombres aléatoires lorsque les unités sont numérotées.

5.6.3 Si le nombre d'unités d'emballage, M_t , dans une livraison est inférieur au nombre fixé d'unités d'emballage, M_p , des prélèvements élémentaires doivent être effectués sur toutes les unités. Pour déterminer le nombre de prélèvements élémentaires à prendre dans chaque unité d'emballage, il faut diviser le nombre prévu de prélèvements élémentaires dans la livraison par le nombre d'unités d'emballage de cette livraison. Le résultat de la division doit être arrondi au nombre entier supérieur le plus proche.

5.6.4 Les méthodes de prise des prélèvements élémentaires des unités d'emballage doivent correspondre aux indications de 5.5. Avant l'échantillonnage, il est recommandé de déverser le contenu des unités d'emballage sur un sol bien propre.

5.6.5 Lorsque la masse du ferro-alliage d'une unité d'emballage n'est pas suffisante pour effectuer le nombre nécessaire de prélèvements élémentaires, la masse entière de l'unité d'emballage doit être utilisée comme échantillon.

5.7 Méthode de combinaison des prélèvements élémentaires

5.7.1 Les prélèvements élémentaires effectués sur une livraison doivent être rassemblés en un échantillon global.

5.7.2 S'il est nécessaire d'avoir une meilleure fidélité de la détermination des caractères de qualité de la livraison que celle indiquée dans les Normes internationales appropriées, chaque prélèvement élémentaire ou sous-échantillon doit être soumis à l'analyse individuellement.

5.7.3 Si l'on divise une livraison en plusieurs parties et si l'on effectue plusieurs prélèvements élémentaires dans chaque partie, il faut

- a) rassembler les prélèvements élémentaires de chaque partie pour constituer des sous-échantillons de masse proportionnelle à la masse de chaque partie, chaque sous-échantillon étant préparé et analysé individuellement;
- b) rassembler les prélèvements élémentaires de chaque partie pour constituer des sous-échantillons, ces derniers devant être combinés, à un degré correspondant de préparation, en un échantillon global qui sera préparé pour analyse, à condition que le nombre de prélèvements élémentaires dans chaque sous-échantillon soit à peu près le même.

5.7.4 Si la livraison est constituée de plusieurs unités d'emballage, il faut

- a) rassembler les prélèvements élémentaires de chaque unité d'emballage pour constituer des sous-échantillons de masse proportionnelle à la masse de chaque unité d'emballage, chaque sous-échantillon étant préparé et analysé individuellement;
- b) rassembler les prélèvements élémentaires de chaque unité d'emballage pour constituer des sous-échantillons, ces derniers devant être combinés, à un degré correspondant de préparation, en un échantillon global qui sera préparé pour analyse, à condition que les masses de prélèvements élémentaires ou le nombre de prélèvements élémentaires dans chaque sous-échantillon soient à peu près les mêmes.

6 Préparation des échantillons

6.1 Ordre de la préparation des échantillons

6.1.1 L'échantillon pour essai de détermination de la composition chimique est préparé à partir d'un prélèvement élémentaire, d'un sous-échantillon ou d'un échantillon global.

6.1.2 La préparation de l'échantillon comprend les opérations successives de concassage, d'homogénéisation et de division.

6.1.3 La granulométrie et la masse des échantillons pour essai sont indiquées dans les Normes internationales relatives à l'échantillonnage de types particuliers ou de groupes de ferro-alliages.

6.1.4 Les opérations successives de préparation des échantillons de ferro-alliages non concassables sont indiquées dans les Normes internationales relatives à l'échantillonnage de ces types de ferro-alliages.

6.2 Fidélité de la préparation des échantillons

6.2.1 Toutes les opérations de préparation des échantillons doivent assurer la fidélité prévue de préparation des échantillons, β_D .

6.2.2 La valeur de la fidélité de préparation des échantillons doit être indiquée dans les Normes internationales relatives à l'échantillonnage de types particuliers ou de groupes de ferro-alliages.

6.3 Concassage

6.3.1 Le concassage et le broyage doivent être effectués au moyen d'un matériel choisi selon les spécifications de 7.2.4.

6.3.2 Avant emploi, les parties intérieures des dispositifs de concassage doivent être soigneusement nettoyées. On fait ensuite passer, une ou plusieurs fois, à travers ces dispositifs le même ferro-alliage pris dans la livraison à échantillonner.