
**Biocarburants solides —
Échantillonnage**

Solid Biofuels — Sampling

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Numéro de référence
ISO 18135:2017(F)

© ISO 2017

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
Introduction.....	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Symboles	2
5 Principe	3
6 Établissement d'une procédure d'échantillonnage (plan d'échantillonnage)	4
6.1 Principe.....	4
6.2 Plan d'échantillonnage complet.....	5
6.3 Synthèse du plan d'échantillonnage.....	5
6.4 Division des lots.....	5
7 Inspection visuelle	6
8 Nombre de prélèvements élémentaires	6
8.1 Généralités.....	6
8.2 Variance de prélèvement élémentaire principale (V_i).....	7
8.3 Variance de préparation et d'essai (V_{PT}).....	8
8.4 Précision globale (P_L).....	8
8.5 Calcul du nombre de prélèvements élémentaires par (sous-)lot.....	9
9 Calcul de la taille du prélèvement élémentaire	10
10 Échantillon composite — Calcul du volume de l'échantillon composite	10
11 Équipement d'échantillonnage	11
11.1 Généralités.....	11
11.2 Équipement destiné à l'échantillonnage manuel.....	11
11.2.1 Boîte d'échantillonnage pour flux tombant par gravité.....	11
11.2.2 Pelles d'échantillonnage.....	12
11.2.3 Pelles.....	13
11.2.4 Fourches.....	14
11.2.5 Grappins.....	15
11.2.6 Sondes de prélèvement vrac.....	16
11.2.7 Tubes d'échantillonnage.....	16
11.2.8 Cadres.....	17
11.2.9 Crochets.....	17
11.2.10 Mèches (vis sans fin).....	18
11.3 Équipement destiné à l'échantillonnage mécanique.....	19
11.3.1 Utilisation de normes relatives à l'échantillonnage du charbon et vérification du biais.....	19
11.3.2 Échantillonneur pour flux tombant par gravité.....	19
11.3.3 Échantillonneur traversant une bande.....	20
11.3.4 Sondes mécaniques.....	21
11.3.5 Mèches mécaniques.....	22
12 Échantillonnage en pratique	22
12.1 Généralités.....	22
12.2 Méthodes d'échantillonnage de matériau immobile.....	22
12.2.1 Échantillonnage de petits paquets (<50 kg).....	22
12.2.2 Échantillonnage à partir de conteneurs, de camions et de wagons.....	23
12.2.3 Échantillonnage à partir de tas.....	24
12.2.4 Échantillonnage à partir de navires ou de péniches.....	25
12.2.5 Échantillonnage à partir de balles.....	25

12.3	Méthodes d'échantillonnage de matériau en mouvement.....	26
12.3.1	Généralités.....	26
12.3.2	Échantillonnage à partir d'un flux tombant par gravité.....	26
12.3.3	Échantillonnage à partir de bandes de convoyeurs.....	27
12.3.4	Échantillonnage à partir de convoyeurs à godets, de convoyeurs à raclettes, de pelleteuses à godet ou de grappins.....	27
12.4	Échantillonnage de bois rond.....	28
12.4.1	Méthode générale.....	28
12.4.2	Méthode pour la détermination rapide du taux d'humidité.....	28
13	Production d'échantillons pour échantillons composites et échantillons pour laboratoire.....	29
14	Caractéristiques de performance.....	29
15	Manipulation et stockage des échantillons.....	30
15.1	Conditionnement, stockage et transport des échantillons.....	30
15.2	Identification/étiquetage.....	30
16	Certificats d'échantillonnage.....	30
Annexe A (informative)	Modèle de plan d'échantillonnage et de certificat d'échantillonnage.....	31
Annexe B (informative)	Échantillonnage à partir de grands tas.....	32
Annexe C (informative)	Masses volumiques apparentes des biocombustibles solides.....	33
Annexe D (informative)	Valeurs de référence de V_i et V_{PT}.....	34
Annexe E (informative)	Lignes directrices concernant le nombre de prélèvements élémentaires à prendre.....	38
Annexe F (informative)	Paramètres de qualité pour divers biocombustibles solides dans le cadre des projets BIONORM et des grandes cargaisons de granulés de bois.....	45
Annexe G (informative)	Échantillonnage sur livraison unique.....	56
Annexe H (informative)	Échantillonnage sur livraison en continu.....	57
Bibliographie		58

Avant-propos

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

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/238, *Biocombustibles solides*.

Introduction

L'objectif du présent document est de fournir des principes clairs et univoques pour l'échantillonnage des biocombustibles solides. Il est également destiné à servir d'outil pour permettre des échanges commerciaux efficaces et une bonne compréhension entre vendeur et acheteur, ainsi que de moyen de communication avec les fabricants de matériel. Il permettra également de faciliter les procédures d'autorisation administrative et l'établissement de rapports.

Le présent document est destiné à toutes les parties prenantes.

Les biomasses solides sont définies dans l'ISO 16559 et, selon la spécification dans l'ISO 17225-1, couvrent les matériaux organiques, non fossiles d'origine biologique qui peuvent être utilisés comme combustibles pour le chauffage ou la production d'électricité.

Le présent document a été élaboré avec de larges extraits issus de l'EN 14778:2011.

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

Biocarburants solides — Échantillonnage

1 Domaine d'application

Le présent document décrit les méthodes de préparation des plans et certificats d'échantillonnage, ainsi que les méthodes de prélèvement d'échantillons de biocombustibles solides, par exemple, depuis l'endroit où sont cultivées les matières premières, depuis l'usine de production, depuis les livraisons (par exemple les camions) ou depuis l'amoncellement. Il inclut des méthodes à la fois manuelles et mécaniques et s'applique aux biocombustibles solides pouvant être:

- des matériaux fins (dont la taille maximale des particules est d'environ 10 mm) et dont la forme des particules est régulière et qui peuvent être prélevés à l'aide d'une pelle d'échantillonnage ou d'un tube, par exemple: la sciure, les noyaux d'olives et les granulés de bois;
- des matériaux grossiers (dont la taille maximale des particules est d'environ 200 mm) ou dont la forme des particules est irrégulière et qui peuvent être prélevés à l'aide d'une fourche ou d'une pelle, par exemple: les copeaux de bois et les coquilles de noix, les rémanents forestiers et la paille;
- des matériaux en balle, par exemple: les balles de paille ou d'herbe;
- de grands morceaux (dont la taille des particules dépasse les 200 mm) ramassés manuellement ou automatiquement;
- des déchets végétaux, des déchets fibreux venant de la production de la pâte vierge et de la production de papier à partir de pâte ayant été déshydratée;
- des matériaux de biomasse traitée thermiquement et densifiée;
- du bois rond.

Le présent document ne s'applique pas aux poussières en suspension dans l'air émises par des biocombustibles solides. Il est possible que le présent document soit applicable à d'autres biocombustibles solides.

Les méthodes décrites dans le présent document peuvent être utilisées, par exemple, lorsque les échantillons doivent être soumis à essai afin de déterminer leur taux d'humidité, leur teneur en cendres, leur pouvoir calorifique, leur masse volumique apparente, leur durabilité, leur distribution granulométrique, leur fusibilité de cendres et leur composition chimique.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

ISO 14780, *Biocombustibles solides Préparation des échantillons*

ISO 16559, *Biocombustibles solides — Terminologie, définitions et descriptions*

ISO 21398, *Houille et coke — Lignes directrices pour l'inspection des systèmes d'échantillonnage mécanique*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 16559 ainsi que les suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: <http://www.iso.org/obp>

3.1

biais

erreur systématique menant à la valeur moyenne d'une série de résultats étant continuellement supérieurs ou inférieurs à ceux qui sont obtenus en utilisant une méthode d'échantillonnage de référence

3.2

grand tas

amoncellement d'une capacité >40 tonnes

3.3

dimension nominale

taille de l'ouverture du tamis utilisé qui laisse passer au moins 95 % de la masse du matériau

Note 1 à l'article: Pour les granulés, le diamètre est utilisé pour déterminer la dimension nominale.

Note 2 à l'article: Inclut des informations supplémentaires ne figurant pas dans l'ISO 16559.

3.4

précision globale

précision entre des résultats d'essais indépendants obtenus dans des conditions bien précises, comprenant la préparation et l'analyse de l'échantillon

Note 1 à l'article: Une détermination pourrait être effectuée avec grande fidélité et l'écart-type d'un nombre de déterminations effectuées sur le même sous-lot pourrait, par conséquent, être faible, mais de tels résultats ne sont précis qu'en l'absence de biais.

4 Symboles

d_{95}	dimension nominale du biocombustible, en millimètres
d_i	différence entre des membres d'une même paire
m_{lot}	masse du lot ou du sous-lot, en tonnes
n	nombre de prélèvements élémentaires par (sous-)lot
n_{min}	nombre minimal de prélèvements élémentaires par (sous-)lot
n_{p}	nombre de paires (pour l'estimation de V_{PT})
n_{mp}	nombre maximal praticable de prélèvements élémentaires par sous-lot
$N_{\text{L}}, N_{\text{SL}}$	nombre de lots/sous-lots
P_{L}	précision globale pour l'échantillonnage, la préparation d'échantillon et l'essai pour l'ensemble du lot de biocombustible à un niveau de confiance de 95 %

P_{SL}	similaire à P_L mais s'applique au sous-lot
S	estimation sur échantillon de l'écart-type de la population
V_{SPT}	variance totale des résultats des répliquats d'échantillons
$Vol_{Combined\ Sample}$	volume de l'échantillon composite, en litres
Vol_{incr}	volume d'un prélèvement élémentaire, en litres
Vol_{min}	volume minimal d'un prélèvement élémentaire, en litres
V_i	variance de prélèvement élémentaire principale
V_{PT}	variance de préparation et d'essai
W	largeur d'un outil d'échantillonnage, en millimètres
X_i	valeur du paramètre analysé

5 Principe

Le principe de base d'un échantillonnage correct est d'obtenir un échantillon représentatif (des échantillons représentatifs) à partir de l'ensemble du lot concerné. Il convient que toutes les particules du lot ou du sous-lot devant être représenté par l'échantillon aient la même probabilité d'être incluses dans l'échantillon. Pour ce faire, un plan d'échantillonnage est nécessaire. La [Figure 1](#) présente les actions nécessaires au développement d'un plan d'échantillonnage. Lorsque les échantillonnages doivent être effectués selon le même plan de façon répétée ou continue (par exemple tous les jours), un plan d'échantillonnage complet doit être préparé conformément au [6.2](#) (il n'est nécessaire de l'établir qu'une seule fois). Une synthèse du plan d'échantillonnage doit être préparée pour l'usage routinier conformément au [6.3](#) (même type d'objet ou de situation d'échantillonnage, occasionnellement). Dans le cas d'un nouveau matériau ou fournisseur, le plan existant doit être vérifié et mis à jour ou un nouveau plan d'échantillonnage complet doit être développé.

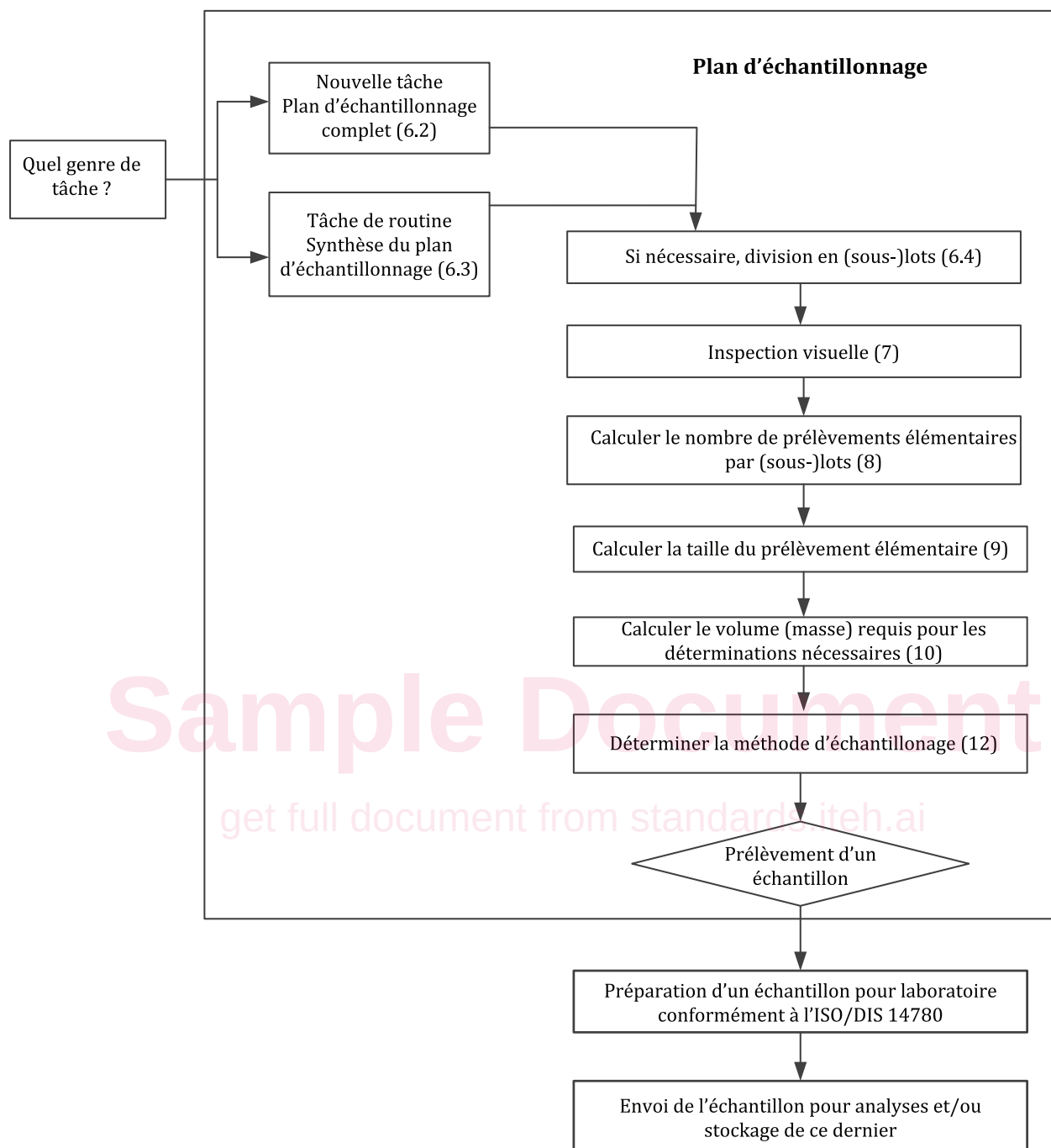


Figure 1 — Mode opératoire d'échantillonnage

NOTE Les numéros sur la [Figure 1](#) font référence aux articles/paragraphes du présent document.

6 Établissement d'une procédure d'échantillonnage (plan d'échantillonnage)

6.1 Principe

La personne en charge de l'échantillonnage doit préparer un plan d'échantillonnage complet soit en copiant les formulaires présentés à l'[Annexe A](#), soit en préparant ses propres formulaires ou documents contenant les éléments appropriés choisis parmi ceux présentés à l'[Annexe A](#). Chaque plan d'échantillonnage doit se voir donner un numéro de référence unique ou un code/nom.

6.2 Plan d'échantillonnage complet

Un modèle de plan d'échantillonnage est présenté à l'[Annexe A](#) sous forme de formulaires devant être complétés par la personne en charge de l'échantillonnage. Une fois complétés, ces formulaires deviennent des certificats d'échantillonnage.

6.3 Synthèse du plan d'échantillonnage

Le plan d'échantillonnage doit comprendre les éléments légendes suivants:

- a) référence au plan d'échantillonnage complet ([Annexe A](#));
- b) numéro d'identification unique de l'échantillon;
- c) date et heure de l'échantillonnage;
- d) identité du fournisseur de biocombustible;
- e) numéro d'identification du lot ou du sous-lot;
- f) type de biocombustible (granulés, briquettes, plaquettes de bois, etc.).

Les éléments suivants sont également à prendre en considération:

- g) nom de la personne en charge de l'échantillonnage;
- h) masse ou volume du sous-lot ou du lot;
- i) identité du transporteur (entreprise de transport);
- j) informations de stockage du lot (telles que conditions météorologiques, stockage en intérieur ou à l'extérieur);
- k) technique d'échantillonnage, par exemple pelle, récolteur latéral, échantillonneur à marteau, sonde, convoyeur à l'arrêt, etc.;
- l) tout autre détail pouvant changer d'un échantillon à l'autre;
- m) provenance du lot (tas, silo, soute de bateau, wagon, camion, etc.) et endroit (centre, partie inférieure, etc.) où l'échantillon a été prélevé.

6.4 Division des lots

Le lot peut être échantillonné dans son ensemble, générant un seul échantillon, ou divisé en un certain nombre de sous-lots pouvant eux-mêmes être divisés en échantillons. En cas d'échantillonnage manuel, un lot peut être échantillonné dans son ensemble lorsqu'il pèse au maximum 2 500 tonnes ou en une série de sous-lots pesant chacun au maximum 2 500 tonnes, par exemple le combustible expédié ou livré au cours d'un certain intervalle de temps, par chargement d'un navire, par chargement d'un train, par chargement d'un wagon, ou le combustible produit au cours d'un certain intervalle de temps, par exemple l'alternance des récoltes.

Une telle division en un certain nombre de sous-lots peut être nécessaire pour:

- a) atteindre la précision requise (calculée par la méthode indiquée en [8.2](#));
- b) maintenir l'intégrité de l'échantillon en l'enfermant dans un sac ou un conteneur en matière plastique étanche à l'air, par exemple en évitant le biais pouvant être entraîné par la perte d'humidité due à l'immobilité ou par le changement du pouvoir calorifique causé par l'activité biologique;
- c) créer une certaine commodité lors de l'échantillonnage des lots sur une longue durée, par exemple sur base de l'alternance des récoltes;

- d) conserver des masses d'échantillon gérables, en prenant en compte la capacité maximale de levage;
- e) distinguer les différents composants d'un mélange de combustibles, par exemple différents types de biocombustibles au sein d'un même lot; et
- f) être constant lors de l'échantillonnage dans plusieurs endroits spécifiés du lot, afin d'éviter le biais dû à la ségrégation des particules lors du chargement.

En cas d'échantillonnage mécanique, par exemple à partir de cargaisons importantes, il convient que les parties impliquées décident de la taille maximale du (sous-)lot. Par exemple, un sous-lot de 5 000 tonnes est recommandé.

EXEMPLE 1 Soit une centrale électrique recevant 140 camions de plaquettes de bois par mois, totalisant 3 500 tonnes. Dans cet exemple, quatre sous-lots peuvent être échantillonnés manuellement, en considérant qu'un sous-lot puisse correspondre à la quantité de combustible délivrée en une semaine (environ 35 camions).

EXEMPLE 2 Soit une cargaison unique de 46 000 tonnes de granulés de bois. Dans cet exemple, 10 sous-lots pesant chacun 4 600 tonnes peuvent être échantillonnés mécaniquement, ou 19 échantillons de sous-lot pesant chacun 2 421 tonnes doivent être prélevés manuellement.

7 Inspection visuelle

L'inspection visuelle doit être utilisée pour le choix ou la vérification de la classification des biocombustibles solides. Sur base du plan d'échantillonnage, la vérification ou la sélection de l'équipement d'échantillonnage et de la méthode d'échantillonnage doit également être faite par inspection visuelle. Si le biocombustible consiste en un mélange de différents matériaux ou s'il contient des impuretés (telles que de la terre ou des morceaux de métal), cela doit être consigné dans le certificat d'échantillonnage. Si le type ou la qualité du biocombustible diverge fortement de ce qui était attendu, la personne en charge de l'échantillonnage doit le signaler sans tarder à la partie concernée afin de recevoir les instructions appropriées.

NOTE Des photographies des écarts observés au cours des examens visuels peuvent être fournis à l'appui de la documentation.

8 Nombre de prélèvements élémentaires

8.1 Généralités

Dans toutes les méthodes d'échantillonnage, de préparation et d'analyse d'échantillon, des erreurs sont inévitables et les résultats expérimentaux pour tout paramètre donné s'écartent de la valeur vraie de ce paramètre. Étant donné que la valeur vraie ne peut être connue avec exactitude, il est impossible d'évaluer l'exactitude des résultats expérimentaux, c'est-à-dire l'écart entre les résultats et la valeur vraie. Néanmoins, il est possible de faire une estimation de la précision des résultats, à partir de la dispersion des résultats d'une série d'expériences effectuées sur le même combustible.

Il est possible de concevoir un plan d'échantillonnage qui, en principe, peut atteindre un niveau de précision désiré avec une limite inférieure déterminée.

La précision est la dispersion des résultats obtenus en répétant le mode opératoire expérimental dans des conditions définies et est une caractéristique du plan d'échantillonnage utilisé et de la variabilité du biocombustible échantillonné. Plus les erreurs aléatoires du plan sont faibles, plus la précision du plan est bonne. Un indice de précision communément accepté est égal à deux fois l'estimation sur échantillon de l'écart-type de la population et cet indice de fidélité est utilisé tout au long du présent document.

Si un grand nombre de réplicats d'échantillons sont prélevés à partir d'un sous-lot de biocombustible, préparés et analysés séparément, la précision d'une seule observation, P , est donnée par la [Formule \(1\)](#):

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

où

s représente l'estimation sur échantillon de l'écart-type de la population;

V_{SPT} représente la variance totale des résultats des réplicats d'échantillons.

Ici, V_{SPT} est donnée par la [Formule \(2\)](#):

$$V_{\text{SPT}} = \frac{V_i}{N_{\text{SL}} \cdot n} + \frac{V_{\text{PT}}}{N_{\text{SL}}} \quad (2)$$

Par conséquent, la fidélité globale finale, P_L , pour la quantité totale de biocombustible est:

$$P_L = 2\sqrt{\frac{V_i}{N_{\text{SL}} n} + \frac{V_{\text{PT}}}{N_{\text{SL}}}} \quad (3)$$

où

P_L représente la précision globale pour l'échantillonnage, la préparation d'échantillon et l'essai pour l'ensemble du lot de biocombustible à un niveau de confiance de 95 %;

V_i représente la variance de prélèvement élémentaire principale;

n représente le nombre de prélèvements élémentaires par (sous-)lot;

N_{SL} représente le nombre de sous-lots dans le lot;

V_{PT} représente la variance de préparation et d'essai.

Dans le cas où la quantité totale de biocombustible est divisée en sous-lots, tous les sous-lots doivent être échantillonnés. Le nombre de sous-lots peut être égal à 1.

8.2 Variance de prélèvement élémentaire principale (V_i)

La variance de prélèvement élémentaire principale, V_i , dépend du type et de la dimension nominale du combustible, du degré de prétraitement et de mélange, de la valeur absolue du paramètre devant être déterminé et de la masse du prélèvement élémentaire prélevé. En général, la variance de prélèvement élémentaire (V_i) est en pratique différente pour les différents paramètres (pour le même matériau). Il convient que le calcul du nombre minimal de prélèvements élémentaires soit basé sur différentes valeurs de V_i , de V_{PT} et de P_L pour chacun des paramètres requis et il convient de choisir le nombre minimal de prélèvements élémentaires le plus élevé (voir également [8.5](#) pour le calcul du nombre minimal de prélèvements élémentaires).

La valeur de la variance de prélèvement élémentaire principale, V_i , nécessaire pour le calcul du nombre minimal de prélèvements élémentaires en utilisant la [Formule \(6\)](#) ou pour le calcul de la fidélité en utilisant la [Formule \(3\)](#), peut être obtenue par l'un des moyens suivants:

- en la déterminant directement à partir du biocombustible à échantillonner en prélevant au moins 30 prélèvements élémentaires répartis sur l'ensemble du lot du même type de combustible et en analysant chaque prélèvement élémentaire séparément sur la base des paramètres requis, de préférence les cendres (sur produit sec) et l'humidité totale.

$$V_i = \frac{1}{n-1} \left[\sum x_i^2 - \frac{(\sum x_i)^2}{n} \right] - V_{PT} \quad (4)$$

où x_i représente la valeur du paramètre analysé.

Voir [E.3](#) pour un exemple de détermination de V_i .

- b) En prenant par hypothèse les valeurs de V_i de matériaux similaires ou d'une précédente expérience de caractérisation, avec manipulation et préparation d'échantillon, effectuée sur un combustible similaire. Dans ce cas, il est préférable de vérifier ces hypothèses par la suite.
- c) En prenant par hypothèse les valeurs de V_i répertoriées à l'[Annexe D](#) pour le même type de matériaux. Dans ce cas, il est préférable de vérifier ces hypothèses par la suite.

8.3 Variance de préparation et d'essai (V_{PT})

La valeur de la variance de préparation et d'essai d'échantillon, V_{PT} , nécessaire pour le calcul du nombre minimal de prélèvements élémentaires en utilisant la [Formule \(6\)](#) ou pour le calcul de la précision en utilisant la [Formule \(3\)](#), peut être obtenue par l'un des moyens suivants:

- a) en la déterminant directement à partir du combustible à échantillonner en constituant au moins 20 sous-échantillons répartis sur l'ensemble du lot du même type de combustible. Chaque sous-échantillon est divisé en deux parties (constituant une paire) et préparé afin que les prises d'essai de chaque sous-échantillon soient prélevées à la première étape de la division. Chaque prise d'essai doit être préparée et soumise à essai pour déterminer les paramètres d'intérêt, de préférence les cendres (sur produit sec) et l'humidité totale. Les mêmes méthodes analytiques sont appliquées telles qu'utilisées dans les opérations de routine. La différence entre les deux résultats doit être calculée pour chaque paire et la variance de préparation et d'essai V_{PT} , peut être calculée comme suit:

$$V_{PT} = \frac{\sum d_i^2}{2n_p} \quad (5)$$

où

d_i représente la différence entre des membres d'une même paire;

n_p représente le nombre de paires.

Voir le [Tableau F.14](#) pour un exemple de détermination de V_{PT} .

- b) En prenant par hypothèse les valeurs de V_{PT} de matériaux similaires ou d'une précédente expérience de caractérisation, avec manipulation et préparation d'échantillon, effectuée sur un combustible similaire. Dans ce cas, il est préférable de vérifier ces hypothèses par la suite.
- c) En prenant par hypothèse les valeurs de V_{PT} répertoriées à l'[Annexe D](#) pour le même type de matériaux. Dans ce cas, il est préférable de vérifier ces hypothèses par la suite.

8.4 Précision globale (P_L)

Il convient que les parties concernées conviennent de la précision globale nécessaire pour chaque paramètre pertinent concernant un lot. En l'absence d'un tel accord, les valeurs données dans les [Tableaux D.1 à D.10](#) peuvent être adoptées. En gardant trace des résultats des analyses, les changements de la composition au cours du temps peuvent être identifiés, ce qui pourrait être une indication pour réévaluer V_i et V_{PT} . Cela peut être fait en utilisant [8.2](#) et [8.3](#).

8.5 Calcul du nombre de prélèvements élémentaires par (sous-)lot

Déterminer le nombre de sous-lots requis pour des raisons pratiques, puis estimer le nombre de prélèvements élémentaires pour une précision globale désirée en transposant la [Formule \(6\)](#) (arrondie):

$$n_{\min} = \frac{4V_i}{N_{\text{SL}} P_L^2 - 4V_{\text{PT}}} \quad (6)$$

où

N_{SL} représente le nombre de sous-lots dans le lot; lorsque le lot n'est pas divisé $N_{\text{SL}} = 1$;

$n_{\min}$ représente le nombre (minimal) de prélèvements élémentaires par sous-lot, ou par lot si le lot n'est pas divisé en sous-lots ($N = 1$); si le $n_{\min}$ calculé est inférieur à 10, il doit être établi que $n_{\min} = 10$ sauf accord contraire;

V_i représente la variance de prélèvement élémentaire principale;

P_L représente la précision globale pour l'échantillonnage, la préparation d'échantillon et l'essai pour l'ensemble du lot de biocombustible à un niveau de confiance de 95 %;

V_{PT} représente la variance de préparation et d'essai.

NOTE La [Formule \(3\)](#) est réécrite pour produire la [Formule \(6\)](#).

Les parties peuvent s'accorder sur un nombre minimal de prélèvements élémentaires différent; il peut également être inférieur à 10. Il convient que les parties soient conscientes du fait que l'extraction des prélèvements élémentaires de contenu extrême peut influencer la valeur finale mesurée. Cela est notamment possible pour les matériaux sujets à ségrégation, lorsque les fines se concentrent au niveau de certaines régions du matériau en vrac, au centre par exemple.

Les exemples utilisant cette formule sont présentés en [E.3](#).

Une valeur calculée de $n_{\min}$ égale à l'infini ou à une valeur négative indique que les erreurs de préparation et d'essai sont telles que la fidélité requise ne peut être atteinte avec ce nombre de sous-lots. Dans de tels cas, ou si $n_{\min}$ est bien trop élevé pour être applicable en pratique, réduire les erreurs de préparation et d'essai des échantillons, convenir d'une précision globale plus élevée, ou augmenter le nombre de sous-lots par l'un des moyens suivants.

- Choisir un nouveau nombre de sous-lots correspondant à une masse de sous-lot pratique, recalculer $n_{\min}$ à l'aide de la [Formule \(6\)](#) et répéter ce processus jusqu'à ce que $n_{\min}$ ait une valeur pouvant être mise en pratique.
- Décider du nombre maximal de prélèvements élémentaires pouvant être mis en pratique par sous-lot, n_{mp} , et calculer N_{SL} à l'aide de la [Formule \(7\)](#):

$$N_{\text{SL}} = \frac{4(V_i + n_{\text{mp}} V_{\text{PT}})}{n_{\text{mp}} P_L^2} \quad (7)$$

Réajuster N_{SL} en augmentant sa valeur si nécessaire jusqu'à obtenir une valeur pouvant être mise en pratique et recalculer $n_{\min}$. Un exemple de calcul est présenté en [E.3](#).

Comme décrit en [8.1](#) à [8.3](#), les tableaux de l'[Annexe D](#) présentent les valeurs de référence ou par défaut de V_i et V_{PT} lorsqu'aucune autre information n'est disponible. Les [Tableaux D.1](#) à [D.10](#) présentent les valeurs de référence de V_i et V_{PT} lorsqu'aucune autre information n'est disponible. Il est recommandé de mesurer V_i et V_{PT} par type, groupe et/ou fournisseur de biocombustible.

Il convient que les parties concernées conviennent de la précision globale requise pour un lot. En l'absence d'un tel accord, les valeurs données dans les [Tableaux D.1](#) à [D.10](#) peuvent être adoptées.